

การใช้ $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์

3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์แบบเคมีสะอาด

ณัฐมณฑน์ กิจชัยสกุลฤทธิ์

อภิรักษ์ โชติทองกลาง

นพวรรณ อินเดชะ

การศึกษาอิสระ เสนอเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

หลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาเคมี

เมษายน 2562

มหาวิทยาลัยพะเยา

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยพะเยา

การใช้ $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์

3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์แบบเคมีสะอาด

ณัฐมณฑน์ กิจชัยสกุลฤทธิ์

อภิรักษ์ โชติทองกลาง

นพวรรณ อินเดชะ

การศึกษาอิสระ เสนอเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

หลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

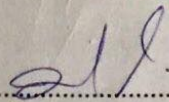
สาขาวิชาเคมี

เมษายน 2562

มหาวิทยาลัยพะเยา

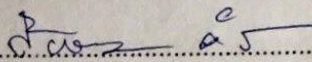
ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยพะเยา

คณะกรรมการสอบการศึกษาอิสระ อาจารย์ที่ปรึกษา และคณบดี
คณะวิทยาศาสตร์ได้พิจารณาการศึกษาเรื่อง “การใช้ $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
ในการสังเคราะห์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน และอนุพันธ์ แบบเคมีสะอาด” เห็นสมควร
รับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
ของมหาวิทยาลัยพะเยา



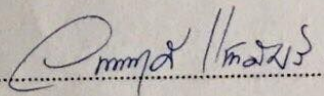
(อาจารย์มนัส ใจมะสิทธิ์)

ประธานกรรมการ



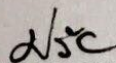
(อาจารย์ ดร.สรชัย คำแสน)

(กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา)



(ดร.วรรณฤดี แก้วมีศรี)

(กรรมการ)



(รองศาสตราจารย์ปริญนันท์ แสนโกชน์)

(คณบดีคณะวิทยาศาสตร์)

เมษายน 2562

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยพะเยา

กิตติกรรมประกาศ

ในการศึกษาวิจัยครั้งนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความกรุณาอย่างยิ่งจากอาจารย์หลายท่าน ซึ่งมีพระคุณสองท่านแรกที่คณะผู้ศึกษาขอขอบพระคุณคือ อาจารย์ ดร.สรชัย คำแสน และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณัชชา อินทร์จันท์ อาจารย์ที่ปรึกษาได้ให้ความรู้ คำแนะนำทางด้านการค้นคว้าหาข้อมูล วิธีการทดลอง รวมถึงช่วยแก้ไขปัญหาดังกล่าวที่เกิดขึ้นระหว่างทำการทดลอง ตลอดจนตรวจทานแก้ไขข้อบกพร่องด้วยความเอาใจใส่ทุกขั้นตอน จนการศึกษาวิจัยสำเร็จสมบูรณ์ได้ ผู้ศึกษาขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ ที่นี้

ขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร.วรรณฤดี แก้วมีศรี และอาจารย์มนัส ใจมะลิทธิ์ ที่กรุณาเสียสละเวลาเป็นคณะกรรมการสอบ พร้อมทั้งให้ข้อเสนอแนะ และแก้ไขข้อบกพร่องจนทำให้การศึกษาวิจัยในครั้งนี้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ส่วนงานปฏิบัติการ สาขาเคมีและสาขาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยพะเยา ที่ช่วยอำนวยความสะดวกในการศึกษาอิสระทั้งทางด้านสารเคมี เครื่องมือ อุปกรณ์ และสถานที่ห้องปฏิบัติการทดลอง ตลอดจนคำแนะนำต่างๆ จนทำให้การศึกษาวิจัยฉบับนี้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่าผลงานการศึกษาวิจัยนี้จะเป็นประโยชน์แก่บุคลากรทางการศึกษาและผู้สนใจทั่วไป ตลอดจนจะเป็นประโยชน์ในการสร้างองค์ความรู้ทางวิทยาศาสตร์ต่อไป

สุดท้ายนี้ผู้วิจัยขอขอบคุณพระบิดามารดา และครอบครัว ซึ่งเปิดโอกาสให้ได้รับการศึกษาเล่าเรียน ตลอดจนคอยช่วยเหลือและให้กำลังใจผู้วิจัยเสมอมาจนสำเร็จการศึกษา

ณัฐมณฑน์ กิจชัยสกุลฤทธิ์

อภิรักษ์ ไซติทองหลวง

นพวรรณ อินเดชะ

ชื่อเรื่อง	การใช้ $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในการสังเคราะห์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์ แบบเคมีสะอาด
ผู้วิจัย	นางสาวณัฐมณฑน์ กิจชัยสกุลฤทธิ์ นายอภิรักษ์ โชติทองกลาง นางสาวนพวรรณ อินเดชะ
ที่ปรึกษา	ดร. สรชัย คำแสน
วิทยาศาสตร์บัณฑิต	สาขาเคมี
คำสำคัญ	3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ปฏิกิริยาไบจินลลิ $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ จากปฏิกิริยาไบจินลลิ ซึ่งเป็นการสังเคราะห์แบบหลายองค์ประกอบของปฏิกิริยาไซโคลคอนเดนเซชันในขั้นตอนเดียว โดยมีสภาวะที่เหมาะสมคือ ใช้อนุพันธ์ อะโรมาติกแอลดีไฮด์ 1.0 มิลลิโมล เอทิลอะซิโตอซิเตท 1.0 มิลลิโมล ยูเรีย 1.2 มิลลิโมล และตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ 10 เปอร์เซ็นต์โมล ที่อุณหภูมิ 80-90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าสภาวะของปฏิกิริยานี้ให้ร้อยละสารผลิตภัณฑ์ (4a-4g) อยู่ในระดับดี ใช้เวลาในการสังเคราะห์น้อย และไม่มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม

Title SYNTHESIS OF 3,4-DIHYDROPYRIMIDINONE AND DERIVATIVES USING $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ AS A CATALYST

Author Miss. Natthamon Gedchaysagullit
Mr. Apinun Chotthonglang
Miss. Noppawan Intecha

Advisor Dr. Sorachai Khamsan

Bachelor of Science Program in Chemistry

Keywords 3,4-dihydropyrimidinone, Biginelli reaction, $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$

ABSTRACT

This research studies on the catalytic activity of silica FeCl_3 for the synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2(1*H*)-one and derivatives via one-pot three-component Biginelli type reaction. The optimal reaction conditions were 1.0 mmol aromatic aldehyde 1.0 mmol ethyl acetoacetate 1.2 mmol urea and 10% mol catalyst at 80–90 °C for 2 hours corresponding 4a–4g in a high yield. The study demonstrated the effectiveness of the developed Biginelli protocol using Green Chemistry approach as well as environmentally friendly method. The results shown that $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ can be used several times without loss of any catalytic activity.

สารบัญ

หน้า

หน้าอนุมัติ.....	ก
กิตติกรรมประกาศ.....	ข
บทคัดย่อ.....	ค
ABSTRACT.....	ง
สารบัญเรื่อง.....	จ
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญภาพ.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการศึกษา.....	2
1.3 สมมติฐานของงานวิจัย.....	3
1.4 ขอบเขตการวิจัย.....	3
1.5 สถานที่ศึกษาและรวบรวมข้อมูล.....	3
1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 การศึกษาองค์ประกอบของสาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน.....	4
2.2 ปฏิกิริยาไบจินेलลี (Biginelli reaction).....	5
2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	9
2.4 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับเคมีสะอาด.....	10
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	13
3.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี.....	13
3.2 วิธีการดำเนินการวิจัย.....	16
บทที่ 4 ผลการดำเนินการวิจัยและอภิปราย.....	29
4.1 ผลการเตรียมซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์.....	29
4.2 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ	
3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน.....	29
4.3 การศึกษาร้อยละจำนวนโมลที่เหมาะสมของตัวเร่งปฏิกิริยาใน	
การสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน.....	32
4.4 การศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน.....	33

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.5 การพิสูจน์เอกลักษณ์โครงสร้างทางเคมีของอนุพันธ์	
3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน.....	43
4.6 การศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	54
บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินวิจัย.....	56
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	56
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	61
บรรณานุกรม.....	62
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก.....	65
ภาคผนวก ข.....	70
ประวัติผู้ศึกษาวิจัย.....	79

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
1. โครงสร้างทางเคมีและความรู้เบื้องต้นของสาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน.....	4
2. ผลการเตรียมซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์.....	29
3. การศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน.....	30
4. การศึกษาช่วงเวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน.....	31
5. ผลการศึกษาร้อยละจำนวนโมลที่เหมาะสมของตัวเร่งปฏิกิริยา ในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน.....	33
6. ผลการศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ในสภาพปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา.....	34
7. ผลการศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ในสถานะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา.....	37
8. ลักษณะทางกายภาพของสาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์ ในสถานะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา.....	40
9. ลักษณะทางกายภาพของสาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์.....	43
10. แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6- methyl-4-phenyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4a).....	45

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตาราง	หน้า
11. แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-bromophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4b).....	47
12. แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-chlorophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4c).....	48
13. แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-dimethylaminophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4d).....	49
14. แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-hydroxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4e).....	51
15. แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-methoxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4f).....	52
16. แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-nitrophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4g).....	53
17. ประสิทธิภาพการนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ซ้ำ.....	55

สารบัญภาพ

ภาพ	หน้า
1. การสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน.....	2
2. ปฏิริยาไบจีนลิส.....	6
3. ปฏิริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนที่ใช้อุณหภูมิต่างกัน.....	17
4. ปฏิริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนที่ใช้ระยะเวลาต่างกัน.....	18
5. ปฏิริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนโดยใช้ตัวเร่งปฏิริยา.....	20
6. ปฏิริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4a) โดยใช้ตัวเร่งปฏิริยา.....	21
7. ปฏิริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4b) โดยใช้ตัวเร่งปฏิริยา.....	22
8. ปฏิริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4c) โดยใช้ตัวเร่งปฏิริยา.....	23
9. ปฏิริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4d) โดยใช้ตัวเร่งปฏิริยา.....	24
10. ปฏิริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4e) โดยใช้ตัวเร่งปฏิริยา.....	25
11. ปฏิริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4f) โดยใช้ตัวเร่งปฏิริยา.....	26

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพ	หน้า
12. ปฏิกิริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4g) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา.....	27
13. แผนภูมิแสดงระยะเวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน.....	31
14. IR Spectrum ของ สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6- methyl-4-phenyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4a).....	45
15. IR Spectrum ของ สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6- methyl-4-(4-bromophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4b).....	46
16. IR Spectrum ของ สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6- methyl-4-(4-chlorophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4c).....	48
17. IR Spectrum ของ สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6- methyl-4-(4-dimethylaminophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one(4d).....	49
18. IR Spectrum ของ สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6- methyl-4-(4-hydroxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4e).....	50
19. IR Spectrum ของ สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6- methyl-4-(4-methoxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4f).....	52

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพ	หน้า
20. IR Spectrum ของ สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-nitrophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4g).....	53
21. แสดงร้อยละสารผลิตภัณฑ์ของอนุพันธ์ของอะโรมาติกแอลดีไฮด์ที่มีหมู่แทนที่เป็นหมู่รับอิลีกตรอน.....	57
22. แสดงร้อยละสารผลิตภัณฑ์ของอนุพันธ์ของอะโรมาติกแอลดีไฮด์ที่มีหมู่แทนที่เป็นหมู่ให้อิเล็กตรอน.....	59
23. ตะกอนของ $\text{SiO}_2/\text{FeCl}_3$	65
24. การสังเคราะห์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนที่อุณหภูมิ 85 ± 5 องศาเซลเซียส.....	65
25. ลักษณะของสารเมื่อทำปฏิกิริยาที่สมบูรณ์.....	66
26. การกรองด้วยกรวยกรองสุญญากาศ.....	66
27. ลักษณะของผลึกที่ได้จากการกรองด้วยชุดกรองสุญญากาศ.....	67
28. การเก็บผลึกของสาร.....	67
29. ผลึกของสาร.....	68
30. การตกผลึกใหม่ของสาร.....	68
31. เครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์.....	69
32. เครื่องหาจุดหลอมเหลว.....	69

บทที่ 1

บทนำ

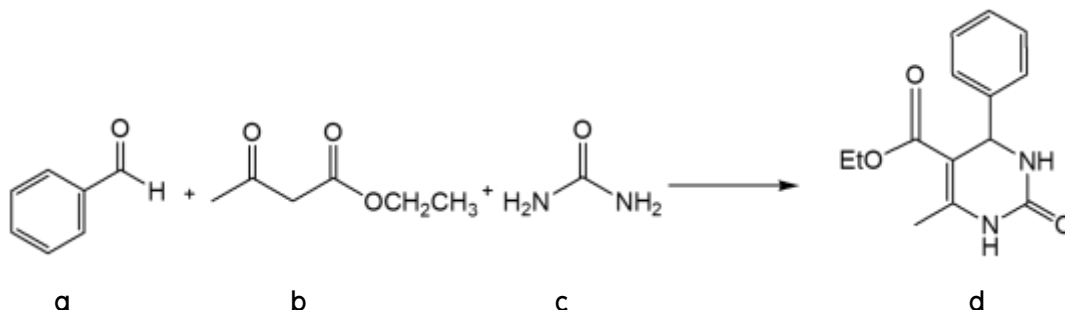
1.1 ที่มาและความสำคัญ

ปัญหาด้านสุขภาพเป็นเรื่องที่สำคัญมากในปัจจุบัน โดยโรคมะเร็งเป็นปัญหาสาธารณสุขที่เป็นสาเหตุการเสียชีวิตอันดับหนึ่งในประชากรไทย จากข้อมูลสำนักนโยบายและยุทธศาสตร์กระทรวงสาธารณสุข ในปี พ.ศ.2550 และพ.ศ.2554 มีอัตราการตายต่อประชากร 100,000 คน พบว่าโรคมะเร็งจัดเป็นอันดับหนึ่ง รองลงมาคืออุบัติเหตุ และโรคหัวใจตามลำดับ ต่อมารายงานอัตราการตายของประชากรไทยในปี พ.ศ.2558 โรคมะเร็งยังคงเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้คนไทยเสียชีวิตมากที่สุด และจาก Cancer in Thailand Vol. I-IV ยังพบว่ามีอุบัติการณ์การเกิดโรคมะเร็งเพิ่มสูงขึ้น^{1, 2} ในสถานการณ์ปัจจุบันเกิดมลพิษทางอากาศที่เกิดจากฝุ่นละอองขนาดเล็ก PM2.5 ปกคลุมทั่วกรุงเทพ เขตปริมณฑล และอีกหลายจังหวัดทั่วประเทศ ทำให้ประชาชนต้องประสบปัญหาสุขภาพที่หนักยิ่งขึ้น โดยเฉพาะปัญหาในระบบทางเดินหายใจ โรคผิวหนังอักเสบ โรคหัวใจ โรคเยื่อปอดอักเสบที่เกิดจากการติดเชื้อไวรัส แบคทีเรีย นอกจากนี้องค์การอนามัยโลก (WHO's, 2006) กำหนดให้ PM2.5 อยู่ในกลุ่มที่ 1 ของสารก่อมะเร็งตั้งแต่ปี 2556 เป็นสาเหตุให้ 1 ใน 8 ของประชากรโลกเสียชีวิตก่อนวัยอันควร และธนาคารโลก ระบุว่าประเทศไทยมีผู้เสียชีวิตจากมลพิษทางอากาศก่อนวัยอันควรมากถึง 50,000 ราย^{3, 4}

ผู้วิจัยจึงเล็งเห็นความสำคัญของสารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (3,4-dihydropyrimidinone) ซึ่งมีฤทธิ์ต้านมะเร็ง (anticarcinogenic agents) และสารในกลุ่มนี้มีการออกฤทธิ์ทางเภสัชวิทยาที่หลากหลาย เช่น ด้านแบคทีเรีย (antibacterial) ด้านเชื้อรา (antifungal activity) ด้านการอักเสบ (anti-inflammatory) ด้านเนื้องอก (antitumor) ด้านความดันโลหิต (antihypertensive) ด้านเชื้อเอชไอวี (HIVgp-120-CD4) ลดอาการปวด (analgesis agents) และต้านไวรัส (antiviral) เป็นต้น

การสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนจากปฏิกิริยาไบจินเนลลี (Biginelli reaction) ซึ่งเป็นการสังเคราะห์แบบหลายองค์ประกอบของปฏิกิริยาไซโคลคอนเดนเซชันในขั้นตอนเดียว (one-pot multicomponent cyclocondensation reaction) โดยใช้สารตั้งต้นสามชนิด

คือ อะโรมาติกแอลดีไฮด์ (aromatic aldehyde) ,(a) เอทิลอะซิโตอะซิเตท (ethylacetoacetate) ,(b) และ ยูเรีย (urea) ,(c)



ภาพ 1 การสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

แต่ปฏิกิริยาไบจีนลิสแบบดั้งเดิมถูกคิดค้นขึ้นโดยนักวิทยาศาสตร์ชาวอิตาลีที่ชื่อว่า Pietro Biginelli นั้นมีข้อด้อยหลายประการ เช่น เกิดปฏิกิริยาที่รุนแรงเนื่องจากใช้กรดแก่ ไฮโดรคลอริก (HCl) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา การใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่สูงกว่า 100 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่ยาวนาน 18-24 ชั่วโมง และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นวัฏภาคเดียว (homogenous catalyst) ซึ่งแยกออกจากปฏิกิริยาได้ยาก และตัวทำละลายอินทรีย์ที่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม เป็นต้น^[5]

ดังนั้นในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาเพื่อมุ่งพัฒนาวิธีการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์โดยใช้ซิลิกาที่ดัดแปลงโครงสร้าง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเคมีสะอาด (Green chemistry) เพื่อที่จะลดการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ ลดระยะเวลาในการสังเคราะห์ เพื่อเพิ่มร้อยละผลผลิตให้สูงขึ้นโดยใช้สภาวะที่ไม่รุนแรง และเพื่อศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาเมื่อมีการนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ซ้ำ

1.2 วัตถุประสงค์ของการศึกษา

1. เพื่อศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3, 4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์โดยใช้ซิลิกาที่ดัดแปลงโครงสร้างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเคมีสะอาด
2. เพื่อศึกษาเอกลักษณ์โครงสร้างทางเคมีของสารอนุพันธ์ 3, 4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์

1.3 สมมติฐานของงานวิจัย

เมื่อทำการหาสภาวะที่เหมาะสมในการประยุกต์โดยใช้ซิลิกาที่ดัดแปลงโครงสร้างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์โดยเทคนิคแบบเคมีสะอาด ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดใหม่นี้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพ สามารถเร่งปฏิกิริยาได้ดีเนื่องจากมีการดัดแปลงโครงสร้างที่เหมาะสม ทำให้ได้ร้อยละผลผลิตภัณฑ์ที่สูงใช้เวลาในการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนน้อยลง ไม่เกิดของเสียที่มีความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม และยังสามารถนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่ได้

1.4 ขอบเขตการวิจัย

1. ขอบเขตด้านระยะเวลา

เริ่มต้นศึกษาเมื่อ เดือนมกราคม 2562

สิ้นสุดการศึกษาเมื่อ เดือนพฤษภาคม 2562

2. ขอบเขตด้านสถานที่ศึกษาและการรวบรวมข้อมูล

ห้องปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยพะเยา

ห้องปฏิบัติการสาขาวัสดุศาสตร์ 1 คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยพะเยา

1.5 ประโยชน์และผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. ใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์สารอนุพันธ์ 3, 4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนลดลง
2. ได้ร้อยละผลผลิตภัณฑ์ของสารอนุพันธ์ 3, 4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนสูงขึ้น
3. สามารถนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้แล้วนำกลับมาสังเคราะห์สารอนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนซ้ำได้ โดยยังมีความสามารถและประสิทธิภาพอยู่ในระดับดี

บทที่ 2

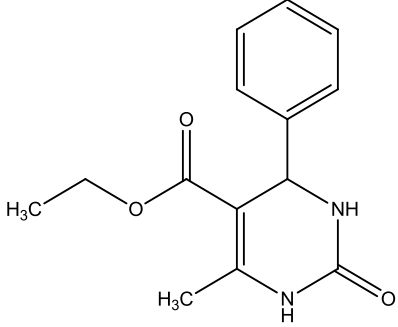
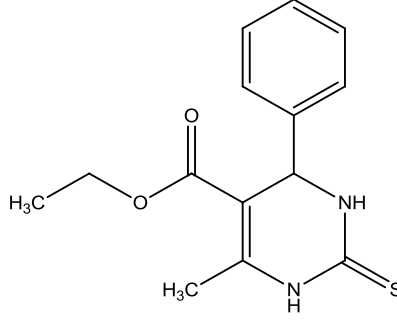
เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 การศึกษาองค์ประกอบของสาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

2.1.1 ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับสาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน เป็นสารประกอบที่จัดอยู่ในกลุ่มไพริมิดิโนน โดยเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาไบจีนลิส เกิดปฏิกิริยาในขั้นตอนเดียว (One-pot reaction) เป็นการสังเคราะห์แบบหลายองค์ประกอบ (Multi-component reactions) ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม โดยมีโครงสร้างทางเคมีดังตาราง 2.1

ตาราง 2.1 โครงสร้างทางเคมีและความรู้เบื้องต้นของสาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน/ไธโอน

ข้อมูลทั่วไป	สารชนิดที่ 1	สารชนิดที่ 2
โครงสร้างทางเคมี		
ชื่อ IUPAC	3,4-dihydro-2(1H)-pyrimidinone	3,4-dihydro-2(1H)-pyrimidinethione
ชื่อสามัญ	3,4-Dihydropyrimidinone	3,4-Dihydropyrimidinethione
สูตรโมเลกุล	C ₁₄ H ₁₆ N ₂ O ₃	C ₁₄ H ₁₆ N ₂ O ₂ S
มวลโมเลกุล	260.12 g/mol	276.09 g/mol

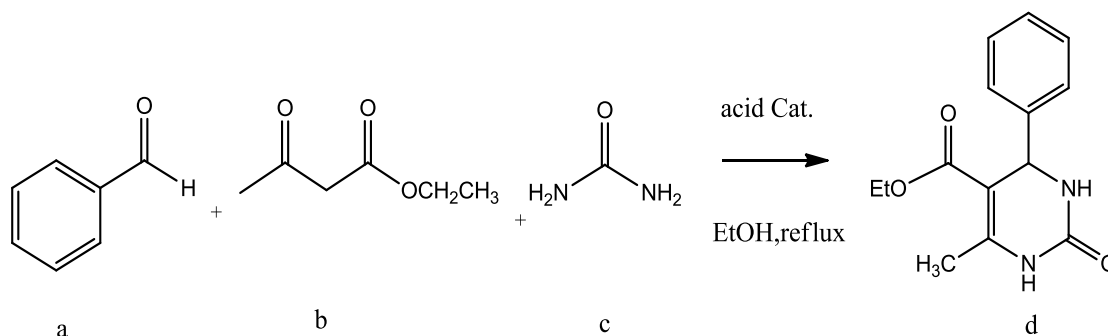
2.1.2 ความสำคัญของสารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

จากการศึกษาการออกฤทธิ์ทางชีวภาพพบว่าสารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน มีความสำคัญทางด้านเภสัชวิทยาและการสังเคราะห์สารอินทรีย์เนื่องจากคุณสมบัติที่ค่อนข้างจะโดดเด่น เช่น ฤทธิ์ต้านมะเร็ง (anti-carcinogenic agents) ด้านการนำเข้าออกในช่องแคลเซียม (calcium channel blockers) ด้านความดันโลหิต (antihypertensive) ด้านการอักเสบ (anti-inflammatory) ด้านแบคทีเรีย (antibacterial) ด้านออกซิเดชัน (antioxidative) และต้านไวรัส (antiviral) ด้านเนื้องอก (antitumor) เป็นต้น^[5]

2.2 ปฏิกริยาไบจินเนลลี (Biginelli reaction)

ปฏิกริยาแบบหลายองค์ประกอบ (Multicomponent reaction, MCRs) เป็นวิธีการสังเคราะห์ที่มีประสิทธิภาพ ใช้งานได้หลากหลายและเป็นเครื่องมือยอดนิยมสำหรับการสังเคราะห์โมเลกุลที่มีโครงสร้างซับซ้อน มีข้อดีมากกว่าการสังเคราะห์แบบหลายขั้นตอนทั่วไป โดยข้อดีหลักๆก็คือ ราคาถูก เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกริยาน้อย ประหยัดพลังงาน หลีกเลียงการเสียเวลา และลดการใช้ยาในการแยกสารให้บริสุทธิ์ ที่มีราคาแพง^[5]

หนึ่งในการสังเคราะห์ปฏิกริยาแบบหลายองค์ประกอบที่สำคัญก็คือ ปฏิกริยาไบจินเนลลี ได้ถูกรายงานครั้งแรกโดยนักวิทยาศาสตร์ชาวอิตาลี Pietro Biginelli ในปี 1893 โดยปฏิกริยานี้จะเป็นการสังเคราะห์ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (DMPMs) ประเภทไซโคลคอนเดนเซชันแบบสามองค์ประกอบ (three-component cyclodensation) ในขั้นตอนเดียว (One-pot reaction) สามองค์ประกอบที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ก็คือ อะโรมาติกแอลดีไฮด์ (aromatic aldehyde (a)) เอทิลอะซิโตะอะซิเตท (ethyl acetoacetate (b)) และยูเรีย (urea (c)) หรือไทโอยูเรีย (Thiourea) ปฏิกริยานี้เกิดขึ้นโดยการควบแน่นของสารตั้งต้นทั้งสามตัว ในตัวทำละลายเอทานอลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยาเป็นกรดไฮโดรคลอริก ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ของสารตั้งต้นทั้งสามชนิดนี้ทำให้เกิดผลึกสารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (d) เมื่อถูกระบายความร้อนหรืออุณหภูมิลดลง จึงเรียกปฏิกริยานี้ว่าปฏิกริยาไบจินเนลลี (Biginelli reaction) ปฏิกริยาแสดงดังรูปภาพ 2.2^[6]

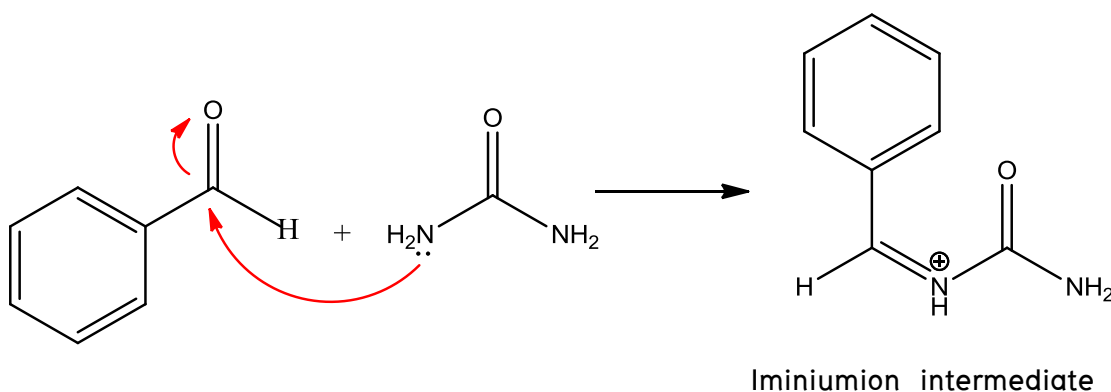


ภาพ 2.1 ปฏิกริยาไบจินเนลลี (Biginelli reaction)^[6]

2.2.1 กลไกการเกิดปฏิกริยาไบจินเนลลีแบบดั้งเดิม มีขั้นตอนดังนี้

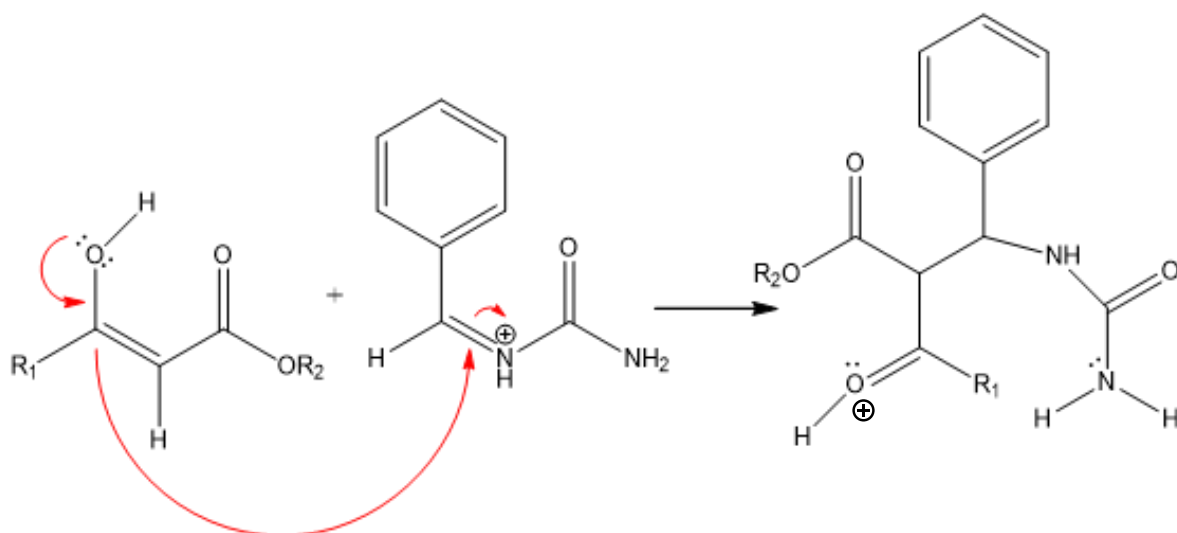
ขั้นตอนที่ 1

ปฏิกริยาเกิดการควบแน่น ระหว่างเบนซัลดีไฮด์กับยูเรียโดยเบนซัลดีไฮด์ถูกโปรโตเนตด้วยกรดไฮโดรคลอริก และเข้าทำปฏิกริยาด้วยเอมีนเกิดเป็นอิมิเนียม ไอออน (iminium ion)



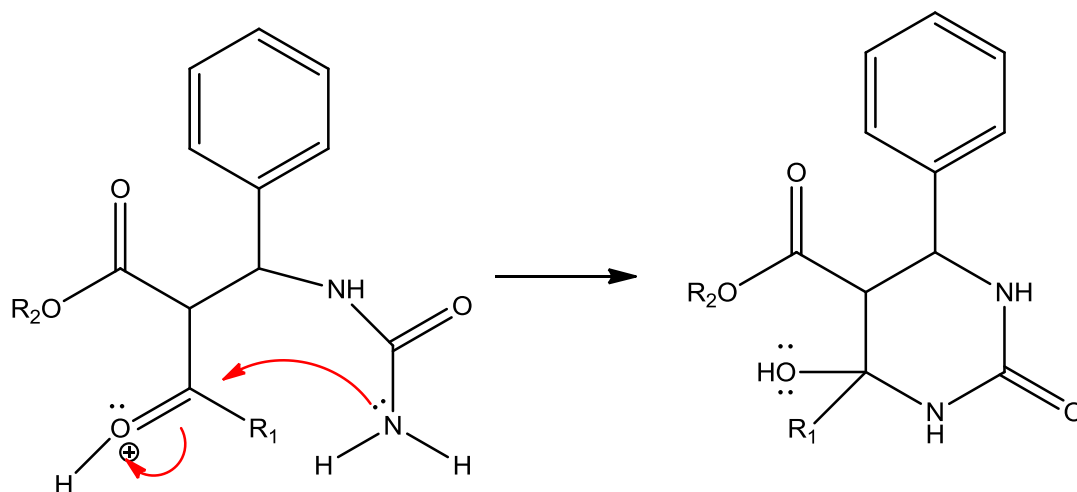
ขั้นตอนที่ 2

เอทิลอะซิโตะอะซิเตท (ethyl acetoacetate) ถูกโปรโตเนตด้วยกรดทำให้อยู่ในรูปของอินอลฟอร์ม (enol form) เกิดเป็นคาร์เบเนียน (carbanion) ซึ่งทำหน้าที่เป็นนิวคลีโอไฟล์ (nucleophile) เข้าทำปฏิกริยากับอิมิเนียม ไอออน (iminium ion) ที่ทำหน้าที่เป็นอิเล็กโตรไฟล์ (electrophile)



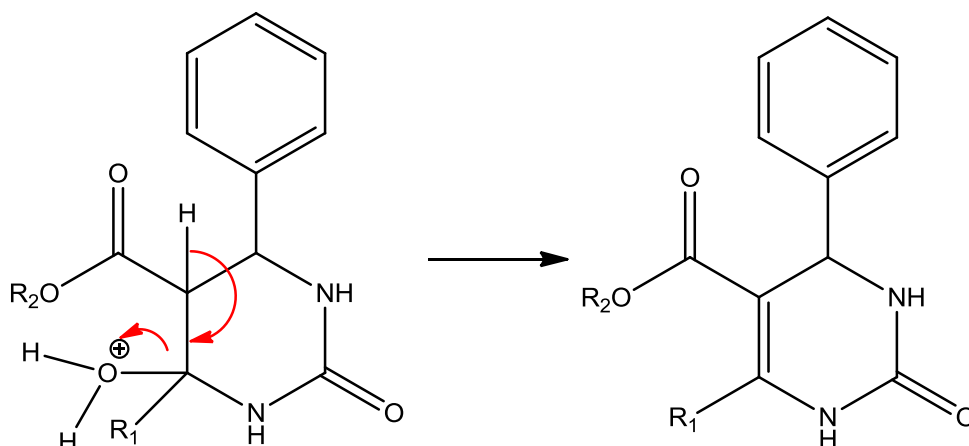
ขั้นตอนที่ 3

เกิดปฏิกิริยาปิดวงโดยเอมีนซึ่งทำหน้าที่เป็นนิวคลีโอไฟล์เข้าทำกับคาร์บอนิล ซึ่งทำหน้าที่เป็นอิเล็กโตรไฟล์เกิดเป็นไซคลิก อินเทอร์มีเดียต (Cyclic intermediate)



ขั้นตอนที่ 4

เกิดปฏิกิริยาการกำจัดน้ำ (Dehydration) จึงได้สารผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน



2.2.2 ข้อดีของปฏิกิริยาไบจิเนลลิแบบดั้งเดิม

1. สภาพที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็นสภาพที่รุนแรง เนื่องจากมีการใช้กรดแก่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
2. ใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์นาน
3. ใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์สูง
4. มีการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ซึ่งเป็นพิษและทำลายสิ่งแวดล้อม

จากข้อดีดังกล่าวข้างต้น จึงทำให้ผู้วิจัยได้ทำการศึกษาค้นคว้างานวิจัย เพื่อพัฒนาวิธีการสังเคราะห์และสภาพที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ รวมถึงในการศึกษาเร่งปฏิกิริยา เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการสังเคราะห์ และเพื่อลดข้อดีต่างๆ

2.2.3 แนวทางในการพัฒนาปฏิกิริยาไบจิเนลลิ

1. เลือกใช้สภาพที่ไม่รุนแรงในการสังเคราะห์ และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ไม่เป็นอันตราย
2. ลดระยะเวลาในการสังเคราะห์ เพื่อเป็นการประหยัดพลังงาน
3. ลดอุณหภูมิในการสังเคราะห์
4. ลดใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ในการสังเคราะห์ เพื่อความปลอดภัย และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จากการค้นคว้าฐานข้อมูลของการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์ โดยมีตัวเร่งปฏิกิริยา ดังงานวิจัยต่อไปนี้

Krishnamoorthy และคณะ^[7] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ 3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one และ 3,4-dihydropy dihydropyrimidin-2(1H)-thiones และสารกลุ่ม indeno[1,2-d]pyrimidines ด้วยปฏิกิริยาไบจินาลิแบบขั้นตอนเดียว โดยใช้ *p*-dodecylbenzenesulfonic acid เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาประมาณ 3-5 ชั่วโมง ให้ร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์อยู่ที่ 58-94%

Kour และคณะ^[8] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ 3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one โดยใช้ $\text{SiO}_2/\text{CuCl}_2$ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิถีภัณฑ์ที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ภายใต้สภาวะการให้ความร้อนและสภาวะไมโครเวฟในช่วงเวลาที่เหมาะสม พบว่าทั้งสองสภาวะให้ร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์ในปริมาณที่ใกล้เคียงกันแต่ใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาไม่เท่ากัน ซึ่งภายใต้สภาวะไมโครเวฟใช้นเวลาน้อยกว่า

Eshghi และคณะ^[9] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ bis(dihydropyrimidione)benzene และ 3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-ones โดยใช้ NFS-PRS เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำปฏิกิริยาที่ด้วยการรีฟกซ์ในตัวทำละลายเอทานอล เป็นเวลา 15-30 นาที ให้ร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์ 90-95%

Bahekar และคณะ^[10] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์สาร 3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-thiones โดยใช้ L-proline nitrate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำปฏิกิริยาที่ด้วยการรีฟกซ์ในตัวทำละลายเอทานอลเป็นเวลา 50 นาที ให้ร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์ 92% และตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้

Patil, V.D. และคณะ^[11] ได้ทำการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{SiO}_2\cdot\text{TTC}$ ที่มีประสิทธิภาพสำหรับการสังเคราะห์ 3,4-Dihydropyrimidin-2 (1H) -ones / thiones ทำปฏิกิริยาที่ด้วยการรีฟกซ์ในตัวทำละลายคลอโรฟอร์มเป็นเวลา 5-30 นาที ให้ร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์ 84-95%

Safaei-Ghomia, J. และคณะ.^[12] ได้ทำการศึกษาการใช้คลื่นอัลตราซาวด์ในการสังเคราะห์สาร 3,4-dihydropyrimidin-2-(1H)-ones-thiones แบบขั้นตอนเดียว โดยใช้ Dendrimer-PWAN เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งทำปฏิกิริยาด้วยวิธีการ Sonicated ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ให้ร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์ 84-97%

2.4 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับเคมีสีเขียว^[13]

เคมีสีเขียว (Green chemistry) คือ แนวคิดของการนำหลักการพื้นฐานที่คำนึงถึงความปลอดภัยในการใช้สารเคมีเป็นอันดับแรกการใช้สารเคมีจะต้องไม่เป็นพิษหรือก่อให้เกิดอันตรายต่อผู้ที่เกี่ยวข้องในกระบวนการผลิตน้อยที่สุด รวมทั้งคำนึงถึงการป้องกันหรือลดการปล่อยสารเคมีที่เป็นพิษออกสู่สิ่งแวดล้อม โดยอาศัยหลักการในการเลือกใช้วัตถุดิบการวางแผนและการออกแบบการผลิตและการใช้ผลิตภัณฑ์ที่เหมาะสมกล่าวง่าย ๆ คือในการใช้สารเคมีในแต่ละขั้นตอนของการผลิตจะต้องคำนึงและระลึกเสมอว่าสารเคมีชนิดนั้นจะไม่เป็นอันตรายต่อมนุษย์และไม่ทำลายสิ่งแวดล้อมซึ่งถือเป็นหลักสำคัญของ Green chemistry ดังนั้นเคมีสีเขียวจะให้ความสำคัญกับการป้องกันที่ต้นเหตุมากกว่าการแก้ปัญหาที่ปลายเหตุ

“เคมีสีเขียว” มุ่งไปที่ป้องกันและจุดเริ่มต้นของปัญหามลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม ตัวอย่างเช่น ถ้ามีการสังเคราะห์หรือผลิตสารเคมีตัวหนึ่งขึ้นมา โดยมีการใช้สารตั้งต้นหรือ สารที่ใช้ในปฏิกิริยาตลอดจนกระทั่งตัวทำละลายที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม การหาสารอื่นที่ไม่เป็นอันตรายทดแทนหรือการเปลี่ยนกระบวนการตลอดจนเลือกตัวทำละลายที่ไม่ก่อให้เกิดมลภาวะจะเป็นสิ่งที่ “เคมีสีเขียว” คำนึงถึงและเลือกใช้เป็นแนวทางทดแทนกระบวนการเดิมที่ก่อให้เกิดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม

“เคมีสีเขียว” สามารถสอดแทรกอยู่ได้ในเคมีพื้นฐานแขนงต่างๆไม่ว่าจะเป็น อินทรีย์เคมี (organic chemistry) อนินทรีย์เคมี (inorganic chemistry) ชีวเคมี (biochemistry) เคมีชีวภาพ (chemical biology) เคมีวิเคราะห์ (analytical chemistry) หรือแม้แต่ ฟิสิกส์เคมี (physical chemistry) ตลอดจนมีการประยุกต์ใช้ในภาคอุตสาหกรรมที่มีการใช้กระบวนการทางเคมีในแขนงต่างๆ เช่น ปิโตรเคมี โพลีเมอร์ นาโนเทคโนโลยี เป็นต้น ทั้งนี้ด้วยวัตถุประสงค์อันเป็นจุดมุ่งหมายเดียวกัน คือการทำให้เกิดมลภาวะน้อยที่สุด แต่เพิ่มประสิทธิภาพและศักยภาพของกระบวนการผลิตและสังเคราะห์ ตลอดจนการนำไปใช้ประโยชน์

เคมีสะอาด (Green chemistry) เกิดขึ้นเนื่องจากพบว่าในกระบวนการผลิตหรือกิจกรรมต่างๆ ในกระบวนการทางอุตสาหกรรมล้วนนำสารเคมีมาใช้ทั้งสิ้น ไม่ว่าจะใช้เป็นวัตถุดิบเริ่มต้นหรือใช้ประกอบกระบวนการผลิต ตัวอย่างเช่น ด้านการแพทย์ สารเคมีเข้ามาเกี่ยวข้องในเรื่องของการผลิตยา ด้านอุตสาหกรรม เช่น อุตสาหกรรมพลาสติก อุตสาหกรรม การผลิตเชื้อเพลิงอุตสาหกรรมสิ่งทอ ซึ่งเกี่ยวข้องกับการผลิตไนลอนและพอลิเอสเตอร์ ด้านการเกษตร เกี่ยวข้องกับการผลิตปุ๋ยหรือยาฆ่าแมลง เป็นต้น ถึงแม้ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจาก อุตสาหกรรมที่หลากหลายเหล่านี้จะมีความสำคัญมากต่อการดำรงชีวิตของเรา แต่สารเคมีและขั้นตอนที่ถูกนำมาใช้ในกระบวนการผลิตอาจก่อให้เกิดผลเสียต่อสิ่งแวดล้อมและสุขภาพ ดังนั้นจึงมีการรณรงค์ให้เกิดความใส่ใจต่อสิ่งแวดล้อม โดยการลดหรือหลีกเลี่ยงการใช้หรือสังเคราะห์สารที่ก่อให้เกิดอันตราย และเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมและนี่คือที่มาของคำว่า Green chemistry

Paul Anastas และ John C. Warner ได้คิดหลักการการพัฒนา “เคมีสีเขียว” ไว้ 12 ข้อ ดังนี้

1. ป้องกันการเกิดของเสีย (Prevent waste) โดยการออกแบบกระบวนการการสังเคราะห์ที่ไม่ก่อให้เกิดของเสียเพื่อจะได้ไม่ต้องมีการกำจัดในภายหลัง
2. ออกแบบผลิตภัณฑ์ที่ไม่เป็นพิษ (Design safer chemicals and products) เพื่อให้เป็นผลิตภัณฑ์ที่มีประสิทธิภาพสูงสุด โดยไม่มีพิษหรือมีน้อยที่สุด
3. ออกแบบกระบวนการสังเคราะห์ที่ไม่เป็นอันตราย (Design less hazardous chemical syntheses) โดยการใช้หรือสังเคราะห์สารที่เป็นพิษน้อยหรือไม่เป็นพิษต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อม
4. การใช้สารหรือวัตถุดิบที่นำกลับมาใช้ใหม่ได้ (Use renewable feedstock) ซึ่งรวมถึงการใช้วัสดุเหลือใช้หรือทิ้งแล้วจากกระบวนการอื่นๆ
5. การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (Utilize catalysts) ที่มีประสิทธิภาพ โดยหลีกเลี่ยงการใช้สารทำปฏิกิริยาในปริมาณมาก ปฏิกิริยาที่มีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจะทำให้เกิดของเสียในปริมาณที่น้อยและสามารถใช้ซ้ำได้หลายครั้งในปฏิกิริยาแบบเดียวกันในขณะที่ปฏิกิริยาแบบที่มีการใช้สารในปริมาณเท่ากับหรือมากกว่า ปริมาณหน่วยสัมพันธ์ (stoichiometric equivalent) ของสารตั้งต้น จะทำให้เกิดของเสียในปริมาณที่มากและใช้ได้เพียงครั้งเดียว

6. หลีกเลี่ยงการทำอนุพันธ์ที่ไม่จำเป็น (Avoid chemical derivatives) เช่น การใส่หมู่ป้องกัน (protecting groups) ที่ต้องมีการเอาออกในภายหลัง ทั้งนี้ขั้นตอนการใส่หมู่ป้องกันและการเอาออกอาจจะเป็นการสร้างของเสียขึ้นมาได้

7. ทำปฏิกิริยาที่ให้มูลค่าทางเศรษฐศาสตร์สูงสุด (Maximize atom economy) โดยการออกแบบกระบวนการที่ให้ผลผลิตผล อันเกิดจากการรวมตัวของมวลสารตั้งต้นสูงสุด และมีการสูญเสียมวลสารที่ใช้น้อยที่สุด

$$\% \text{ Atom Economy} = \frac{\text{Molecular Weight of desired product} \times 100}{\text{Molecular Weight of all reactants}}$$

8. ใช้ตัวทำละลายและกระบวนการที่ปลอดภัย (Use safer solvents and reaction conditions) ตัวทำละลายที่ปลอดภัย และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ได้แก่ น้ำคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต (supercritical CO₂) เป็นต้น หลีกเลี่ยงใช้สภาวะที่รุนแรง มีกรดหรือเบสรุนแรง

9. เพิ่มประสิทธิภาพของการใช้พลังงาน (Increase energy efficiency) เช่น การทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิปกติแต่ภายใต้สภาวะความดันสูง จะช่วยทำให้ปฏิกิริยามีประสิทธิภาพมากขึ้น

10. การออกแบบให้ผลิตภัณฑ์ที่ใช้แล้วย่อยสลายได้ (Design chemicals and products to degrade after use) ภายหลังจากใช้งานผลิตภัณฑ์ หรือสารที่ได้จากกิจกรรมนั้นๆ จะต้องมีการสลายตัวในรูปที่ไม่เป็นอันตรายหรือสะสมในสิ่งแวดล้อม

11. มีกระบวนการวิเคราะห์แบบทันทีเพื่อป้องกันการเกิดมลภาวะ (Analyze in real time to prevent pollution) ของผลข้างเคียงจากปฏิกิริยา โดยการตรวจสอบและควบคุมตั้งแต่ขั้นตอนการผลิตจนเสร็จสิ้นเพื่อลดหรือกำจัดการเกิดผลข้างเคียง

12. ลดอัตราการเกิดอุบัติเหตุ (Minimize the potential for accidents) โดยการออกแบบและควบคุมปฏิกิริยา เพื่อป้องกันมิให้เกิดการระเบิด ลุกติดไฟหรือถูกปลดปล่อยเข้าสู่ธรรมชาติ

โดยสามารถสรุปหลักการทั้งหมดให้ครอบคลุมหลักของ “เคมีสีเขียว” ได้ดังนี้

1. การออกแบบกระบวนการสังเคราะห์ให้ได้ผลผลิตมากที่สุด
2. การเลือกใช้กระบวนการที่ปลอดภัยและเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม
3. การออกแบบและเลือกใช้กระบวนการที่ใช้พลังงานอย่างมีประสิทธิภาพสูงสุด
4. สิ่งที่ดีที่สุดของการจัดการของเสียคือการไม่สร้างของเสีย

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการ

3.1 สารเคมี เครื่องมือและอุปกรณ์

3.1.1 สารเคมี

1. เอทิลอะซิโตอะซิเตท (Ethyl acetoacetate) สูตรโมเลกุล $C_6H_{10}O_3$ (AR grade, Merck, Germany)
2. ยูเรีย (Urea) สูตรโมเลกุล CH_4N_2O (AR grade, Merck, Germany)
3. เอทานอล (Absolute ethanol) สูตรโมเลกุล C_2H_5OH (AR grade, Merck, Germany)
4. เบนซัลดีไฮด์ (Benzaldehyde) สูตรโมเลกุล C_7H_6O (AR grade, Merck, Germany)
5. 4-โบรมอบนซัลดีไฮด์ (4-Bromobenzaldehyde) สูตรโมเลกุล C_7H_5OBr (AR grade, Merck, Germany)
6. 4-คลอโรเบนซัลดีไฮด์ (4-Chlorobenzaldehyde) สูตรโมเลกุล C_7H_5ClO (AR grade, Merck, Germany)
7. 4-ไดเมทิลอะมิโนเบนซัลดีไฮด์ (4-Dimethylaminobenzaldehyde) สูตรโมเลกุล $C_9H_{11}NO$ (AR grade, Merck, Germany)
8. 4-ไนโตรเบนซัลดีไฮด์ (4-Nitrobenzaldehyde) สูตรโมเลกุล $C_7H_5NO_3$ (AR grade, Merck, Germany)
9. 4-ไฮดรอกซีเบนซัลดีไฮด์ (4-Hydroxybenzaldehyde) สูตรโมเลกุล $C_8H_8O_2$ (AR grade, Merck, Germany)
10. 4-เมทอกซีเบนซัลดีไฮด์ (4-Methoxybenzaldehyde) สูตรโมเลกุล $C_8H_8O_2$ (AR grade, Merck, Germany)

11. 4-ไนโตรเบนซัลดีไฮด์ (4-Nitrobenzaldehyde) สูตรโมเลกุล $C_7H_5NO_3$ (AR grade, Merck, Germany)
12. ตัวเร่งปฏิกิริยา SiO_2-FeCl_3 (AR grade, Merck, Germany)
13. กรดไฮโดรคลอริก (HCl)
14. น้ำ (H_2O)
15. เฟอริคคลอไรด์ ($FeCl_3$)
16. ซิลิกาออกไซด์ (SiO_2)

3.1.2 อุปกรณ์

1. แท่งแม่เหล็ก (Magnetic Bar) ขนาด 12×3 มิลลิเมตร
2. ปากคีบ (Forceps)
3. กระดาษกรอง (Whatman Filter paper) เบอร์ 1
4. ช้อนตักสาร (Spatula)
5. เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
6. ปีกเกอร์ (Beaker)
7. ขวดทำปฏิกิริยา (Vial reactor)
8. หลอดหยดสาร (Dropper)
9. Condenser Clamp และ Clamp holder
10. ขาตั้ง (Stand)
11. แท่งแก้วคนสาร (Stirring rod)
12. กระจกนาฬิกา (Watch glass)
13. ชุดกรองสุญญากาศ (Buchner Funnel)
14. พาราฟิล์ม (Parafilm)
15. สำลี (Cotton)

16. เครื่องชั่งสาร (Balance)
17. ฟรอยล์ (Aluminium foil)
18. โกร่งบดสาร (mortar)
19. หลอดคาปิลารี (Capillary tube)
20. ขวดก้นกลม (round-bottom flask)

3.1.3 เครื่องมือ

1. เครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer: FT-IR spectrometer) รุ่น FT-IR 6700 ยี่ห้อ Nicolet
2. เครื่องให้ความร้อนและหมุนเหยียงแม่เหล็ก (Hot Plate stirrer) รุ่น C-MAG HS7 ยี่ห้อ IKA
3. เครื่องหาจุดหลอมเหลว (BÜCHI Melting Point B-540, Switzerland)
4. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ METTLER TOLEDO
5. เครื่องชั่ง 2 ตำแหน่ง ยี่ห้อ METTLER TOLEDO
6. เตาอบสาร (Oven)

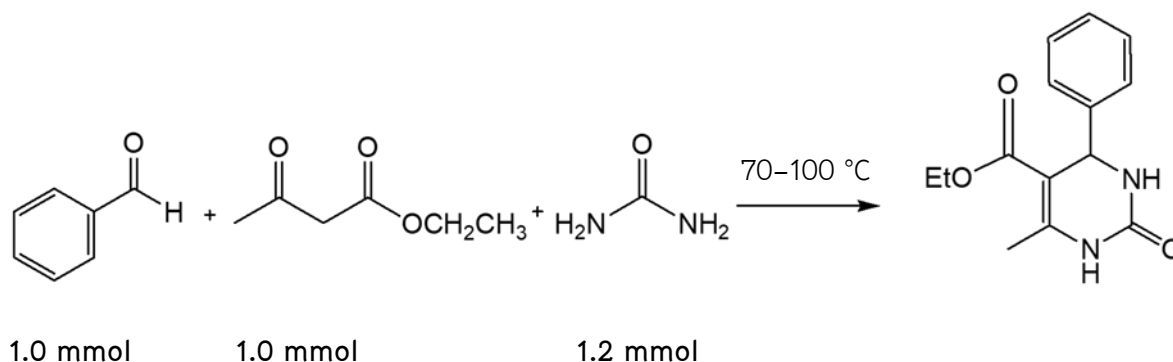
3.2 วิธีการดำเนินการวิจัย

ตอนที่ 1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาเพอริคคัลอไรด์

1. ชั่งซิลิกาออกไซด์ 20 กรัม ใส่ลงในสารละลาย HCl:H₂O(1:1) 200 มิลลิลิตรลงในขวดก้นกลมผสมสารให้เป็นเนื้อเดียวกันและนำไปอบบนเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
2. เมื่อครบเวลาแล้วนำไปกรองด้วยกรวยกรองสุญญากาศ
3. นำไปอบให้แห้งด้วยเตาอบสารที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง
4. นำซิลิกาที่ได้จากการอบมาชั่ง แล้วผสมกับเพอริคคัลอไรด์ 0.3 กรัม ในน้ำ DI 100 มิลลิลิตรนำไปวางบนเตาไฟฟ้าโดยใช้โหมตคนสารทำที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 ชั่วโมง
5. นำไปกรองด้วยกรวยกรองสุญญากาศ โดยล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น
6. อบให้แห้งด้วยเตาอบสารที่อุณหภูมิ 90-100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จะทำให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยา

ตอนที่ 2 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริ- มิดิโนน

2.1 การศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสม



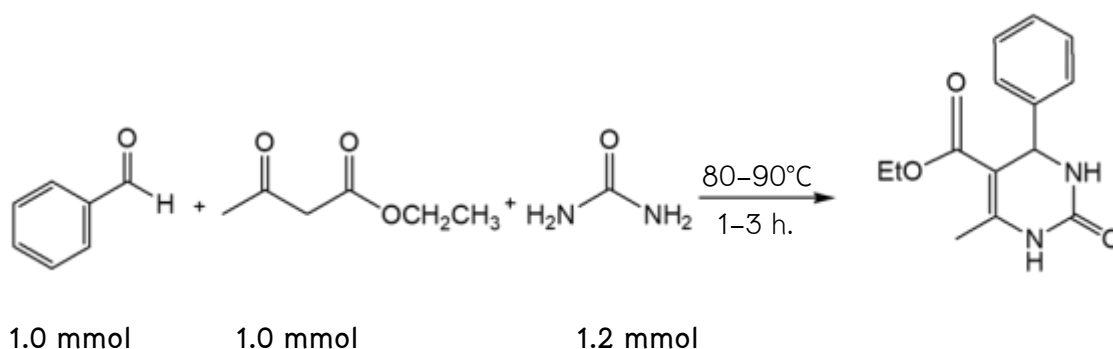
ภาพ 3.1 ปฏิกริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนที่ใช้อุณหภูมิต่างกัน

1. นำขวดทำปฏิกิริยาขนาด 10 มิลลิลิตร ซึ่งยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) ใส่ลงในขวด
2. เติมเบนซิลดีไฮด์ 0.10 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) และเอทิลอะซิโตอะซิเตท 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) ลงในขวดทำปฏิกิริยา ตามลำดับ
3. ใส่แท่งแม่เหล็กขนาด 12×3 มิลลิเมตร ลงในขวดทำปฏิกิริยา และนำไปให้ความร้อนโดยการคนอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 75 ± 5 องศาเซลเซียส โดยใช้ระยะเวลา 2 ชั่วโมง จนเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ แล้วหยุดปฏิกิริยาโดยนำขวดทำปฏิกิริยาดังตั้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง
4. ละลายสารผลิตภัณฑ์ด้วยเอทานอลร้อน
5. ตกผลึกใหม่ในเอทานอล
6. นำผลึกที่ได้มาซึ่งเพื่อหาร้อยละผลิตภัณฑ์
6. ทำซ้ำ ข้อ1-6 โดยเปลี่ยนอุณหภูมิเป็น 85 ± 5 องศาเซลเซียส
7. ทำซ้ำ ข้อ1-6 โดยเปลี่ยนอุณหภูมิเป็น 95 ± 5 องศาเซลเซียส
8. นำร้อยละผลิตภัณฑ์เปรียบเทียบเพื่อนำไปศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสม

เทคนิคการตกผลึกใหม่

1. นำขวดทำปฏิกิริยาที่มีของแข็งวางไว้บนทรายที่ตั้งไว้บน Hot plate จากนั้นละลายด้วยเอทานอลร้อน จนของแข็งละลายหมด
2. ค่อยๆ ใช้หลอดหยดสาร (Dropper) ดูดของเหลวออกจากตัวเร่งปฏิกิริยาไปยังขวดทำปฏิกิริยาขนาดใหญ่ แล้วตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
3. นำไปแช่ในตู้เย็นเป็นเวลา 1 คืน เพื่อให้สารตกผลึกอย่างสมบูรณ์
4. กรองผลึกโดยใช้กรวยกรองสุญญากาศ ล้างผลึกด้วยเอทานอลเย็นทิ้งไว้ให้แห้งนำไปชั่งเพื่อหาร้อยละผลิตภัณฑ์

2.2 การศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสม



ภาพ 3.2 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดีโนนใช้ระยะเวลาที่ต่างกัน

จากการทดลอง 1.1 ได้สภาวะที่อุณหภูมิที่เหมาะสมคืออยู่ในช่วง 85 ± 5 องศาเซลเซียส ในการทดลองขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ โดยมีขั้นตอนดังนี้

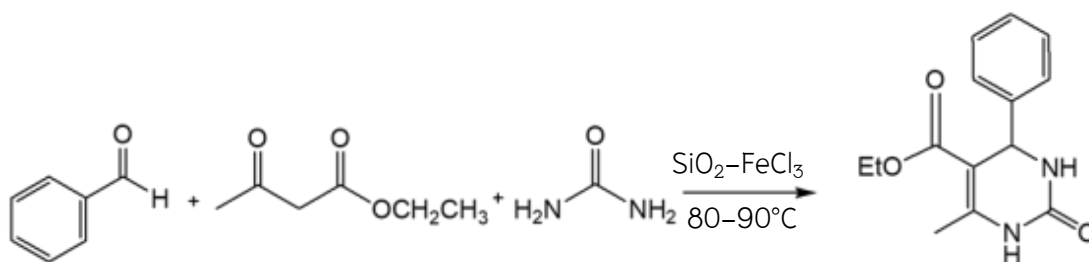
1. นำขวดทำปฏิกิริยาขนาด 10 มิลลิลิตร ชั่งยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) ใส่ลงในขวด
2. เติมเบนซัลดีไฮด์ 0.10 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) และเอทิลอะซิโตะอะซิเตท 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) ลงในขวดทำปฏิกิริยา ตามลำดับ

3. ใส่แท่งแม่เหล็กขนาด 12x3 มิลลิเมตร ลงในขวดทำปฏิกิริยา และนำไปให้ความร้อนโดยทำการคนอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 85 ± 5 องศาเซลเซียส โดยใช้ระยะเวลา 30 นาที จนเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ แล้วหยุดปฏิกิริยาโดยนำขวดทำปฏิกิริยาดังตั้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง

4. ละลายสารผลิตภัณฑ์ด้วยเอทานอลร้อน
5. ตกผลึกใหม่ในเอทานอล
6. นำผลึกที่ได้มาซึ่งเพื่อหาร้อยละผลิตภัณฑ์
7. ทำซ้ำ ข้อ1-6 โดยเปลี่ยนระยะเวลาเป็น 60 นาที
8. ทำซ้ำ ข้อ1-6 โดยเปลี่ยนระยะเวลาเป็น 120 นาที
9. ทำซ้ำ ข้อ1-6 โดยเปลี่ยนระยะเวลาเป็น 180 นาที
10. ทำซ้ำ ข้อ1-6 โดยเปลี่ยนระยะเวลาเป็น 240 นาที
11. นำร้อยละผลิตภัณฑ์เปรียบเทียบ เพื่อนำไปศึกษาจำนวนโมลของ $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$

ตอนที่ 3 การศึกษาจำนวนโมลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

3.1 จำนวนโมลของ $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$



ภาพ 3.3 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$

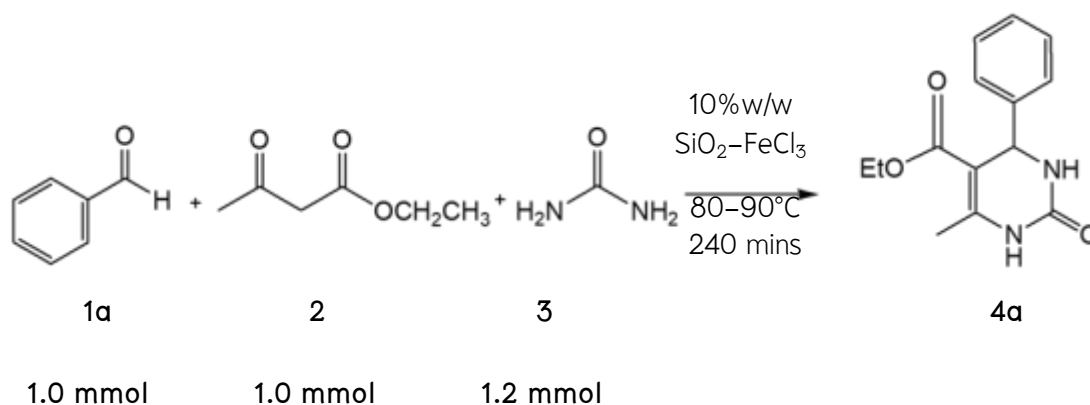
จากการทดลองตอนที่ 1 ได้สภาวะอุณหภูมิและระยะเวลาที่เหมาะสม คืออยู่ในช่วง 80 ± 5 องศาเซลเซียส ในระยะเวลา 120 นาทีในการทดลองขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาจำนวนโมลของเพอริคลอไรด์ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ โดยมีขั้นตอนดังนี้

- นำขวดทำปฏิกิริยาขนาด 10 มิลลิลิตร ซึ่งยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) เติมนเบนซัลดีไฮด์ 0.10 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) และเอทิลอะซิโตะเอซิเตท 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) ลงในขวดทำปฏิกิริยา ตามลำดับ
- เติมตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ จำนวน 10%w/w ลงในขวดทำปฏิกิริยา
- ใส่แท่งแม่เหล็กขนาด 12×3 มิลลิเมตร ลงในขวดทำปฏิกิริยา และนำไปให้ความร้อนโดยการคนอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 85 ± 5 องศาเซลเซียส โดยใช้ระยะเวลา 120 นาที จนเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ แล้วหยุดปฏิกิริยาโดยนำขวดทำปฏิกิริยาดังตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง
- ละลายสารผลิตภัณฑ์ด้วยเอทานอลร้อน
- ตกผลึกใหม่ในเอทานอล
- นำผลึกที่ได้มาซึ่งเพื่อหาร้อยละผลิตภัณฑ์
- ทำซ้ำ ข้อ1-6 โดยเปลี่ยนจำนวนตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 20%w/w
- ทำซ้ำ ข้อ1-6 โดยเปลี่ยนจำนวนตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 30%w/w

9. ทำซ้ำ ข้อ1-6 โดยเปลี่ยนจำนวนตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 40%w/w

ตอนที่ 4 การศึกษาการสังเคราะห์สารอนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

4.1 การสังเคราะห์อนุพันธ์ 5-(Eythoxycarbonyl)-6-methyl-4-phenyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one



ภาพ 3.4 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4a) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$

1. ชั่งยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) ใส่ลงในขวดทำปฏิกิริยา 10 มิลลิลิตร เติมนเบนซัลดีไฮด์ 0.10 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) และเอทิลอะซิโตอะซิเตท 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) ลงในขวดทำปฏิกิริยา

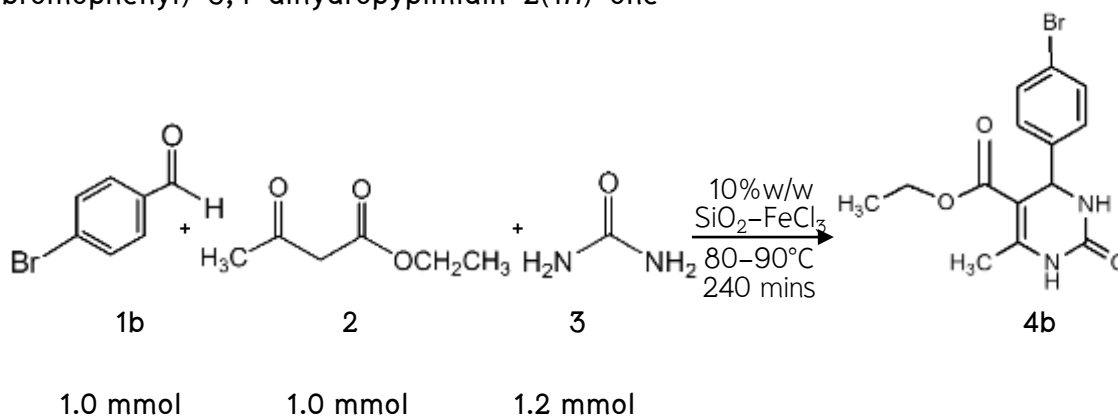
2. เติมตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ จำนวน 10%w/w ลงในขวดทำปฏิกิริยา

3. ใส่แท่งแม่เหล็กขนาด 12x3 มิลลิเมตร ลงในขวดทำปฏิกิริยา และนำไปให้ความร้อนโดยทำการคนอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 85 ± 5 องศาเซลเซียส โดยใช้ระยะเวลา 120 นาที จนเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ แล้วหยุดปฏิกิริยาโดยนำขวดทำปฏิกิริยาตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง

4. ละลายสารผลิตภัณฑ์ด้วยเอทานอลร้อน แล้วกรองแยกตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ ออกด้วยชุดกรองสุญญากาศ

5. ตกผลึกใหม่ในเอทานอล

4.2 การสังเคราะห์อนุพันธ์ 5-(Ethyoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-bromophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one



ภาพ 3.5 ปฏิกริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4b) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยา SiO₂-FeCl₃

1. ชั่งยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) ใส่ลงในขวดทำปฏิกริยา 10 มิลลิลิตร เติม 4-โบรมобенซัลดีไฮด์ 0.1850 กรัม (1.0 มิลลิโมล) และเอทิลอะซิโตอะซิเตท 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) ลงในขวดทำปฏิกริยา

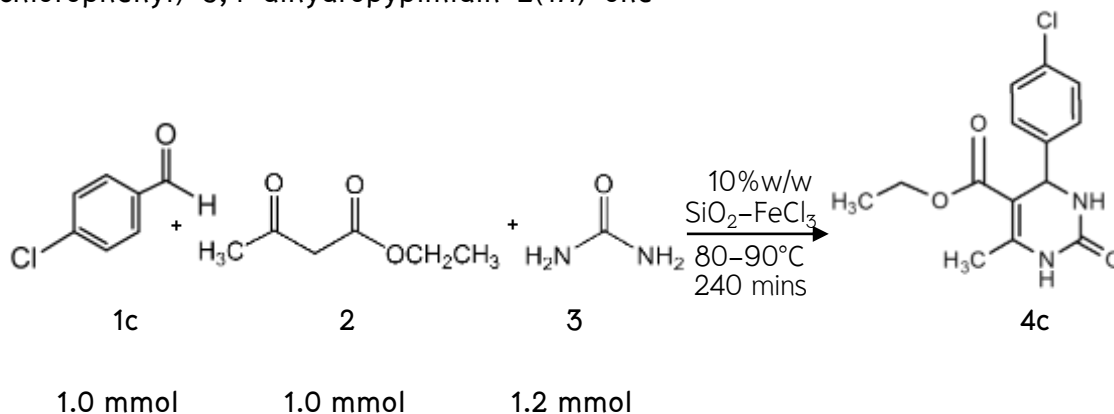
2. เติมตัวเร่งปฏิกริยา SiO₂-FeCl₃ จำนวน 10% w/w ลงในขวดทำปฏิกริยา

3. ใส่แท่งแม่เหล็กขนาด 12x3 มิลลิเมตร ลงในขวดทำปฏิกริยา และนำไปให้ความร้อนโดยการคนอย่างต่อเนืองที่อุณหภูมิ 85±5 องศาเซลเซียส โดยใช้ระยะเวลา 120 นาที จนเกิดปฏิกริยาอย่างสมบูรณ์ แล้วหยุดปฏิกริยาโดยนำขวดทำปฏิกริยาตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง

4. ละลายสารผลิตภัณฑ์ด้วยเอทานอลร้อน แล้วกรองแยกตัวเร่งปฏิกริยา SiO₂-FeCl₃ ออกด้วยชุดกรองสุญญากาศ

5. ตกผลึกใหม่ในเอทานอล

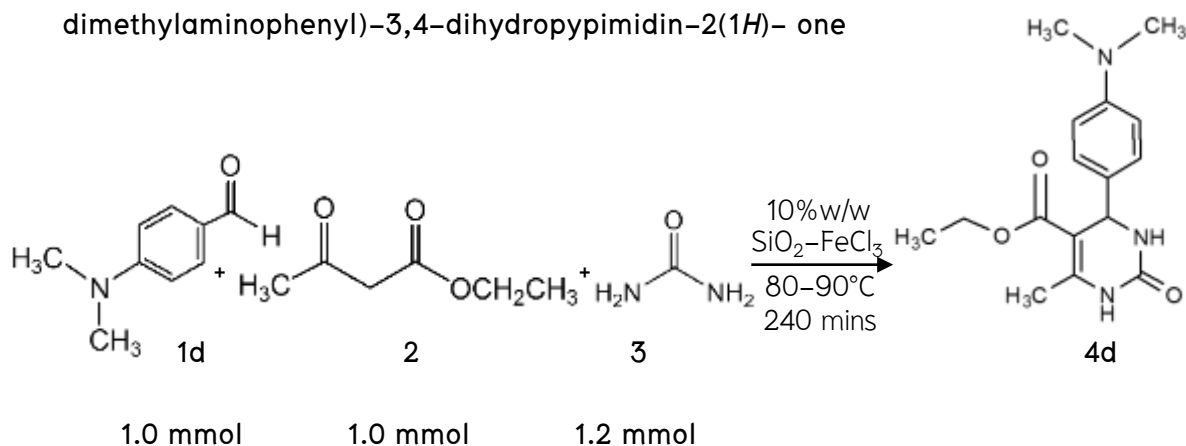
4.3 การสังเคราะห์อนุพันธ์ 5-(Eythoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-chlorophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one



ภาพ 3.6 ปฏิกริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4c) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$

1. ชั่งยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) ใส่ลงในขวดทำปฏิกริยา 10 มิลลิลิตร เติม 4-คลอโรเบนซัลดีไฮด์ 0.1406 กรัม (1.0 มิลลิโมล) และเอทิลอะซิโตอะซิเตท 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) ลงในขวดทำปฏิกริยา
2. เติมตัวเร่งปฏิกริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ จำนวน 10% w/w ลงในขวดทำปฏิกริยา
3. ใส่แท่งแม่เหล็กขนาด 12x3 มิลลิเมตร ลงในขวดทำปฏิกริยา และนำไปให้ความร้อนโดยการคนอย่างต่อเนืองที่อุณหภูมิ 85 ± 5 องศาเซลเซียส โดยใช้ระยะเวลา 120 นาที จนเกิดปฏิกริยาอย่างสมบูรณ์ แล้วหยุดปฏิกริยาโดยนำขวดทำปฏิกริยาตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง
4. ละลายสารผลิตภัณฑ์ด้วยเอทานอลร้อน แล้วกรองแยกตัวเร่งปฏิกริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ ออกด้วยชุดกรองสุญญากาศ
5. ตกผลึกใหม่ในเอทานอล

4.4 การสังเคราะห์อนุพันธ์ 5-(Ethyoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-dimethylaminophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one



ภาพ 3.7 ปฏิกริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4d) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$

1. ชั่งยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) ใส่ลงในขวดทำปฏิกริยา 10 มิลลิลิตร เติม 4-ไดเมทิลอะมิโนเบนซัลดีไฮด์ 0.1492 กรัม (1.0 มิลลิโมล) และเอทิลอะซิโตอะซิเตท 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) ลงในขวดทำปฏิกริยา

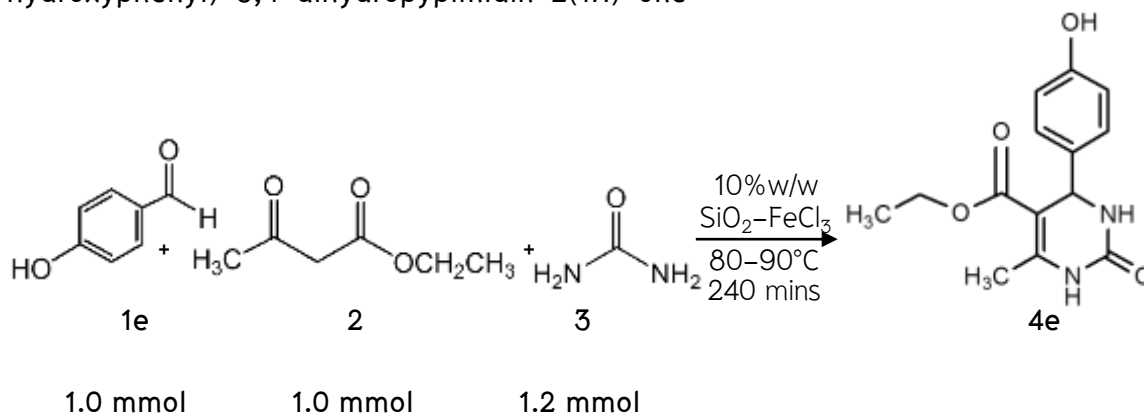
2. เติมตัวเร่งปฏิกริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ จำนวน 10%w/w ลงในขวดทำปฏิกริยา

3. ใส่แท่งแม่เหล็กขนาด 12x3 มิลลิเมตร ลงในขวดทำปฏิกริยา และนำไปให้ความร้อนโดยการคนอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 85 ± 5 องศาเซลเซียส โดยใช้ระยะเวลา 120 นาที จนเกิดปฏิกริยาอย่างสมบูรณ์ แล้วหยุดปฏิกริยาโดยนำขวดทำปฏิกริยาตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง

4. ละลายสารผลิตภัณฑ์ด้วยเอทานอลร้อน แล้วกรองแยกตัวเร่งปฏิกริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ ออกด้วยชุดกรองสุญญากาศ

5. ตกผลึกใหม่ในเอทานอล

4.5 การสังเคราะห์อนุพันธ์ 5-(Eythoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-hydroxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one



ภาพ 3.8 ปฏิกริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4e) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$

1. ชั่งยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) ใส่ลงในขวดทำปฏิกริยา 10 มิลลิลิตร เติม 4-ไฮดรอกซีเบนซัลดีไฮด์ 0.1221 กรัม (1.0 มิลลิโมล) และเอทิลอะซิโตอะซิเตท 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) ลงในขวดทำปฏิกริยา

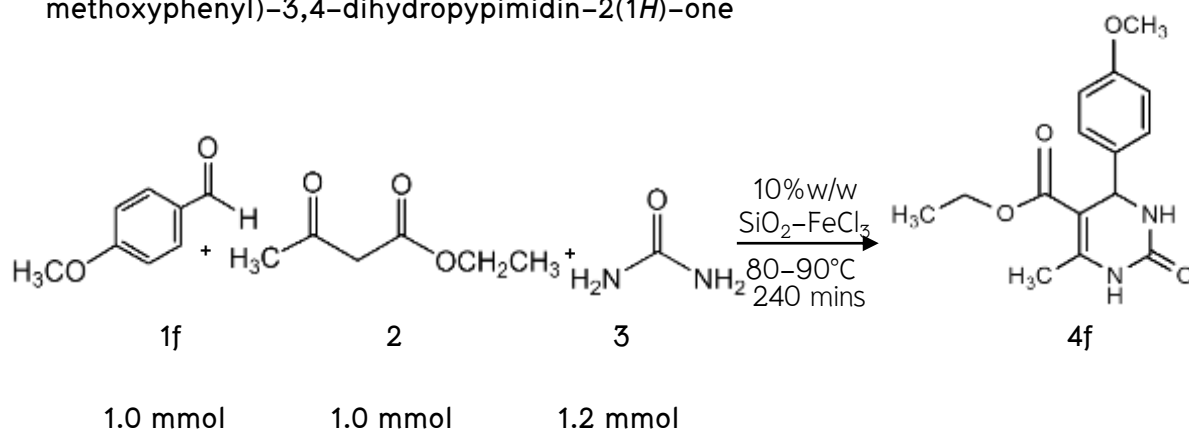
2. เติมตัวเร่งปฏิกริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ จำนวน 10%w/w ลงในขวดทำปฏิกริยา

3. ใส่แท่งแม่เหล็กขนาด 12x3 มิลลิเมตร ลงในขวดทำปฏิกริยา และนำไปให้ความร้อนโดยการคนอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 85 ± 5 องศาเซลเซียส โดยใช้ระยะเวลา 120 นาที จนเกิดปฏิกริยาอย่างสมบูรณ์ แล้วหยุดปฏิกริยาโดยนำขวดทำปฏิกริยาตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง

4. ละลายสารผลิตภัณฑ์ด้วยเอทานอลร้อน แล้วกรองแยกตัวเร่งปฏิกริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ ออกด้วยชุดกรองสุญญากาศ

5. ตกผลึกใหม่ในเอทานอล

4.6 การสังเคราะห์อนุพันธ์ 5-(Eythoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-methoxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one



ภาพ 3.9 ปฏิกริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4f) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$

1. ชั่งยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) ใส่ลงในขวดทำปฏิกริยา 10 มิลลิลิตร เติม 4-เมทอริกซีเบนซิลดีไฮด์ 0.12 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) และเอทิลอะซิโตอะซิเตท 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) ลงในขวดทำปฏิกริยา

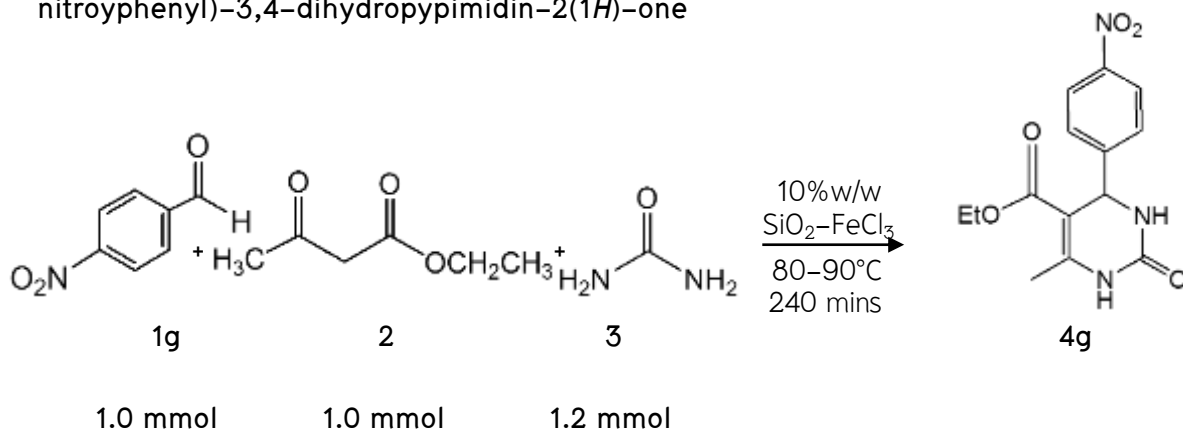
2. เติมตัวเร่งปฏิกริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ จำนวน 10% w/w ลงในขวดทำปฏิกริยา

3. ใส่แท่งแม่เหล็กขนาด 12x3 มิลลิเมตร ลงในขวดทำปฏิกริยา และนำไปให้ความร้อนโดยการคนอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 85 ± 5 องศาเซลเซียส โดยใช้ระยะเวลา 120 นาที จนเกิดปฏิกริยาอย่างสมบูรณ์ แล้วหยุดปฏิกริยาโดยนำขวดทำปฏิกริยาตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง

4. ละลายสารผลิตภัณฑ์ด้วยเอทานอลร้อน แล้วกรองแยกตัวเร่งปฏิกริยา $\text{SiO}_2\text{-FeCl}_3$ ออกด้วยชุดกรองสุญญากาศ

5. ตกผลึกใหม่ในเอทานอล

4.7 การสังเคราะห์อนุพันธ์ 5-(Eythoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-nitrophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one



ภาพ 3.10 ปฏิกริยาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน (4g) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยา SiO₂-FeCl₃

1. ชั่งยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) ใส่ลงในขวดทำปฏิกริยา 10 มิลลิลิตร เติม 4-ไนโตรเบนซัลดีไฮด์ 0.1511 กรัม (1.0 มิลลิโมล) และเอทิลอะซิโตอะซิเตท 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) ลงในขวดทำปฏิกริยา

2. เติมตัวเร่งปฏิกริยา SiO₂-FeCl₃ จำนวน 10% w/w ลงในขวดทำปฏิกริยา

3. ใส่แท่งแม่เหล็กขนาด 12x3 มิลลิเมตร ลงในขวดทำปฏิกริยา และนำไปให้ความร้อนโดยการคนอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 85±5 องศาเซลเซียส โดยใช้ระยะเวลา 120 นาที จนเกิดปฏิกริยาอย่างสมบูรณ์ แล้วหยุดปฏิกริยาโดยนำขวดทำปฏิกริยาตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง

4. ละลายสารผลิตภัณฑ์ด้วยเอทานอลร้อน แล้วกรองแยกตัวเร่งปฏิกริยา SiO₂-FeCl₃ ออกด้วยชุดกรองสุญญากาศ

5. ตกผลึกใหม่ในเอทานอล

ตอนที่ 5 การพิสูจน์เอกลักษณ์โครงสร้างทางเคมีของสารอนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิด- โนน

5.1 การหาจุดหลอมเหลว (Melting Point)

1. บดสารที่ต้องการหาจุดหลอมเหลวให้ละเอียด
2. บรรจุสารที่บดละเอียดลงในหลอดคาปิลารี (Capillary tube) สูงประมาณ 3.0 มิลลิเมตร
3. นำไปหาจุดหลอมเหลว โดยเสียบในช่องให้ความร้อนของเครื่องหลอมเหลวที่ได้ตั้งค่าอุณหภูมิไว้
4. สังเกตการณ์หลอมของสาร บันทึกผลจุดหลอมเหลวเป็นช่วงอุณหภูมิที่สารเริ่มหลอมจนสารหลอมหมด

5.2 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Infrared spectroscopy)

1. นำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้ 0.50 กรัม บดให้ละเอียดโดยโกร่งบดสาร (Agate mortar)
2. จากนั้นนำสารผลิตภัณฑ์ที่บดเข้าเครื่อง FT-IR เพื่อทำการตรวจวัด

บทที่ 4

ผลการดำเนิน การวิจัยและอภิปรายผล

4.1 ผลการเตรียมซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

จากการเตรียมซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ได้จากการนำซิลิกามาเติมสารละลายที่มีอัตราส่วนของกรดไฮโดรคลอริกต่อน้ำเป็น 1:1 ปริมาตร 200 มิลลิลิตร ทำการกระตุ้นซิลิกาเป็นเวลา 6 ชั่วโมง อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำซิลิกาที่ถูกกระตุ้นมาเติมเพอร์ริคคอลลอยด์ 0.3 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน 100 มิลลิลิตร ทำการผสมที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ผลของการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแสดงดังตาราง 4.1

ตาราง 4.1 ผลการเตรียมซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยา	น้ำหนัก (กรัม)
ซิลิกา	20.00
ซิลิกาที่ถูกกระตุ้น	17.75
ซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์	16.43

จากการเตรียมซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จะชั่งซิลิกา 20.00 กรัม หลังจากทำการกระตุ้นซิลิกาแล้วจะได้ ซิลิกาที่ถูกกระตุ้น 17.75 กรัม และเมื่อนำซิลิกาที่ถูกกระตุ้นมาเติมด้วยเพอร์ริคคอลลอยด์ จะได้ซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์ 16.43 กรัม

4.2 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ 3, 4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

จากงานวิจัยของชุตติมา สินแต่ง และณัฐพงศ์ วงศ์ภาค^[14] ได้ศึกษาจำนวนโมลที่เหมาะสมของตัวเร่งปฏิกิริยาซิลิกา ในปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนโดยใช้ซิลิกาที่ 0.0106 กรัม (10 เปอร์เซ็นต์โมล) พบว่าได้รับร้อยละสารผลิตภัณฑ์ที่สูงที่สุด (96%) ดังนั้นในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยจึงเลือกใช้ซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์ 0.0106 กรัม (10 %w/w) เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการหาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรอื่นๆ

4.2.1 การศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมโดยใช่ยูเรียเป็นสารตั้งต้น

เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน และอนุพันธ์ โดยใช้เบนซิลดีไฮด์ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) เอทิลอะซิโตะซิเตท ปริมาตร 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) ยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) และซิลิกา-เพอร์ริคโคลไรด์จำนวน 0.0106 กรัม (10%w/w) และใช้เวลาในการสังเคราะห์ 3 ชั่วโมง^[14] โดยศึกษาอุณหภูมิในการสังเคราะห์ ได้แก่ 75±5, 85±5 และ 95±5 องศาเซลเซียส ในสภาพที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยาและในสภาพที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจนเกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ ผลการทดลองแสดงดังตาราง 4.2

ตาราง 4.2 การศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ร้อยละสารผลิตภัณฑ์ในสภาพ ที่ใช้จากตัวเร่งปฏิกิริยา (%)	ร้อยละสารผลิตภัณฑ์ใน สภาพที่ปราศจากตัวเร่ง ปฏิกิริยา (%)
75±5	73	79
85±5	87	92
95±5	83	78

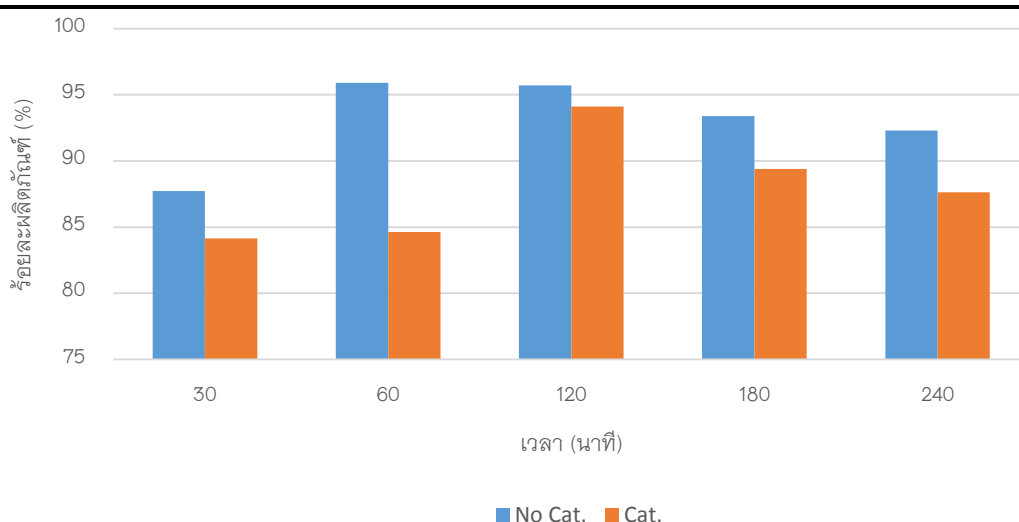
จากการทดลองหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ที่อุณหภูมิ 75±5, 85±5 และ 95±5 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาในการสังเคราะห์ 3 ชั่วโมง พบว่า ที่อุณหภูมิ 75±5 องศาเซลเซียส ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาพที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา 79 เปอร์เซ็นต์ ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาพที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 73 เปอร์เซ็นต์ และที่อุณหภูมิ 85±5 องศาเซลเซียส ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาพที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา 92 เปอร์เซ็นต์ ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาพที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 87 เปอร์เซ็นต์ และ 95±5 องศาเซลเซียส ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาพที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา 78 เปอร์เซ็นต์ ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาพที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 83 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเปรียบเทียบระหว่างอุณหภูมิ 75±5, 85±5 และ 95±5 องศาเซลเซียส พบว่าสารผลิตภัณฑ์ในสภาพที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สูงสุดอยู่ที่ 92 เปอร์เซ็นต์ ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาพที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 87 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นจึงเลือกใช้ อุณหภูมิ 85±5 องศาเซลเซียส ในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

4.2.2 การศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสม

เพื่อหาระยะเวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน และอนุพันธ์ โดยใช้เบนซิลดีไฮด์ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) เอทิล อะซิโตะอะซิเตท ปริมาตร 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) ยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) และซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์จำนวน 0.0106 กรัม (10 เปอร์เซ็นต์โมล) อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 85 ± 5 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาในการสังเคราะห์ 30, 60, 120, 180 และ 240 นาที ในสภาวะที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยาและในสภาวะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจนเกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ ผลการทดลองแสดงดังตาราง 4.3

ตาราง 4.3 การศึกษาช่วงเวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

เวลาที่ใช้ (นาที)	ร้อยละสารผลิตภัณฑ์ใน สภาวะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (%)	ร้อยละสารผลิตภัณฑ์ใน สภาวะที่ปราศจากตัวเร่ง ปฏิกิริยา (%)
30	84	88
60	85	96
120	94	96
180	89	93
240	88	92



ภาพ 4.1 แผนภูมิแสดงระยะเวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

จากการทดลองหาระยะเวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ที่เวลา 30, 60, 120, 180 และ 240 นาที ที่อุณหภูมิ 85 ± 5 องศาเซลเซียส พบว่าที่เวลา 30 นาที ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาวะที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา 88 เปอร์เซ็นต์ ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาวะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 84 เปอร์เซ็นต์ ที่เวลา 60 นาที ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาวะที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา 96 เปอร์เซ็นต์ ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาวะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 85 เปอร์เซ็นต์ ที่เวลา 120 นาที ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาวะที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา 96 เปอร์เซ็นต์ ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาวะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 94 เปอร์เซ็นต์ ที่เวลา 180 นาที ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาวะที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา 93 เปอร์เซ็นต์ ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาวะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 89 เปอร์เซ็นต์ และที่เวลา 240 นาที ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาวะที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา 92 เปอร์เซ็นต์ ให้สารผลิตภัณฑ์ในสภาวะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 88 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นจึงเลือกใช้เวลาที่ 120 นาที ในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน เพราะใช้เวลาในการสังเคราะห์น้อยและให้ร้อยละของสารผลิตภัณฑ์ที่สูง

4.3 การศึกษาร้อยละจำนวนโมลที่เหมาะสมของตัวเร่งปฏิกิริยาซิลิกา-เพอร์ริคคลอไรด์ ในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

เพื่อหาร้อยละจำนวนโมลที่เหมาะสมของตัวเร่งปฏิกิริยาไอเอิร์น (III)คลอไรด์-ซิลิกา โดยใช้เบนซัลดีไฮด์ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) เอทิล อะซิโตะอะซิเตทปริมาตร 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) และยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) ที่อุณหภูมิ 85 ± 5 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 120 นาที ใช้ร้อยละจำนวนโมลของซิลิกา-เพอร์ริคคลอไรด์ ดังนี้ 10, 20, 30 และ 40 %w/w ผลการทดลองแสดงดังตาราง 4.4

ตาราง 4.4 ผลการศึกษาร้อยละจำนวนโมลที่เหมาะสมของตัวเร่งปฏิกิริยาซิลิกา-เพอร์ริคคลอไรด์ ในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

ร้อยละโมลของซิลิกา-เพอร์ริค(III)คลอไรด์ (%w/w)	ร้อยละสารผลิตภัณฑ์ใน สถานะที่ใช้จากตัวเร่ง ปฏิกิริยา (%)	ร้อยละสารผลิตภัณฑ์ใน สถานะที่ปราศจากตัวเร่ง ปฏิกิริยา (%)
10	97	99
20	84	86
30	88	91
40	78	82

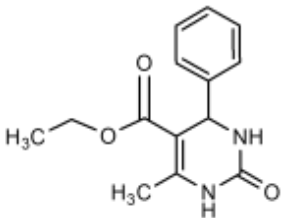
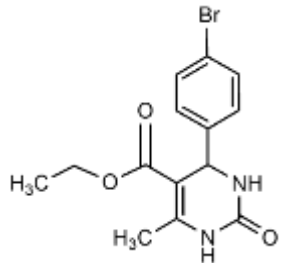
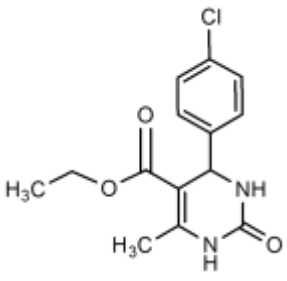
จากการทดลองใช้ซิลิกา-เพอร์ริคคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่จำนวนโมลที่แตกต่างกัน คือ 10, 20, 30 และ 40 %w/w โดยใช้เวลาในการสังเคราะห์ 2 ชั่วโมง พบว่า เมื่อใช้ซิลิกา-เพอร์ริคคลอไรด์ ที่ 10 %w/w ให้สารผลิตภัณฑ์ในสถานะที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา 98 เปอร์เซ็นต์ ให้สารผลิตภัณฑ์ในสถานะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 97 เปอร์เซ็นต์ เมื่อใช้ซิลิกา-เพอร์ริคคลอไรด์ ที่ 20 %w/w ให้สารผลิตภัณฑ์ในสถานะที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา 86 เปอร์เซ็นต์ ให้สารผลิตภัณฑ์ในสถานะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 84 เปอร์เซ็นต์ เมื่อใช้ซิลิกา-เพอร์ริคคลอไรด์ ที่ 30 %w/w ให้สารผลิตภัณฑ์ในสถานะที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา 91 เปอร์เซ็นต์ ให้สารผลิตภัณฑ์ในสถานะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 88 เปอร์เซ็นต์ เมื่อใช้ซิลิกา-เพอร์ริคคลอไรด์ ที่ 40 %w/w ให้สารผลิตภัณฑ์ในสถานะที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา 82 เปอร์เซ็นต์ ให้สารผลิตภัณฑ์ในสถานะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 78 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นจึงเลือกใช้ซิลิกาเพอร์ริคคลอไรด์ ที่ 10 %w/w ในการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

4.4 การศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

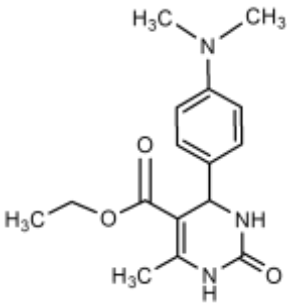
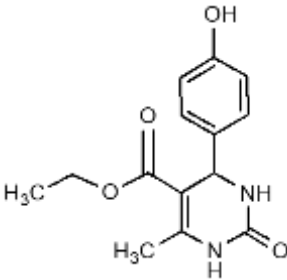
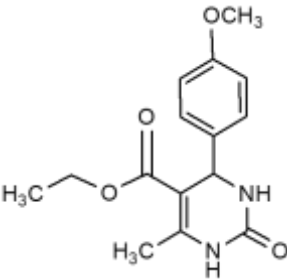
4.4.1 การศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ในสถานะปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา

ศึกษาผลการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์ โดยใช้เบนซัลดีไฮด์ ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) เอทิล อะซิโตะอะซิเตทปริมาตร 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) และยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) ที่อุณหภูมิ 85 ± 5 องศาเซลเซียส ในสถานะที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยาผลการทดลองแสดงดังตาราง 4.5

ตาราง 4.5 ผลการศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ในสภาวะปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา

สารตั้งต้น	โครงสร้าง (สารผลิตภัณฑ์)	เวลา (ชั่วโมง)	ร้อยละสาร ผลิตภัณฑ์ (%)
Benzaldehyde	 <p>(4a)</p>	2	93
4-Bromobenzaldehyde	 <p>(4b)</p>	3	84
4-Chlorobenzaldehyde	 <p>(4c)</p>	3	60

ตาราง 4.5 ผลการศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ในสภาวะปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา (ต่อ)

สารตั้งต้น	โครงสร้าง (สารผลิตภัณฑ์)	เวลา (ชั่วโมง)	ร้อยละสาร ผลิตภัณฑ์ (%)
4-Dimethylaminobenzaldehyde	 <p>(4d)</p>	2	38
4-Hydroxybenzaldehyde	 <p>(4e)</p>	3	60
4-Methoxybenzaldehyde	 <p>(4f)</p>	3	80

ตาราง 4.5 ผลการศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ในสภาวะปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา (ต่อ)

สารตั้งต้น	โครงสร้าง (สารผลิตภัณฑ์)	เวลา (ชั่วโมง)	ร้อยละสาร ผลิตภัณฑ์ (%)
4-Nitrobenzaldehyde	<p>(4g)</p>	2	68

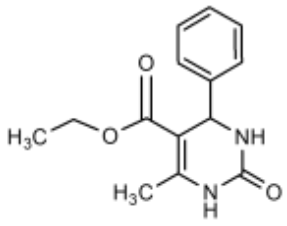
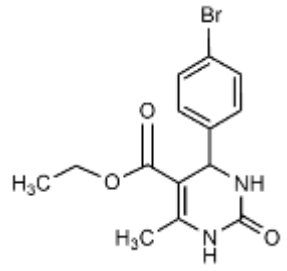
จากการศึกษาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์โดยปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่า เมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 93 เปอร์เซ็นต์ ใช้สารตั้งต้นเป็น 4-โบรมเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 84 เปอร์เซ็นต์ ใช้สารตั้งต้นเป็น 4-คลอโรเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 60 เปอร์เซ็นต์ ใช้สารตั้งต้นเป็น 4-ไดเมทิลอะมีโนเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 38 เปอร์เซ็นต์ ใช้สารตั้งต้นเป็น 4-ไฮดรอกซีเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 60 เปอร์เซ็นต์ ใช้สารตั้งต้นเป็น 4-เมททอกซีเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 80 เปอร์เซ็นต์ และใช้สารตั้งต้นเป็น 4-ไนโตรเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 68 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า เมื่อศึกษาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์ โดยปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา สารตั้งต้นเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ที่ดีที่สุดคือ 93 เปอร์เซ็นต์

4.4.2 การศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ในสภาวะที่ใช้ซิงกา-เพอร์ริคคอลลอยด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

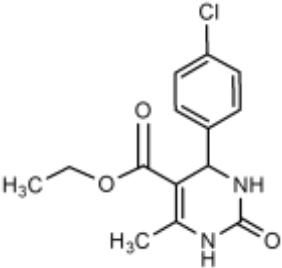
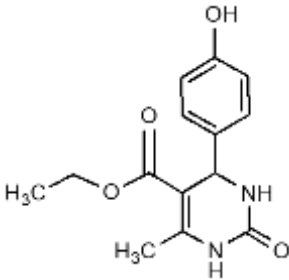
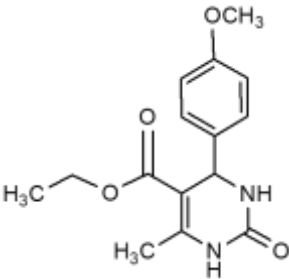
ศึกษาผลการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์ โดยใช้เบนซัลดีไฮด์ ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) เอทิล อะซิโตะอะซิเตท ปริมาตร 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) ยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) และซิงกา-เพอร์ริคคอลลอยด์

จำนวน 0.0106 กรัม (10 %w/w) ที่อุณหภูมิ 85 ± 5 องศาเซลเซียส ในสภาวะที่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยาผลการทดลองแสดงดังตาราง 4.6

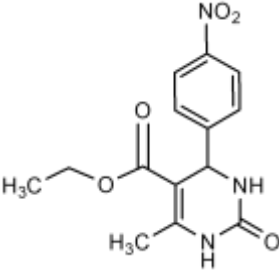
ตาราง 4.6 ผลการศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ในสภาวะที่ใช้ซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

สารตั้งต้น	โครงสร้าง (สารผลิตภัณฑ์)	เวลา (ชั่วโมง)	ร้อยละสาร ผลิตภัณฑ์ (%)
Benzaldehyde	 <p>(4a)</p>	2	95
4-Bromobenzaldehyde	 <p>(4b)</p>	3	83

ตาราง 4.6 ผลการศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ในสภาวะที่ใช้ซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ต่อ)

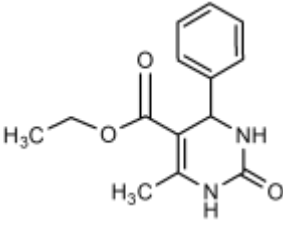
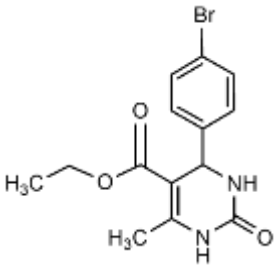
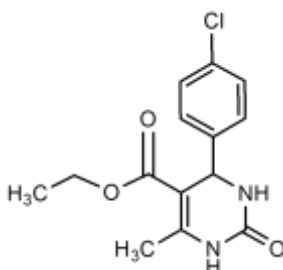
สารตั้งต้น	โครงสร้าง (สารผลิตภัณฑ์)	เวลา (ชั่วโมง)	ร้อยละสาร ผลิตภัณฑ์ (%)
4-Chlorobenzaldehyde	 <p>(4c)</p>	3	68
4-Hydroxybenzaldehyde	 <p>(4e)</p>	3	68
4-Methoxybenzaldehyde	 <p>(4f)</p>	3	70

ตาราง 4.6 ผลการศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ในสภาวะที่ใช้ซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ต่อ)

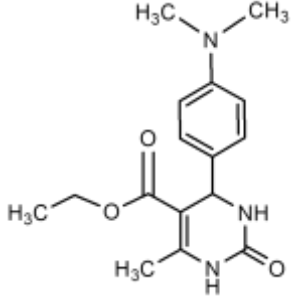
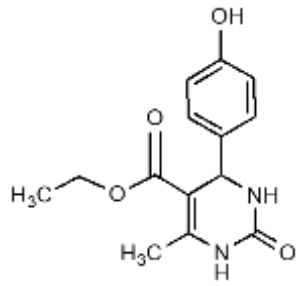
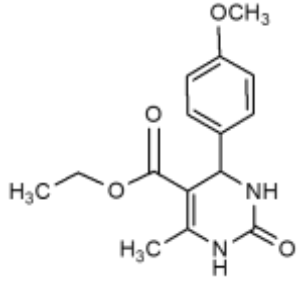
สารตั้งต้น	โครงสร้าง (สารผลิตภัณฑ์)	เวลา (ชั่วโมง)	ร้อยละสาร ผลิตภัณฑ์ (%)
4-Nitrobenzaldehyde	 <p>(4g)</p>	2	63

จากการศึกษาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์โดยปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่า เมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 95 เปอร์เซ็นต์ ใช้สารตั้งต้นเป็น 4-โบรมобенซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 83 เปอร์เซ็นต์ ใช้สารตั้งต้นเป็น 4-คลอโรเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 68 เปอร์เซ็นต์ ใช้สารตั้งต้นเป็น 4-ไดเมทิลอะมีโนเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 31 เปอร์เซ็นต์ ใช้สารตั้งต้นเป็น 4-ไฮดรอกซีเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 68 เปอร์เซ็นต์ ใช้สารตั้งต้นเป็น 4-เมทอกซีเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 70 เปอร์เซ็นต์ และใช้สารตั้งต้นเป็น 4-ไนโตรเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ 63 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า เมื่อศึกษาการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์ โดยปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา สารตั้งต้นเบนซัลดีไฮด์ ให้สารผลิตภัณฑ์ที่ดีที่สุดคือ 95 เปอร์เซ็นต์

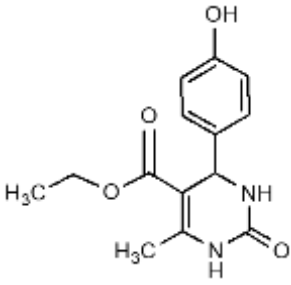
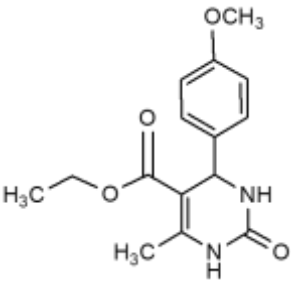
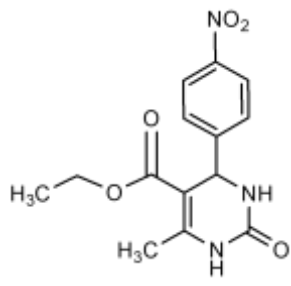
ตาราง 4.7 ลักษณะทางกายภาพของสาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์ ใน
สถานะที่ใช้ซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

โครงสร้างทางเคมีของสารผลิตภัณฑ์	ลักษณะทางกายภาพของสารผลิตภัณฑ์		
	ลักษณะของผลึก	สี	สถานะ
 <p>(4a)</p>	ผลึกมันวาว	ขาว	ของแข็ง
 <p>(4b)</p>	ผลึกมันวาว	ขาว	ของแข็ง
 <p>(4c)</p>	ผงละเอียด	ขาว	ของแข็ง

ตาราง 4.7 ลักษณะทางกายภาพของสาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์ ใน
สถานะที่ใช้ซิลิกา-เฟอรรีคคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ต่อ)

โครงสร้างทางเคมีของสารผลิตภัณฑ์	ลักษณะทางกายภาพของสารผลิตภัณฑ์		
	ลักษณะของผลึก	สี	สถานะ
 <p>(4d)</p>	ผลึกมันวาว	ขาว	ของแข็ง
 <p>(4e)</p>	ผงละเอียด	เหลืองอม ส้ม	ของแข็ง
 <p>(4f)</p>	ผลึกมันวาว	ขาว	ของแข็ง

ตาราง 4.7 ลักษณะทางกายภาพของสาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์ ใน
สถานะที่ใช้ซิลิกา-เพอร์ริคคโลไรด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ต่อ)

โครงสร้างทางเคมีของสารผลิตภัณฑ์	ลักษณะทางกายภาพของสารผลิตภัณฑ์		
	ลักษณะของผลึก	สี	สถานะ
 <p>(4e)</p>	ผงละเอียด	เหลืองอม ส้ม	ของแข็ง
 <p>(4f)</p>	ผลึกมันวาว	ขาว	ของแข็ง
 <p>(4g)</p>	ผงละเอียด	ขาวอม เหลือง	ของแข็ง

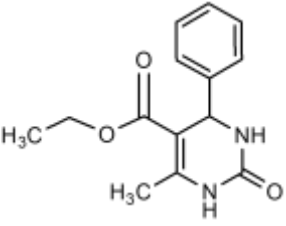
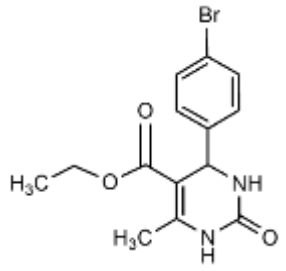
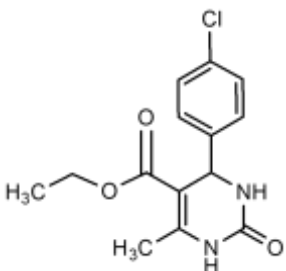
จากตาราง 4.7 ลักษณะทางกายภาพของสาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์
ในสถานะที่ใช้ซิลิกา-เพอร์ริคคโลไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งสารผลิตภัณฑ์ที่ได้มีรูปร่างผลึกที่
แตกต่างกันตามสารตั้งต้นที่ใช้

4.5 การพิสูจน์เอกลักษณ์โครงสร้างทางเคมีของอนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน

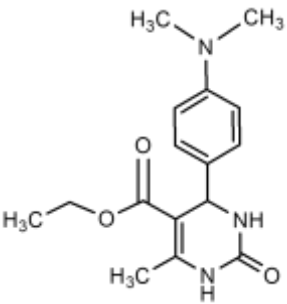
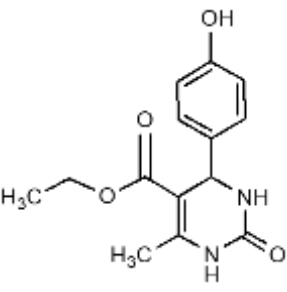
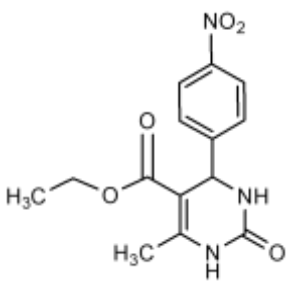
4.5.1 การหาจุดหลอมเหลว (Melting Point)

นำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีโดยการหาจุดหลอมเหลว เพื่อเปรียบเทียบกับตารางงานก่อนหน้า พบว่าสารผลิตภัณฑ์ทุกตัวที่สังเคราะห์ขึ้นมีจุดหลอมเหลวกับโครงสร้างที่ได้รายงานไว้ ดังตาราง 4.8 จากผลดังกล่าวสามารถยืนยันโครงสร้างได้ว่าสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ขึ้นได้มีความถูกต้องและตรงกัน

ตาราง 4.8 ลักษณะทางกายภาพของสาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์

โครงสร้างทางเคมีของสารผลิตภัณฑ์	จุดหลอมเหลวของสารผลิตภัณฑ์ (°C)	
	จากการทดลอง	จากการอ้างอิง
 <p>(4a)</p>	203.7–204.9	203–205 ^[16]
 <p>(4b)</p>	211.4–213.4	212–213 ^[18]
 <p>(4c)</p>	212.7–214.3	212–213 ^[15]

ตาราง 4.8 ลักษณะทางกายภาพของสาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์
(ต่อ)

โครงสร้างทางเคมีของสารผลิตภัณฑ์	จุดหลอมเหลวของสารผลิตภัณฑ์ (°C)	
	จากการทดลอง	จากการอ้างอิง
 <p>(4d)</p>	255.2-255.6	255-257 ^[17]
 <p>(4e)</p>	228.7-229.9	225-228 ^[16]
 <p>(4g)</p>	209.1-211.2	207-209 ^[15]

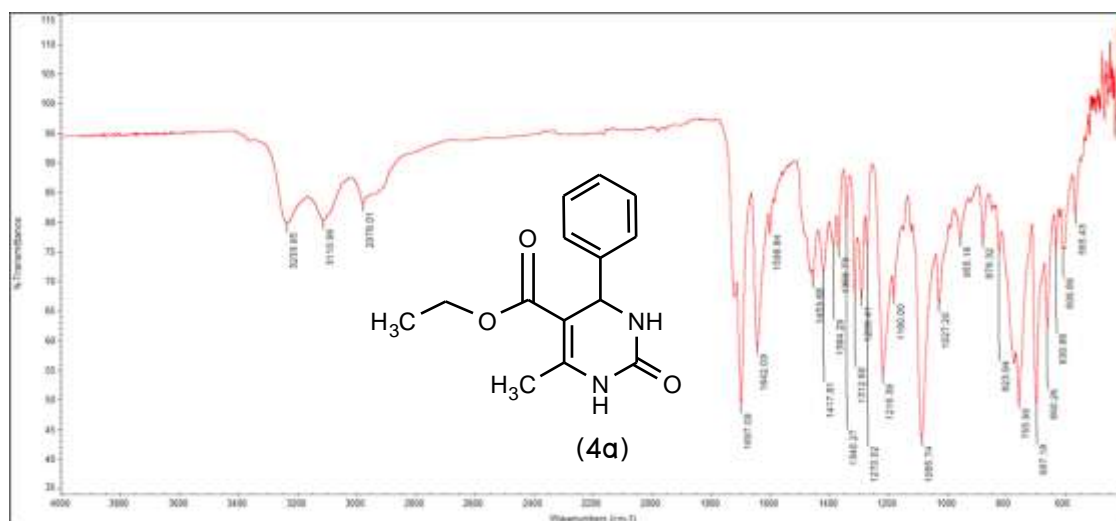
จากตาราง 4.8 สามารถยืนยันได้ว่า สารผลิตภัณฑ์ทุกชนิดที่สังเคราะห์ขึ้น มีความบริสุทธิ์สูง เนื่องจากช่วงของจุดหลอมเหลวแคบมาก (1-2 องศาเซลเซียส) นอกจากนี้ ได้ทำการพิสูจน์โครงสร้างทางเคมีของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยเทคนิค IR ได้ผลดังนี้

4.5.2 วิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Infrared spectroscopy)

ในการพิสูจน์เอกลักษณ์ทางโครงสร้างเคมีของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ขึ้นทั้งหมดนั้นสามารถพิสูจน์โดยเทคนิคทางสเปกโตรสโกปี (IR spectroscopy) ให้ข้อมูลดังนี้

4.5.2.1 สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-phenyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4a)

เมื่อนำ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-phenyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4a) จากการสังเคราะห์ในสภาวะปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา ไปตรวจวัดโดยเทคนิค IR spectroscopy แสดงการดูดกลืนรังสี IR ของพันธะต่างๆ ในหมู่ฟังก์ชันที่พบในโครงสร้างแสดงดังภาพ 4.2 และสามารถระบุหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ในโครงสร้าง ดังแสดงในตาราง 4.9



ภาพ 4.2 IR Spectrum ของ สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-phenyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4a) จากการสังเคราะห์ในสภาวะปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยา

ตาราง 4.9 รูปแบบการสั่นของพันธะสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-phenyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4a)

หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น (cm ⁻¹)
N-H stretching (secondary amines)	3,233.95
C-H stretching sp ² (aromatic)	3,110.99
C-H stretching sp ³	2,978.01

ตาราง 4.9 รูปแบบการสั่นของพันธะสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-phenyl -3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4a) (ต่อ)

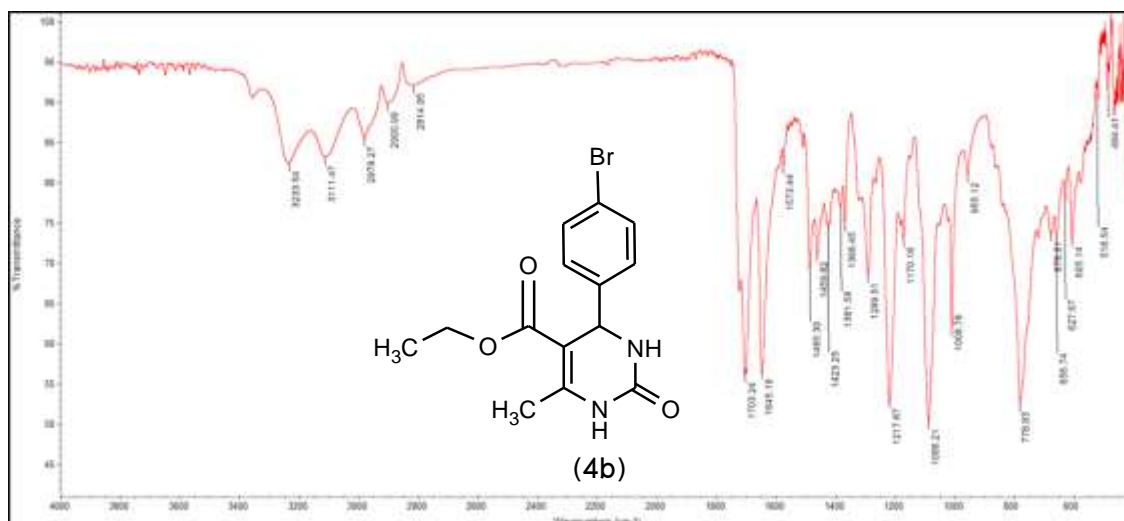
หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น (cm^{-1})
C=O stretching (ester)	1,722.24
C=O stretching (amide)	1,697.09
C=C stretching (aromatic)	1,642.03
C-O stretching (acetates)	1216.39

จากตาราง 4.9 แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-phenyl-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4a) ให้ผลดังนี้

ข้อมูล IR Spectrum $\bar{\nu} = 3,233.95, 3,110.99, 2,978.01, 1,722.24, 1,697.09, 1,642.03$ และ 1216.39 cm^{-1} ซึ่งเป็นข้อมูลการสั่นของพันธะ N-H stretching (secondary amines), C-H stretching sp^2 (aromatic), C-H sp^3 stretching, C=O stretching (ester), C=O stretching (amide), C=C stretching (aromatic) และ C-O stretching (acetates) ตามลำดับ นอกจากนี้ยังได้หาจุดหลอมเหลว ของสารประกอบ พบว่ามีช่วงจุดหลอมเหลวในช่วง $203.7-204.9$ องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่า สอดคล้องกับค่าอ้างอิงวิจัยก่อนหน้านี้ (ตาราง 4.8)

4.5.2.2 สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-bromophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4b)

เมื่อนำไปตรวจวัดโดยเทคนิค IR spectroscopy แสดงการดูดกลืนรังสี IR ของพันธะต่างๆ ในหมู่ฟังก์ชันที่พบในโครงสร้างแสดงดังภาพ 4.3 และสามารถระบุหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ในโครงสร้าง ดังแสดงในตาราง 4.10



ภาพ 4.3 IR Spectrum ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-bromophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4b)

ตาราง 4.10 รูปแบบการสั่นของพันธะสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-bromophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4b)

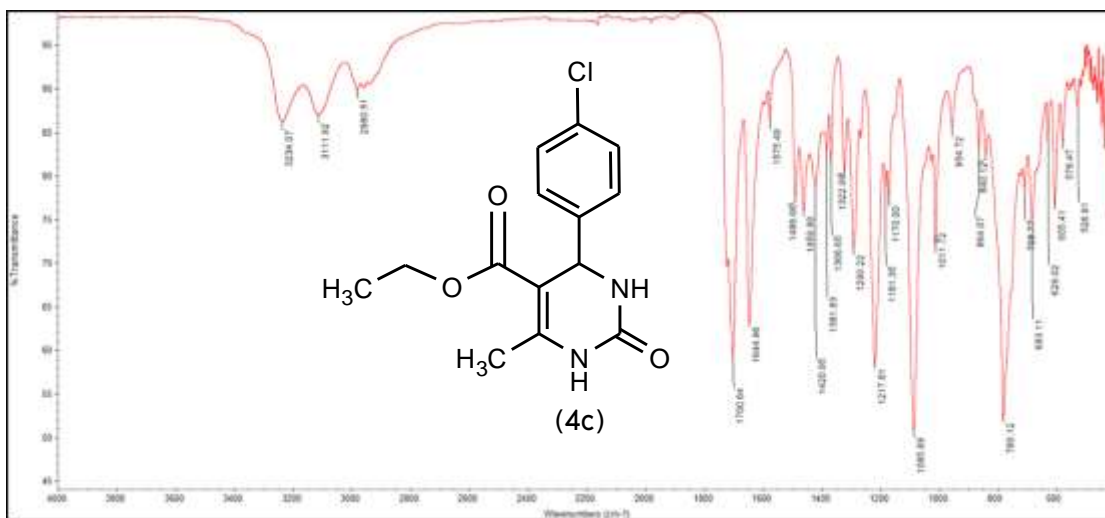
หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น (cm^{-1})
N-H stretching (secondary amines)	3,233.54
C-H stretching sp^2 (aromatic)	3,111.47
C-H stretching sp^3	2,979.27
C=O stretching (ester)	1,703.24
C=O stretching (amide)	1,645.19
C-O stretching (acetates)	1,217.87
C-Br stretching	605.14

จากตาราง 4.10 แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-bromophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4b) ให้ผลดังนี้

ข้อมูล IR Spectrum $\bar{\nu} = 3,233.54, 3,111.47, 2,979.27, 1,703.24, 1,645.19, 1,217.87$ และ 605.14 cm^{-1} ซึ่งเป็นข้อมูลการสั่นของพันธะ N-H stretching (secondary amines), C-H sp^2 (aromatic) stretching, C-H sp^3 stretching, C=O stretching (ester), C=O stretching (amide), C-O stretching (acetates) และ C-Br stretching ตามลำดับ นอกจากนี้ยังได้หาจุดหลอมเหลว ของสารประกอบ พบว่ามีช่วงจุดหลอมเหลวในช่วง 211.4-213.4 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่า สอดคล้องกับค่าอ้างอิงวิจัยก่อนหน้านี้ (ตาราง 4.8)

4.5.2.3 สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-chlorophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4c)

เมื่อนำไปตรวจวัดโดยเทคนิค IR spectroscopy แสดงการดูดกลืนรังสี IR ของพันธะต่างๆ ในหมู่ฟังก์ชันที่พบในโครงสร้างแสดงดังภาพ 4.4 และสามารถระบุหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ในโครงสร้าง ดังแสดงในตาราง 4.1



ภาพ 4.4 IR Spectrum ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-chlorophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4c)

ตาราง 4.11 รูปแบบการสั่นของพันธะสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-chlorophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4c)

หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น (cm^{-1})
N-H stretching	3,234.07
C-H sp^2 stretching	3,111.92
C-H sp^3 stretching	2,980.51
C=O stretching	1,700.64
C=C stretching	1,644.96
C-O stretching	1,217.81
C-Cl stretching	780.12

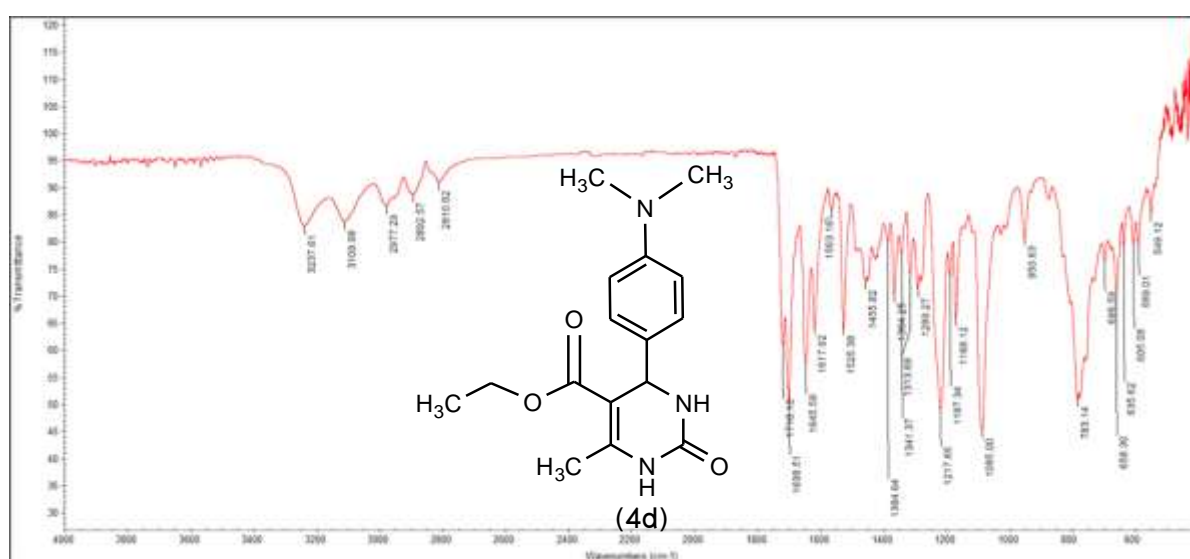
จากตาราง 4.11 แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-chlorophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4c) ให้ผลดังนี้

ข้อมูล IR Spectrum $\bar{\nu}$ = 3,234.07, 3,111.92, 2,980.51, 1,700.64, 1,644.96, 1,217.81 และ 780.12 cm^{-1} ซึ่งเป็นข้อมูลการสั่นของพันธะ N-H stretching, C-H sp^2 stretching, C-H sp^3 stretching, C=O stretching, C=C stretching, C-O stretching และ C-Cl stretching ตามลำดับ นอกจากนี้ยังได้หาจุดหลอมเหลว ของสารประกอบ พบว่ามีช่วงจุด

หลอมเหลวในช่วง 212.7–214.3 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่า สอดคล้องกับค่าอ้างอิงวิจัยก่อนหน้านี้ (ตาราง 4.8)

4.5.2.4 สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-dimethylaminophenyl) - 3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4d)

เมื่อนำไปตรวจวัดโดยเทคนิค IR spectroscopy แสดงการดูดกลืนรังสี IR ของพันธะต่างๆ ในหมู่ฟังก์ชันที่พบในโครงสร้างแสดงดังภาพ 4.5 และสามารถระบุหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ในโครงสร้าง ดังแสดงในตาราง 4.12



ภาพ 4.5 IR Spectrum ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-dimethylaminophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4d)

ตาราง 4.12 รูปแบบการสั่นของพันธะสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-dimethylaminophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4d)

หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น (cm ⁻¹)
N-H stretching	3,237.61
C-H sp ² stretching	3,109.98
C-H sp ³ stretching	2,977.29
C=O stretching	1,698.51
C=C stretching	1,645.59

ตาราง 4.12 รูปแบบการสั่นของพันธะสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-dimethylaminophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4d) (ต่อ)

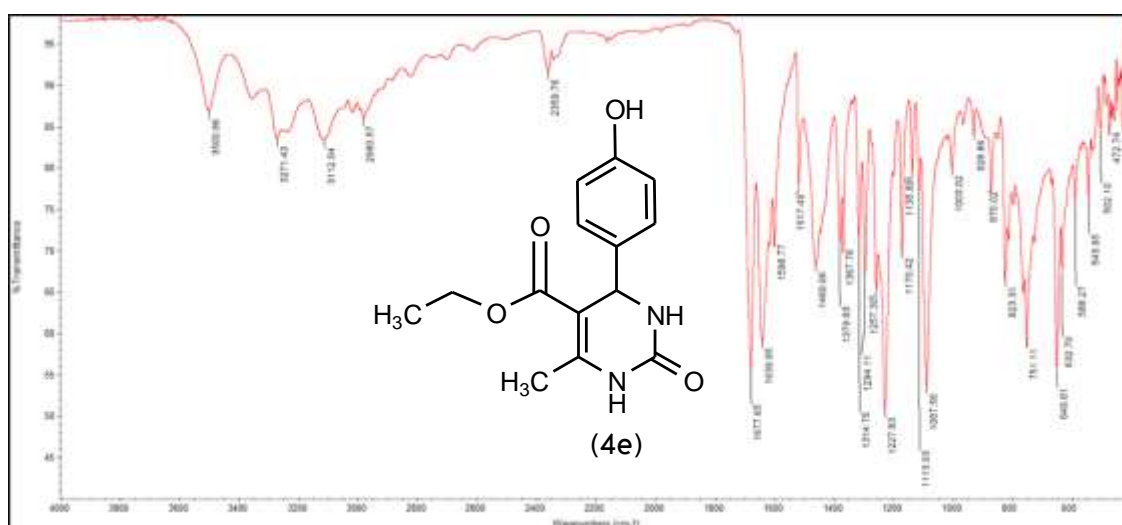
หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น (cm^{-1})
C-O stretching	1,217.65

จากตาราง 4.12 แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-dimethylaminophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4d) ให้ผลดังนี้

ข้อมูล IR Spectrum $\bar{\nu}$ = 3,237.61, 3,109.98, 2,977.29, 1,698.51, 1,645.59 และ $1,217.65 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นข้อมูลการสั่นของพันธะ N-H stretching, C-H sp^2 stretching, C-H sp^3 stretching, C=O stretching, C=C stretching และ C-O stretching ตามลำดับ นอกจากนี้ยังได้หาจุดหลอมเหลว ของสารประกอบ พบว่ามีช่วงจุดหลอมเหลวในช่วง 255.2-255.6 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่า สอดคล้องกับค่าอ้างอิงวิจัยก่อนหน้านี้ (ตาราง 4.8)

4.5.2.5 สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-hydroxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4e)

เมื่อนำไปตรวจวัดโดยเทคนิค IR spectroscopy แสดงการดูดกลืนรังสี IR ของพันธะต่างๆ ในหมู่ฟังก์ชันที่พบในโครงสร้างแสดงดังภาพ 4.6 และสามารถระบุหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ในโครงสร้าง ดังแสดงในตาราง 4.13



ภาพ 4.6 IR Spectrum ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-hydroxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin -2(1H)-one (4e)

ตาราง 4.13 รูปแบบการสั่นของพันธะสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-hydroxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin -2(1H)-one (4e)

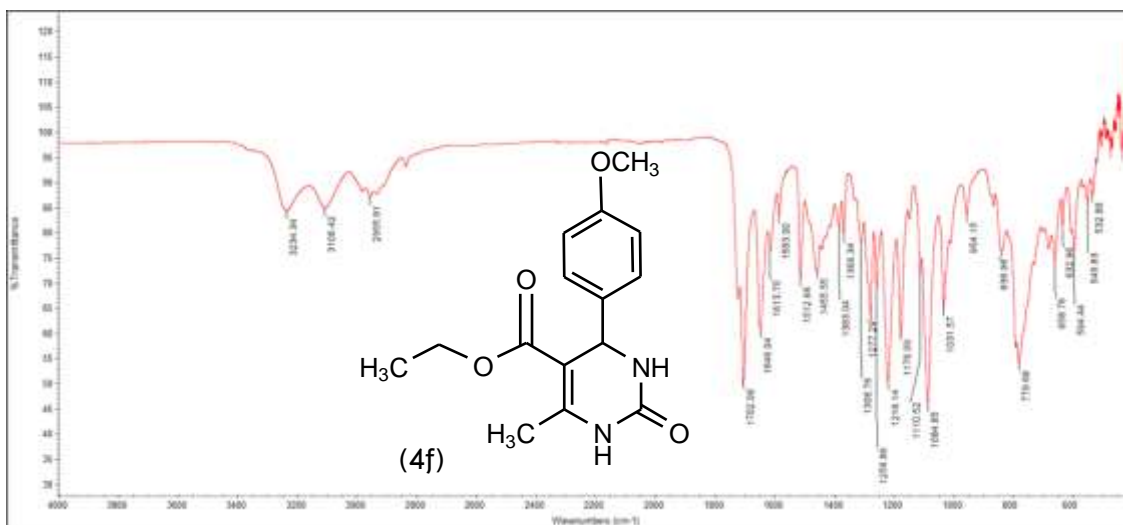
หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น (cm^{-1})
O-H stretching	3,500.86
N-H stretching	3,271.43
C-H sp^2 stretching	3,112.04
C-H sp^3 stretching	2,980.57
C=O stretching	1,677.65 และ 1,639.85
C=C stretching	1,598.71
C-O stretching	1,227.83

จากตาราง 4.13 แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-hydroxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin -2(1H)-one (4e) ให้ผลดังนี้

ข้อมูล IR Spectrum $\bar{\nu} = 3,500.86, 3,271.43, 3,112.04, 2,980.57, 1,677.65$ กับ $1,639.85, 1,598.71$ และ $1,227.83\text{cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นข้อมูลการสั่นของพันธะ O-H stretching, N-H stretching, C-H sp^2 stretching, C-H sp^3 stretching, C=O stretching, C=C stretching และ C-O stretching ตามลำดับ นอกจากนี้ยังได้หาจุดหลอมเหลว ของสารประกอบ พบว่ามีช่วงจุดหลอมเหลวในช่วง 228.7-229.9 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่า สอดคล้องกับค่าอ้างอิงวิจัยก่อนหน้านี้ (ตาราง 4.8)

4.5.2.6 สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-methoxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4f)

เมื่อนำไปตรวจวัดโดยเทคนิค IR spectroscopy แสดงการดูดกลืนรังสี IR ของพันธะต่างๆ ในหมู่ฟังก์ชันที่พบในโครงสร้างแสดงดังภาพ 4.7 และสามารถระบุหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ในโครงสร้าง ดังแสดงในตาราง 4.14



ภาพ 4.7 IR Spectrum ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-methoxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4f)

ตาราง 4.14 รูปแบบการสั่นของพันธะสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-methoxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4f)

หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น (cm^{-1})
N-H stretching	3,234.34
C-H sp^2 stretching	3,106.42
C-H sp^3 stretching	2,955.81
C=O stretching	1,702.99
C=C stretching	1,646.04
C-O stretching	1,218.14

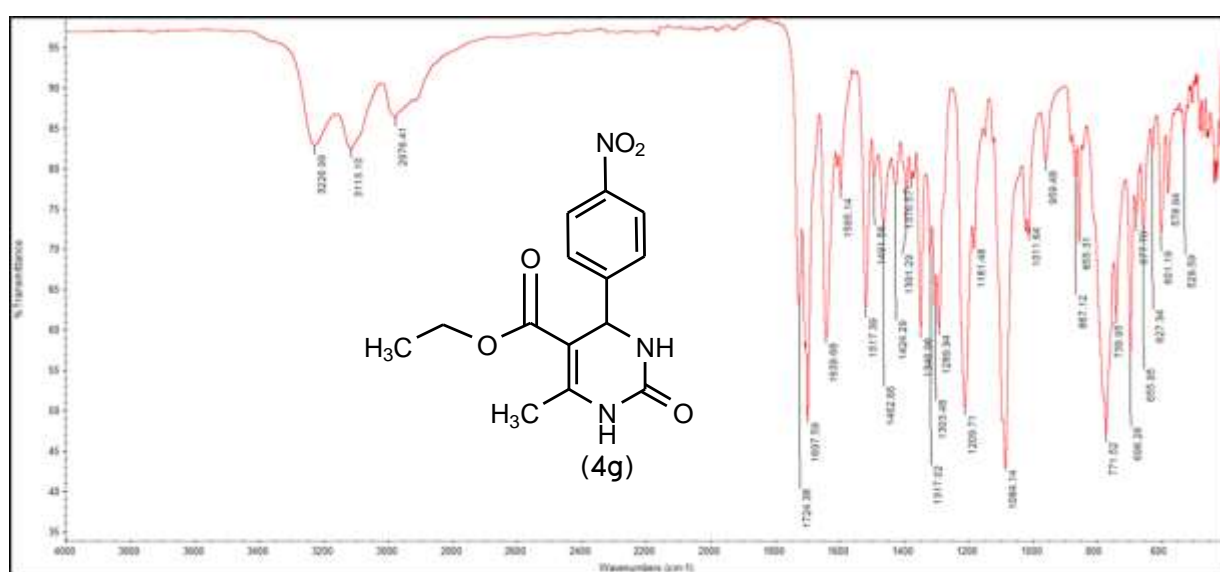
จากตาราง 4.14 แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-methoxyphenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4f) ให้ผลดังนี้

ข้อมูล IR Spectrum $\bar{\nu} = 3,234.34, 3,106.42, 2,955.81, 1,702.99, 1,646.04$ และ $1,218.14 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นข้อมูลการสั่นของพันธะ N-H stretching, C-H sp^2 stretching, C-H sp^3 stretching, C=O stretching, C=C stretching และ C-O stretching ตามลำดับ นอกจากนี้ยังได้

หาจุดหลอมเหลว ของสารประกอบ พบว่ามีช่วงจุดหลอมเหลวในช่วง 200.4–201.2 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่า สอดคล้องกับค่าอ้างอิงวิจัยก่อนหน้านี้ (ตาราง 4.8)

4.5.2.7 สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-nitrophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4g)

เมื่อนำไปตรวจวัดโดยเทคนิค IR spectroscopy แสดงการดูดกลืนรังสี IR ของพันธะต่างๆ ในหมู่ฟังก์ชันที่พบในโครงสร้างแสดงดังภาพ 4.8 และสามารถระบุหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ในโครงสร้าง ดังแสดงในตาราง 4.15



ภาพ 4.8 IR Spectrum ของสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-nitrophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4g)

ตาราง 4.15 รูปแบบการสั่นของพันธะสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-nitrophenyl)-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-one (4g)

หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น (cm ⁻¹)
N-H stretching	3,226.99
C-H sp ² stretching	3,113.10
C-H sp ³ stretching	2,976.41
C=O stretching	1,724.38 และ 1,697.59
C=C stretching	1,639.68
N-O stretching	1,517.39 และ 1,346.96

ตาราง 4.15 รูปแบบการสั่นของพันธะสารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-nitrophenyl)-3,4-dihydropyrimidin -2(1H)-one (4g) (ต่อ)

หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น (cm^{-1})
C-O stretching	1,084.14

จากตาราง 4.15 แสดงผลค่าการดูดกลืนรังสี IR ของสารประกอบ สารประกอบ 5-(Ethoxycarbonyl)-6-methyl-4-(4-nitrophenyl)-3,4-dihydropyrimidin -2(1H)-one (4g) ให้ผลดังนี้

ข้อมูล IR Spectrum $\bar{\nu}$ = 3,226.99, 3,113.10, 2,976.41, 1,724.38 กับ 1,697.59, 1,639.68, 1,517.39 กับ 1,346.96 และ 1,084.14 cm^{-1} ซึ่งเป็นข้อมูลการสั่นของพันธะ N-H stretching, C-H sp^2 stretching, C-H sp^3 stretching, C=O stretching, C=C stretching, N-O stretching และ C-O stretching ตามลำดับ นอกจากนี้ยังได้หาจุดหลอมเหลวของสารประกอบ พบว่ามีช่วงจุดหลอมเหลวในช่วง 209.1-211.2 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่า สอดคล้องกับค่าอ้างอิงวิจัยก่อนหน้านี้ (ตาราง 4.8)

4.6 การศึกษาประสิทธิภาพของซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์

ในขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบ 5-(ethoxycarbonyl)-4-(phenyl)-6-methyl-3,4-dihydropyrimidithione โดยใช้เบนซิลดีไฮด์ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) เอทิลอะซิโตะปริมาตร 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) และยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) ใช้ซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยการทดสอบจำนวนครั้งที่ซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์สามารถนำกลับมาใช้ซ้ำภายใต้อุณหภูมิ 80-90 องศาเซลเซียส จนปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ ผลการทดลองแสดงในตาราง 4.16 โดยก่อนการนำกลับมาใช้ใหม่ทำการชะล้าง ซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์ ด้วยเอทานอลร้อนและทำให้แห้งสนิท

ตาราง 4.16 ประสิทธิภาพการนำตัวเร่งปฏิกิริยา ซิลิกาซิลิกา-เฟอร์ริค(III)คลอไรด์

จำนวนครั้งที่ใช้ซ้ำของ ซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์	น้ำหนักของซิลิกา- เฟอร์ริคคลอไรด์ (กรัม)	ร้อยละสารผลิตภัณฑ์ (%)
fresh	0.0107	97
2	0.0107	73
3	0.0107	70
4	0.0106	64
5	0.0106	74

ผลการทดสอบการศึกษาประสิทธิภาพซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยมีการนำซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์กลับมาใช้ซ้ำ พบว่าเมื่อใช้ซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์ครั้งที่ 1 จะได้สารผลิตภัณฑ์ 97 เปอร์เซ็นต์ เมื่อนำซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์กลับมาใช้ครั้งที่ 2 จะได้สารผลิตภัณฑ์ 73 เปอร์เซ็นต์ เมื่อนำ ซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์กลับมาใช้ครั้งที่ 3 จะได้สารผลิตภัณฑ์ 70 เปอร์เซ็นต์ เมื่อนำซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์กลับมาใช้ครั้งที่ 4 จะได้สารผลิตภัณฑ์ 64 เปอร์เซ็นต์ เมื่อซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์กลับมาใช้ครั้งที่ 5 จะได้สารผลิตภัณฑ์ 74 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งจากผลการทดลองจะเห็นว่าการใช้ซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา การนำมาใช้ครั้งที่ 1 2 3 และ 4 จะเห็นได้ว่าร้อยละสารผลิตภัณฑ์มีแนวโน้มที่จะลดลง แต่เมื่อการนำกลับมาใช้ซ้ำในครั้งที่ 5 ร้อยละสารผลิตภัณฑ์มีเปอร์เซ็นต์ที่เพิ่มสูงขึ้น ทั้งนี้อาจเป็นผลเนื่องมาจากการตกผลึกของสารผลิตภัณฑ์ในการนำซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์มาใช้ซ้ำในครั้งที่ 3 ยังไม่สมบูรณ์ทำให้ร้อยละสารผลิตภัณฑ์ในครั้งที่ 3 ได้ผลที่น้อยมากกว่าการนำมาใช้ซ้ำในครั้งอื่น และร้อยละสารผลิตภัณฑ์ในการนำซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์มาใช้ซ้ำในครั้งที่ 5 มีเปอร์เซ็นต์สูงขึ้น แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์มีประสิทธิภาพ และสามารถนำกลับมาใช้ซ้ำได้ โดยยังคงให้ร้อยละสารผลิตภัณฑ์ในระดับดี

บทที่ 5

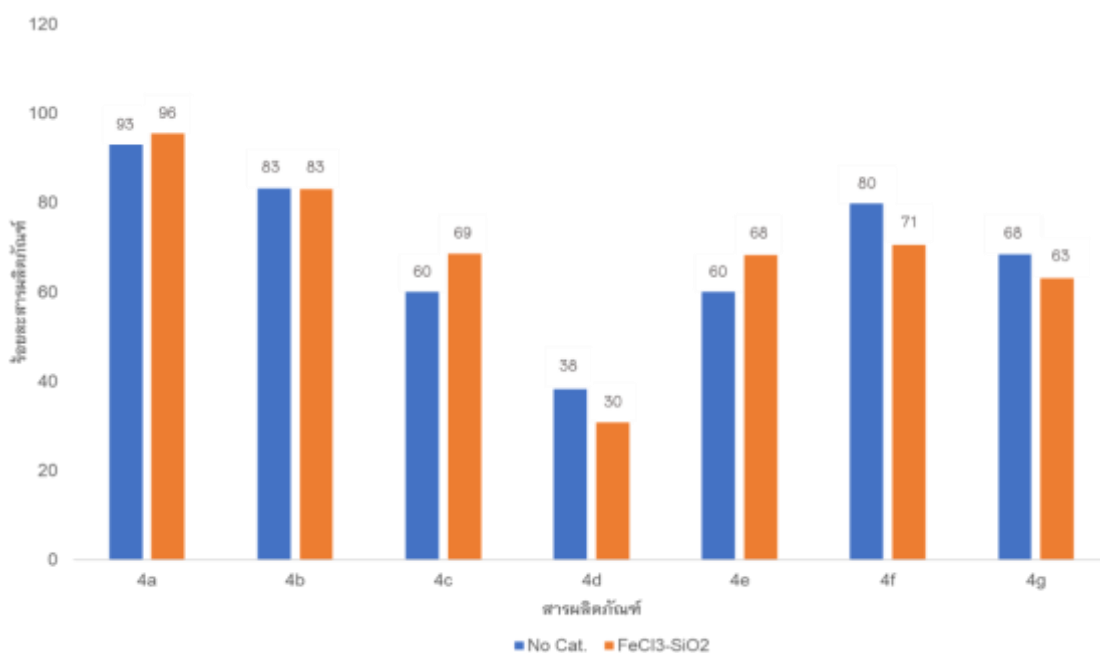
สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์อนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ผ่านปฏิกิริยาไบจินเนลลีโดยมีสภาวะที่เหมาะสม คือ เบนซัลดีไฮด์ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) เอทิลอะซิโตะปริมาตร 0.13 มิลลิลิตร (1.0 มิลลิโมล) และยูเรียจำนวน 0.0721 กรัม (1.2 มิลลิโมล) ที่ช่วงอุณหภูมิ 80 ± 5 องศาเซลเซียส ร้อยละจำนวนโมลโดยน้ำหนักของซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์ที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ 10 เปอร์เซ็นต์ ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ภายใน 2 ชั่วโมง ให้ร้อยละสารผลิตภัณฑ์สูงที่สุด 96 เปอร์เซ็นต์

การเตรียมซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จะชั่งซิลิกา 20.00 กรัม หลังจากทำการกระตุ้นซิลิกาแล้วจะได้ ซิลิกาที่ถูกกระตุ้น 17.75 กรัม และเมื่อนำซิลิกาที่ถูกกระตุ้นมาเติมด้วยเพอร์ริคคอลลอยด์ จะได้ซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์ 16.43 กรัม

การสังเคราะห์อนุพันธ์ของ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน โดยเปลี่ยนสารตั้งต้นในกลุ่มอะโรมาติกแอลดีไฮด์จากเบนซัลดีไฮด์ เป็น 4-โบรโมเบนซัลดีไฮด์, 4-คลอโรเบนซัลดีไฮด์, 4-ไดเมทิลอะมิโนเบนซัลดีไฮด์, 4-ไฮดรอกซีเบนซัลดีไฮด์, 4-เมทอกซีเบนซัลดีไฮด์ และ 4-ไนโตรเบนซัลดีไฮด์ จะเปรียบเทียบร้อยละสารผลิตภัณฑ์แบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา และแบบใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา แสดงดังภาพ 5.1



ภาพ 5.1 แสดงร้อยละสารผลิตภัณฑ์ของอนุพันธ์ของอะโรมาติกแอลดีไฮด์แบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา และแบบใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

จากการเปรียบเทียบร้อยละสารผลิตภัณฑ์แบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา และแบบใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์อนุพันธ์ของ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน จะเห็นว่าในการใช้ 4-โบรโมเบนซัลดีไฮด์, 4-ไดเมทิลอะมิโนเบนซัลดีไฮด์, 4-เมทอกซีเบนซัลดีไฮด์ และ 4-ไนโตรเบนซัลดีไฮด์เป็นสารตั้งต้น พบว่าให้ร้อยละสารผลิตภัณฑ์แบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ 83, 38, 80 และ 68 ตามลำดับ และพบว่าให้ร้อยละสารผลิตภัณฑ์แบบใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ 83, 30, 70. และ 63 ตามลำดับ จะเห็นว่าร้อยละสารผลิตภัณฑ์ในการสังเคราะห์แบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าร้อยละสารผลิตภัณฑ์แบบที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

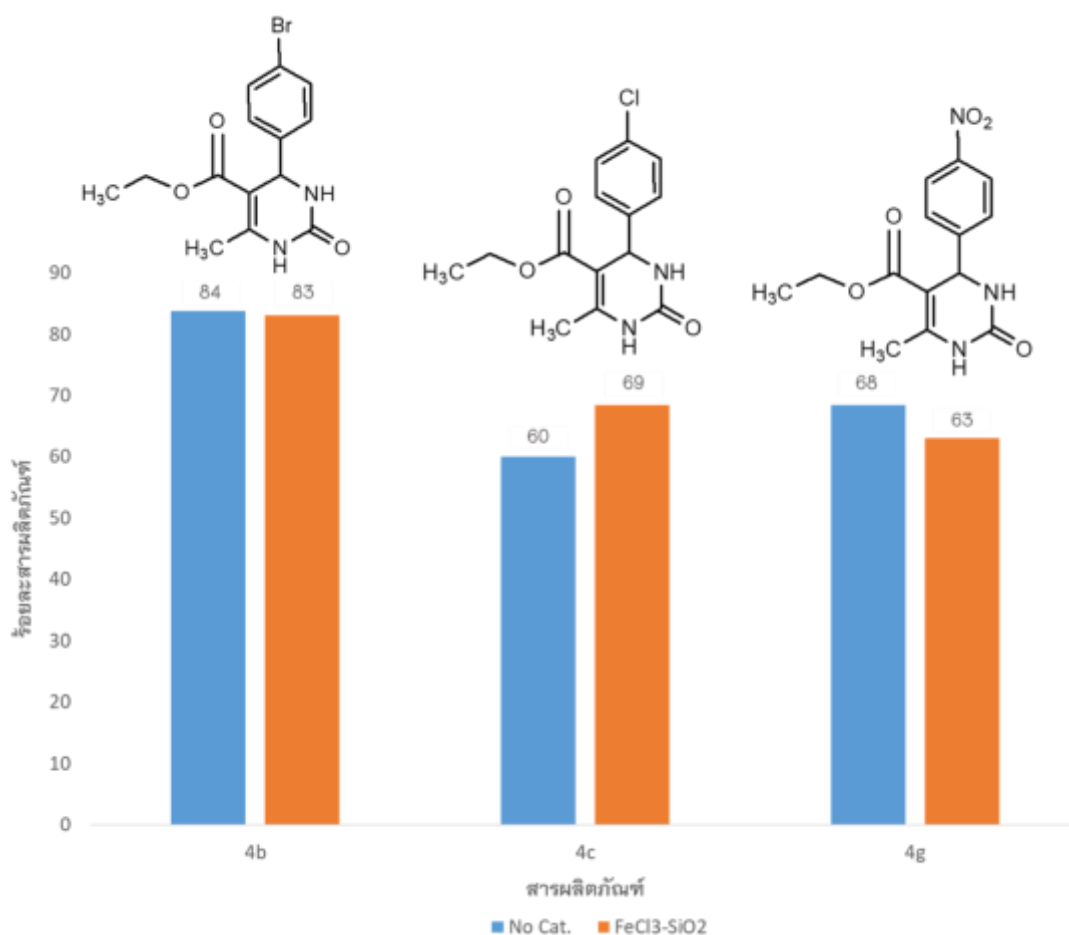
การสังเคราะห์อนุพันธ์ของ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน จะเห็นว่าในการใช้ เบนซัลดีไฮด์, 4-คลอโรเบนซัลดีไฮด์ และ 4-ไฮดรอกซีเบนซัลดีไฮด์ พบว่าให้ร้อยละสารผลิตภัณฑ์แบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ 93, 60 และ 60 ตามลำดับ พบว่าให้ร้อยละสารผลิตภัณฑ์แบบใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ 95, 68 และ 68 ตามลำดับ จะเห็นว่าร้อยละสารผลิตภัณฑ์ในการสังเคราะห์แบบใช้ตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าร้อยละสารผลิตภัณฑ์แบบที่ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

จากการเปรียบเทียบร้อยละสารผลิตภัณฑ์ของการสังเคราะห์อนุพันธ์ของ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนแบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา และแบบใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา จะเห็นว่ามีทั้งร้อยละสารผลิตภัณฑ์ในการสังเคราะห์แบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าร้อยละสารผลิตภัณฑ์แบบที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา และร้อยละสารผลิตภัณฑ์ในการสังเคราะห์แบบใช้ตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าร้อยละสารผลิตภัณฑ์แบบที่ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ทั้งนี้อาจเนื่องมาจาก เทคนิคการกรองตัวเร่งปฏิกิริยา ออกจากสารผลิตภัณฑ์ ถ้าอาจกรองได้ไม่ดีจะทำให้สูญเสียร้อยละของสารผลิตภัณฑ์ได้ และการตกผลึกของผลิตภัณฑ์ยังไม่สมบูรณ์

การสังเคราะห์อนุพันธ์ของ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนแบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเปลี่ยนสารตั้งต้นในกลุ่มอะโรมาติกแอลดีไฮด์จากเบนซัลดีไฮด์ เป็น 4-โบรโมเบนซัลดีไฮด์, 4-คลอโรเบนซัลดีไฮด์, 4-ไดเมทิลอะมิโนเบนซัลดีไฮด์, 4-ไฮดรอกซีเบนซัลดีไฮด์, 4-เมทิลอกซีเบนซัลดีไฮด์ และ 4-ไนโตรเบนซัลดีไฮด์ พบว่ากรณีที่ใช้ 4-โบรโมเบนซัลดีไฮด์ เป็นสารตั้งต้นให้ร้อยละผลิตภัณฑ์สูงสุด (83 %) จากนั้นพิจารณาอนุพันธ์ของอะโรมาติกแอลดีไฮด์ เมื่อศึกษาอิทธิพลของหมู่แทนที่หมู่รับอิเล็กตรอนที่ใช้ในการทดลองนี้คือ 4-โบรโมเบนซัลดีไฮด์, 4-คลอโรเบนซัลดีไฮด์ และ 4-ไนโตรเบนซัลดีไฮด์ พบว่าให้ร้อยละของสารผลิตภัณฑ์ที่ 83, 60 และ 68 ตามลำดับ และเมื่อศึกษาอิทธิพลของหมู่แทนที่หมู่ให้อิเล็กตรอนที่ใช้ในการทดลอง คือ 4-ไดเมทิลอะมิโนเบนซัลดีไฮด์, 4-ไฮดรอกซีเบนซัลดีไฮด์ และ 4-เมทิลอกซีเบนซัลดีไฮด์ พบว่าให้ร้อยละของสารผลิตภัณฑ์ที่ 38, 60 และ 80 ตามลำดับ

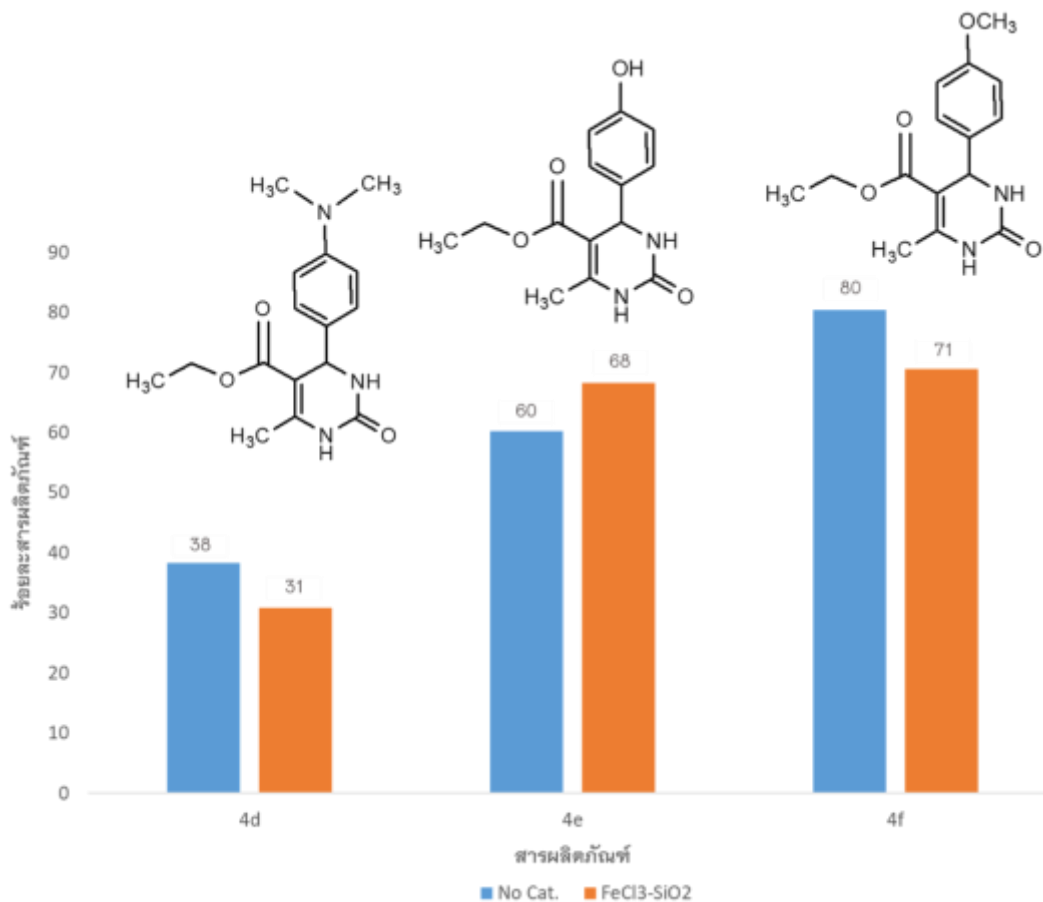
การสังเคราะห์อนุพันธ์ของ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนแบบใช้ซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยเปลี่ยนสารตั้งต้นในกลุ่มอะโรมาติกแอลดีไฮด์จากเบนซัลดีไฮด์ เป็น 4-โบรโมเบนซัลดีไฮด์, 4-คลอโรเบนซัลดีไฮด์, 4-ไดเมทิลอะมิโนเบนซัลดีไฮด์, 4-ไฮดรอกซีเบนซัลดีไฮด์, 4-เมทิลอกซีเบนซัลดีไฮด์ และ 4-ไนโตรเบนซัลดีไฮด์ พบว่ากรณีที่ใช้ 4-โบรโมเบนซัลดีไฮด์ เป็นสารตั้งต้นให้ร้อยละผลิตภัณฑ์สูงสุด (83%) จากนั้นพิจารณาอนุพันธ์ของอะโรมาติกแอลดีไฮด์ เมื่อศึกษาอิทธิพลของหมู่แทนที่ หมู่รับอิเล็กตรอนที่ใช้ในการทดลองนี้คือ 4-โบรโมเบนซัลดีไฮด์ 4-คลอโรเบนซัลดีไฮด์ และ 4-ไนโตรเบนซัลดีไฮด์ พบว่าให้ร้อยละของสารผลิตภัณฑ์ที่ 83, 68 และ 63 ตามลำดับ และเมื่อศึกษาอิทธิพลของหมู่แทนที่หมู่ให้อิเล็กตรอนที่ใช้ในการทดลอง คือ 4-ไดเมทิลอะมิโนเบนซัลดีไฮด์, 4-ไฮดรอกซีเบนซัลดีไฮด์ และ 4-เมทิลอกซีเบนซัลดีไฮด์ พบว่าให้ร้อยละของสารผลิตภัณฑ์ที่ 30, 68 และ 70 ตามลำดับ

เปรียบเทียบร้อยละผลผลิตภัณฑ์ของอนุพันธ์ของอะโรมาติกแอลดีไฮด์ที่มีหมู่แทนที่เป็นหมู่รับอิเล็กตรอน จากการสังเคราะห์อนุพันธ์ของ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนแบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและแบบใช้ซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แสดงดังภาพ 5.2



ภาพ 5.2 แสดงร้อยละสารผลิตภัณฑ์ของอนุพันธ์ของอะโรมาติกแอลดีไฮด์ที่มีหมู่แทนที่เป็นหมู่รับอิเล็กตรอน

เปรียบเทียบร้อยละผลผลิตภัณฑ์ของอนุพันธ์ของอะโรมาติกแอลดีไฮด์ที่มีหมู่แทนที่เป็นหมู่ให้อิเล็กตรอน จากการสังเคราะห์อนุพันธ์ของ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนแบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและแบบใช้ซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แสดงดังภาพ 5.3



ภาพ 5.3 แสดงร้อยละสารผลิตภัณฑ์ของอนุพันธ์ของอะโรมาติกแอลดีไฮด์ที่มีหมู่แทนที่เป็นหมู่ให้อิเล็กตรอน

จากการเปรียบเทียบร้อยละผลิตภัณฑ์ของอนุพันธ์ของอะโรมาติกแอลดีไฮด์ที่มีหมู่แทนที่เป็นหมู่แทนที่เป็นหมู่รับอิเล็กตรอนและหมู่ให้อิเล็กตรอน จากการสังเคราะห์อนุพันธ์ของ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนแบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและแบบใช้ซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จะเห็นได้ว่ามีร้อยละผลิตภัณฑ์ที่ค่อนข้างหลากหลาย แสดงให้เห็นว่าอนุพันธ์ของอะโรมาติกที่มีหมู่แทนที่เป็นหมู่รับอิเล็กตรอนและหมู่ให้อิเล็กตรอน ไม่ส่งผลต่อร้อยละสารผลิตภัณฑ์ การตกผลึกด้วยเอทานอลของสารผลิตภัณฑ์ของอนุพันธ์ของอะโรมาติกแอลดีไฮด์ บางตัวค่อนข้างจะเกิดผลึกได้ยาก ซึ่งอาจแก้ไขโดยใช้ตัวทำละลายชนิดอื่นในอนุพันธ์ต่างๆ

ผลจากการทดลองพบว่า ซิลิกา-เฟอร์ริคคลอไรด์ที่เตรียมได้จากธรรมชาติ ซึ่งทำให้ไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมและสามารถแยกออกจากสารที่สังเคราะห์ได้ง่ายกว่าปฏิกิริยาไบจินेलลิแบบดั้งเดิม เมื่อนำมาทดลองใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าได้ร้อยละผลิตภัณฑ์อยู่ในช่วงปาน

กลางถึงดี (31–96%) ทำให้มีความเป็นไปได้ที่สามารถนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดใหม่ในการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนนและอนุพันธ์

จากการศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์สาร 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน โดยการนำกลับมาใช้ซ้ำพบว่า สามารถนำกลับมาใช้ซ้ำได้ถึง 5 ครั้ง ให้ร้อยละสารผลิตภัณฑ์ในช่วง 64–97% ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าซิลิกา-เพอร์ริคคอลลอยด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพในการสังเคราะห์ และสามารถนำกลับมาใช้ซ้ำได้ โดยยังคงให้ร้อยละสารผลิตภัณฑ์ในระดับดี

การพิสูจน์เอกลักษณ์โครงสร้างทางเคมีของอนุพันธ์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ด้วยเทคนิค IR Spectroscopy, จุดหลอมเหลว และทำการเปรียบเทียบข้อมูลกับผลการรายงานวิจัยก่อนหน้านี้สามารถยืนยันโครงสร้างทางเคมีได้ถูกต้อง

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ควรนำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ ไปทดสอบฤทธิ์ทางชีวภาพที่สนใจทเช่น ฤทธิ์ต้านแบคทีเรีย ฤทธิ์ต้านมะเร็ง ฤทธิ์ต้านการชัก ฤทธิ์ต้านเชื้อมาลาเรีย เป็นต้น
2. สารตั้งต้นแต่ละชนิดอาจใช้สภาวะในการสังเคราะห์ที่ไม่เหมือนกัน ดังนั้นควรเลือกใช้สภาวะในการสังเคราะห์ให้เหมาะสมกับสารตั้งต้น เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมแต่ละโครงสร้างต่อไป
3. สารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ขึ้นได้ควรนำไปยืนยันโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค $^1\text{H NMR}$, $^{13}\text{C NMR}$ และ Mass spectrometry เพื่อยืนยันโครงสร้างได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

บรรณานุกรม

- [1] สำนักงานปลัดกระทรวงสาธารณสุข. (2558). **สถิติสาธารณสุข พ.ศ.2558** Public Health Statistics A.D.2015. 92–94.
- [2] คณะกรรมการ กรรมการแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข. (2556). **แผนป้องกันและควบคุมโรคเริมแห่งชาติ พ.ศ. 2556–2560**. 30
- [3] จินตนา ประชุมพันธ์. (2557). **PM2.5 ฝุ่นละอองขนาดเล็กในอากาศ กับวิกฤตสุขภาพที่คนไทยต้องแลก**. สืบค้นเมื่อ 14 กุมภาพันธ์ 2562, จาก <https://thestandard.co/pm-2-5-environmental-nano-pollutants>
- [4] Feng, S.; Gao, D.; Liao, F.; Zhou, F.; Wang, X. (2016). The health effects of ambient PM2.5 and potential mechanisms. *Ecotoxicology and Environmental Safety*.128, 67–74.
- [5] Keivanloo, A.; Mirzaee, M.; Bakherad, M.; Soozani, A. (2014). Boehmite nanoparticle catalyst for the one-pot multicomponent synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2-(1H)-ones and thiones under solvent-free conditions. *Chinese Journal of Catalysis*.35 ,362–367.
- [6] Kamali a., Shockravi F. 2015. One-pot, solvent-free synthesis via Biginelli reaction: Catalyst-free and new recyclable catalysts.
- [7] Aswin K.; Mansoor S. S.; Logaiya K.; Sudhan N. P.; Ahmed N. R. (2014). Facile synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-ones and -thiones and indeno[1,2d]pyrimidines catalyzed by p-dodecylbenzenesulfonic acid. *Journal of Taibah University for Science*.8 .236–247.
- [8] Koura G.; Gupta M.; Paula S.; Rajnikantb ; Guptab K.V. (2014). SiO₂-CuCl₂: An efficient and recyclable heterogeneous catalyst for one-pot synthesis of 3,4 dihydropyrimidin-2(1H)-ones. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 392. 260–269.

- [9] Eshghi H.; Javid A.; Khojastehnezhad A.; Moeinpour F.; Bamoharram F. F.; Bakavoli M.; Mirzaei M. (2015). Preyssler heteropolyacid supported on silica coated NiFe₂O₄ nanoparticles for the catalytic synthesis of bis(dihydropyrimidinone)benzene and 3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-ones. *Chinese Journal of Catalysis*. 36. 299–307.
- [10] Patil D. V.; Gidh V. P.; Salve M. A. (2017). SiO₂.TTC: Efficient Catalyst for Synthesis of 3,4-Dihydropyrimidine-2(1H)-ones/Thiones. *Der Chemica Sinica*.8(2) .247–253.
- [11] Bahekar P. S.; Sarode B. P.; Wadekar P. M.; Chandak S. H. (2017). Simple and efficient synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-thiones utilizing L-proline nitrate as a proficient, recyclable and eco-friendly catalyst. *Journal of Saudi Chemical Society*. 21. 415–419.
- [12] Safaei-Ghomia J.; Tavazoa M.; Mahdaviab H. G. (2018). Ultrasound promoted one-pot synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-ones/thiones using dendrimer-attached phosphotungstic acid nanoparticles immobilized on nanosilica. *Ultrasonics –Sonochemistry*. 40. 230–237.
- [13] ณปภัช พิมพดี. (2560). **เคมีสีเขียว (Green Chemistry)**. สืบค้น เมื่อ 14 กุมภาพันธ์ 2562,. จาก <http://www.scimath.org>
- [14] ชุติมา สิ้นแต่ง และ ณัฐพงศ์ วงศ์กาศ. (2560). ฤทธิ์ต้านแบคทีเรียและการสังเคราะห์สารประกอบ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน และอนุพันธ์ โดยใช้ซิลิกาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา. *หลักสูตรปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมี. มหาวิทยาลัยพะเยา*.
- [15] Azizian, J., Mohammadi, A.A., Karimi, A.R., Mohammadizadeh, M.R. (2006). KAl(SO₄)₂.12H₂O supported on silica gel as a novel heterogeneous system catalyzed Biginelli reaction one-pot synthesis of dihydropyrimidinones under solvent-free conditions. *Applied Catalysis A: General* 300 . 85–88.
- [16] Saher, L., Makhloufi-Chebli, M., Dermeche, L., Boutemur-Khedis, B., Rabia, C., Silva, A.M.S., Hamdi, M. (2016). Keggin and Dawson-type polyoxometalates as efficient catalysts for the synthesis of 3,4-dihydropyrimidinones: experimental and theoretical studies, *Tetrahedron Letters* 57. 1492–1496.

[17] Karade, H.N., Sathe M., Kaushik M.P. (2007). Synthesis of 4-Aryl Substituted 3,4-dihydropyrimidinones using silica-chloride under solvent free Conditions. *Molecules*. 12, 1341–1351.

[18] Gopinath. K. R., Premkumar H. B., Shekar H. S., Rajendraprasad K. J., Nagabhushana. H, Krishnappa M. (2015). Novel and efficient $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$: Eu^{3+} nano catalyst for the synthesis of 3,4-dihydropyrimidinone-2(1H)-ones/-thiones. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*. 1, 1578–1589.

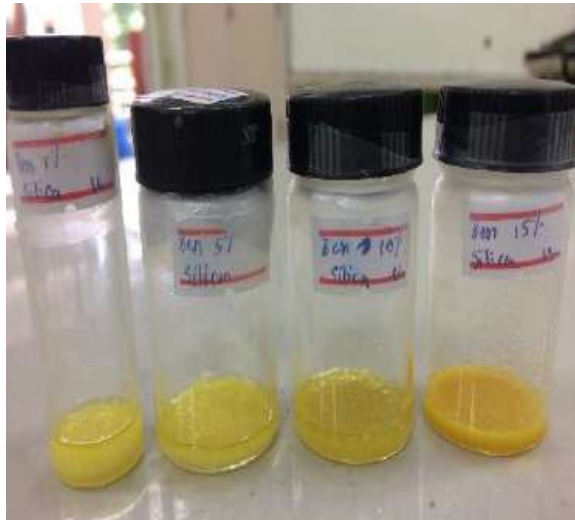
ภาคผนวก ก



ภาพ ก ตะกอนของ $\text{SiO}_2/\text{FeCl}_3$



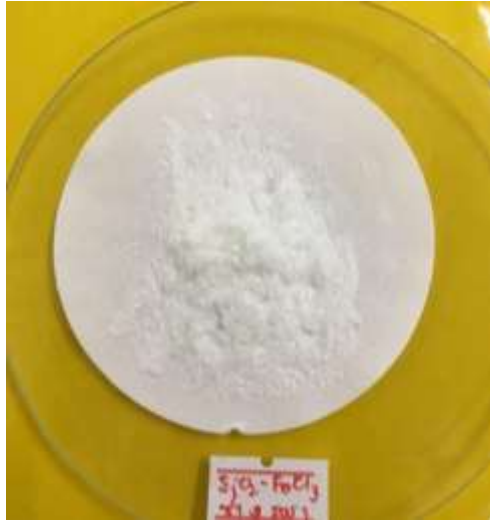
ภาพ ข การสังเคราะห์ 3,4-ไดไฮโดรไพริมิดิโนน ที่อุณหภูมิ 85 ± 5 องศาเซลเซียส



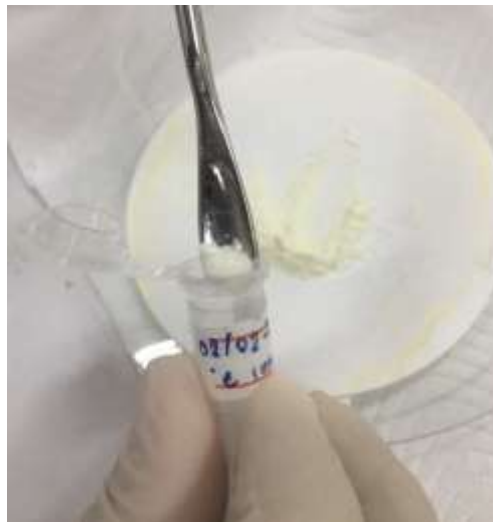
ภาพ ค ลักษณะของสารเมื่อทำปฏิกิริยาสมบูรณ์



ภาพ ง การกรองสารด้วยกรวยกรองสุญญากาศ



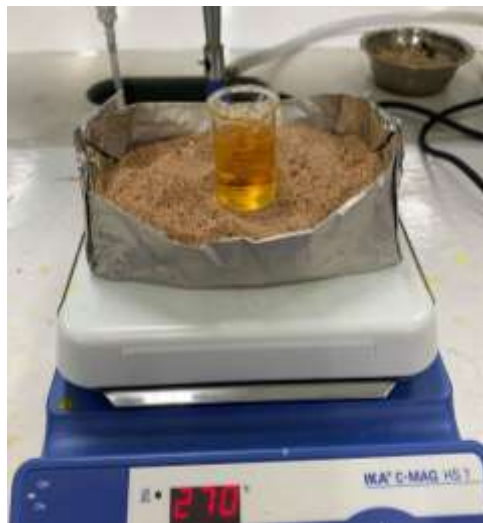
ภาพ จ ลักษณะของผลึกที่ได้จากการกรองด้วยชุดกรองสุญญากาศ



ภาพ ฉ การเก็บผลึกของสารตัวอย่าง



ภาพ ข ผลึกของสารตัวอย่าง



ภาพ ช การตกผลึกใหม่ของสาร



ภาพ ณ เครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

ยี่ห้อ Nicolet รุ่น FT-IR 6700



ภาพ ณ เครื่องหาจุดหลอมเหลว Buchi Milting Point B-540, Switzerland

ภาคผนวก ข

1. การคำนวณปริมาณสารที่ใช้

จากสูตร

$$D = \frac{m}{v} \quad \dots\dots\dots(1)$$

และ $n = \frac{m}{Mw} \quad \dots\dots\dots(2)$

จะได้ $m = n \times Mw$

แทนค่า m ลงในสมการที่ (1)

$$D = \frac{n \times Mw}{v}$$

ต้องการหาปริมาตร (v) จะได้

$$V = \frac{n \times Mw}{D} \quad \dots\dots\dots(3)$$

โดย $n =$ จำนวน mol

$D =$ ความหนาแน่น

$Mw =$ มวลโมเลกุล

$m =$ มวลของสาร

$v =$ ปริมาตร

1.1 ต้องการเตรียม 1 มิลลิโมลของ Benzaldehyde จะต้องใช้ Benzaldehyde ปริมาตรเท่าใด ($M_w = 106.13 \text{ g/mol}$, $D = 1.045 \text{ g/ml}$, $n = 1 \text{ mmol}$)

จากสูตร

$$V = \frac{n \times M_w}{D}$$

จะได้
$$V = \frac{(1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (106.13 \text{ g/mol})}{(1.045 \text{ g/ml})}$$

$$v = 0.10 \text{ ml}$$

ดังนั้น จะต้องใช้ปริมาตรของ Benzaldehyde (1 mmol) เท่ากับ 0.10 มิลลิลิตร

1.2 ต้องการเตรียม 1 มิลลิโมลของ Ethylacetoacetate จะต้องใช้ Ethylacetoacetate ปริมาตรเท่าใด ($M_w = 130.14 \text{ g/mol}$, $D = 1.045 \text{ g/ml}$, $n = 1 \text{ mmol}$)

จากสูตร

$$V = \frac{n \times M_w}{D}$$

จะได้
$$V = \frac{(1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (130.14 \text{ g/mol})}{(1.045 \text{ g/ml})}$$

$$v = 0.13 \text{ ml}$$

ดังนั้น จะต้องใช้ปริมาตรของ Ethylacetoacetate (1 mmol) เท่ากับ 0.13 มิลลิลิตร

1.3 ต้องการเตรียม 1 มิลลิโมลของ Urea จะต้องใช้ Urea ปริมาตรเท่าใด ($M_w = 60.06 \text{ g/mol}$, $n = 1.2 \text{ mmol}$)

จากสูตร

$$v = n \times M_w$$

จะได้
$$v = (1.2 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (60.06 \text{ g/mol})$$

$$v = 0.0721 \text{ g}$$

ดังนั้น จะต้องใช้ปริมาตรของ Urea (1 mmol) เท่ากับ 0.0721 กรัม

1.4. ต้องการเตรียม 1.0 มิลลิโมลของ 4-Bromobenzaldehyde ($M_w = 185.02$ g/mol, $n = 1.0$ mmol = 1 mmol)

จากสูตร

$$m = n \times M_w$$

จะได้ $m = (1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (185.02 \text{ g/mol})$

$$m = 0.1850 \text{ g}$$

ดังนั้น จะต้องใช้ปริมาตรของ 4-Bromobenzaldehyde (1 mmol) เท่ากับ 0.1850 กรัม

1.5. ต้องการเตรียม 1.0 มิลลิโมลของ 4-Chlorobenzaldehyde ($M_w = 140.57$ g/mol, $n = 1$ mmol)

จากสูตร

$$m = n \times M_w$$

จะได้ $m = (1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (140.57 \text{ g/mol})$

$$m = 0.1405 \text{ g}$$

ดังนั้น จะต้องใช้ปริมาตรของ 4-Chlorobenzaldehyde (1 mmol) เท่ากับ 0.1405 กรัม

1.6. ต้องการเตรียม 4-Dimethylaminobenzaldehyde 1.0 มิลลิโมล ($M_w = 149.19$ g/mol, $n = 1$ mmol)

จากสูตร

$$m = n \times M_w$$

จะได้ $m = (1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (149.19 \text{ g/mol})$

$$m = 0.1492 \text{ g}$$

ดังนั้น จะต้องใช้ปริมาตรของ 4-Dimethylaminobenzaldehyde (1 mmol) เท่ากับ 0.1492 กรัม

1.7 ต้องการเตรียม 4-Nirobenzaldehyde 1.0 มิลลิโมล ($M_w = 152.12 \text{ g/mol}$, $n = 1 \text{ mmol}$)

จากสูตร

$$m = n \times M_w$$

จะได้ $m = (1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (152.12 \text{ g/mol})$

$$m = 0.1521 \text{ g}$$

ดังนั้น จะต้องใช้ปริมาตรของ 4-Dimethylaminobenzaldehyde (1 mmol) เท่ากับ 0.1492 กรัม

1.8 ต้องการเตรียม 4-Methoxybenzaldehyde 1.0 มิลลิโมล ($M_w = 136.15 \text{ g/mol}$, $D = 1.119 \text{ g/ml}$, $n = 1 \text{ mmol}$)

จากสูตร

$$V = \frac{n \times M_w}{D}$$

จะได้ $V = \frac{(1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (136.15 \text{ g/mol})}{(1.119 \text{ g/ml})}$

$$v = 0.12 \text{ ml}$$

ดังนั้น จะต้องใช้ปริมาตรของ 4-Methoxybenzaldehyde (1 mmol) เท่ากับ 0.12 มิลลิลิตร

1.9 ต้องการเตรียม 4-Hydroxybenzaldehyde 1.0 มิลลิโมล ($M_w = 122.12 \text{ g/mol}$, $n = 1 \text{ mmol}$)

จากสูตร

$$m = n \times M_w$$

จะได้ $m = (1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (122.12 \text{ g/mol})$

$$m = 0.1221 \text{ g}$$

ดังนั้น จะต้องใช้ปริมาตรของ 4-Hydroxybenzaldehyde (1 mmol) เท่ากับ 0.1221 กรัม

2. การคำนวณหาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา

โดยเทียบกับเปอร์เซ็นต์molของสารตั้งต้น

2.1. ปฏิกิริยาที่มี Benzaldehyde เป็นสารตั้งต้น

น้ำหนักของ Benzaldehyde = $(1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (106.13 \text{ กรัม/mol})$

$$= 0.1061 \text{ กรัม (คิดเป็น 100 \%mol)}$$

ถ้าต้องการ $\text{SiO}_2/\text{FeCl}_3$ 10 %mol

$$\text{จะต้องชั่ง } \text{SiO}_2/\text{FeCl}_3 = 0.1061 \text{ กรัม} \times \frac{10}{100}$$

$$= 0.01061 \text{ กรัม}$$

ถ้าต้องการ $\text{SiO}_2/\text{FeCl}_3$ 20 %mol

$$\text{จะต้องชั่ง } \text{SiO}_2/\text{FeCl}_3 = 0.1061 \text{ กรัม} \times \frac{20}{100}$$

$$= 0.0212 \text{ กรัม}$$

ถ้าต้องการ $\text{SiO}_2/\text{FeCl}_3$ 30 %mol

$$\text{จะต้องชั่ง } \text{SiO}_2/\text{FeCl}_3 = 0.1061 \text{ กรัม} \times \frac{30}{100}$$

$$= 0.0318 \text{ กรัม}$$

ถ้าต้องการ $\text{SiO}_2/\text{FeCl}_3$ 30 %mol

$$\begin{aligned} \text{จะต้งซ้ } \text{SiO}_2/\text{FeCl}_3 &= 0.1061 \text{ กรัม} \times \frac{40}{100} \\ &= 0.0424 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

2.2 ปฏิกริยาที่มี 4-Bromobenzaldehyde 1 มิลลิโมล เป็นสารตั้งต้น

$$\begin{aligned} \text{น้ำหนักของ 4-Bromobenzaldehyde} &= (1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (185.02 \text{ g/mol}) \\ &= 0.1850 \text{ กรัม} \text{ **คิดเป็น 100 \%mol} \end{aligned}$$

ถ้าต้องการ $\text{SiO}_2/\text{FeCl}_3$ 10 %mol

$$\begin{aligned} \text{จะต้งซ้ } \text{SiO}_2/\text{FeCl}_3 &= 0.1850 \text{ กรัม} \times \frac{10 \text{ กรัม}}{100 \text{ กรัม}} \\ &= 0.0185 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

2.3 ปฏิกริยาที่มี 4-Chlorobenzaldehyde 1 มิลลิโมล เป็นสารตั้งต้น

$$\begin{aligned} \text{น้ำหนักของ 4-Chlorobenzaldehyde} &= (1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (140.57 \text{ g/mol}) \\ &= 0.1406 \text{ กรัม} \text{ **คิดเป็น 100 \%mol} \end{aligned}$$

ถ้าต้องการ $\text{SiO}_2/\text{FeCl}_3$ 10 %mol

$$\begin{aligned} \text{จะต้งซ้ } \text{SiO}_2/\text{FeCl}_3 &= 0.1406 \text{ กรัม} \times \frac{10 \text{ กรัม}}{100 \text{ กรัม}} \\ &= 0.0141 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

2.4 ปฏิกริยาที่มี 4-Dimethylaminobenzaldehyde 1 มิลลิโมล เป็นสารตั้งต้น

$$\begin{aligned} \text{น้ำหนักของ 4-Dimethylaminobenzaldehyde} &= (1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (149.19 \text{ g/mol}) \\ &= 0.1492 \text{ กรัม} \text{ **คิดเป็น 100 \%mol} \end{aligned}$$

ถ้าต้องการ $\text{SiO}_2/\text{FeCl}_3$ 10 %mol

$$\begin{aligned} \text{จะต้งซ้ } \text{SiO}_2/\text{FeCl}_3 &= 0.1492 \text{ กรัม} \times \frac{10 \text{ กรัม}}{100 \text{ กรัม}} \\ &= 0.0149 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

2.5 ปฏิกริยาที่มี 4-Hydroxybenzaldehyde 1 มิลลิโมล เป็นสารตั้งต้น

$$\begin{aligned} \text{น้ำหนักของ 4-Hydroxybenzaldehyde} &= (1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (122.12 \text{ g/mol}) \\ &= 0.1221 \text{ กรัม} \text{ **คิดเป็น 100 \%mol} \end{aligned}$$

ถ้าต้องการ $\text{SiO}_2/\text{FeCl}_3$ 10 %mol

$$\begin{aligned} \text{จะต้งซ้ } \text{SiO}_2/\text{FeCl}_3 &= 0.1221 \text{ กรัม} \times \frac{10 \text{ กรัม}}{100 \text{ กรัม}} \\ &= 0.0122 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

2.6 ปฏิกิริยาที่มี 4-Methoxybenzaldehyde 1 มิลลิโมล เป็นสารตั้งต้น

$$\begin{aligned} \text{น้ำหนักของ 4-Methoxybenzaldehyde} &= (1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (136.15 \text{ g/mol}) \\ &= 0.1362 \text{ กรัม} \text{ **คิดเป็น 100 \%mol} \end{aligned}$$

ถ้าต้องการ $\text{SiO}_2/\text{FeCl}_3$ 10 %mol

$$\begin{aligned} \text{จะต้งซ้ } \text{SiO}_2/\text{FeCl}_3 &= 0.1362 \text{ กรัม} \times \frac{10 \text{ กรัม}}{100 \text{ กรัม}} \\ &= 0.0136 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

2.7 ปฏิกิริยาที่มี 4-Nitrobenzaldehyde 1 มิลลิโมล เป็นสารตั้งต้น

$$\begin{aligned} \text{น้ำหนักของ 4-Nitrobenzaldehyde} &= (1 \times 10^{-3} \text{ mol}) \times (151.12 \text{ g/mol}) \\ &= 0.1511 \text{ กรัม} \text{ **คิดเป็น 100 \%mol} \end{aligned}$$

ถ้าต้องการ $\text{SiO}_2/\text{FeCl}_3$ 10 %mol

$$\begin{aligned} \text{จะต้งซ้ } \text{SiO}_2/\text{FeCl}_3 &= 0.1511 \text{ กรัม} \times \frac{10 \text{ กรัม}}{100 \text{ กรัม}} \\ &= 0.0151 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

3. การคำนวณเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ

80 – 90 °C

$$\text{จากสูตรคำนวณหาร้อยละผลผลิต} = \frac{\text{น้ำหนักสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง}}{\text{น้ำหนักสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากทฤษฎี}} \times 100$$

ตัวอย่างการคำนวณ

ใช้ Benzaldehyde และ Urea เป็นสารตั้งต้น

น้ำหนักผลผลิตที่ได้จากทฤษฎีเท่ากับ 0.2602 กรัม แล้วน้ำหนักผลผลิตที่ได้จากการทดลองเท่ากับ 0. กรัม

คำนวณหาร้อยละผลผลิต

$$\begin{aligned} \% \text{ Yield} &= \frac{\text{กรัม}}{0.2602 \text{ กรัม}} \times 100 \\ &= 84 \end{aligned}$$

ดังนั้น ร้อยละผลผลิตมีค่าเท่ากับ 84

ตาราง 20 การเตรียมสารอนุพันธ์ของเบนซัลดีไฮด์

สารอนุพันธ์	ปริมาณสาร (mol)	มวล โมเลกุล (g/mol)	ความหนาแน่น (g/ml)	ปริมาณสารที่คำนวณได้
Benzaldehyde	1.0×10^{-3}	106.12	1.04	0.10 ml
4-bromobenzaldehyde	1.0×10^{-3}	185.02	-	0.1850 g
4-Chlorobenzaldehyde	1.0×10^{-3}	140.57	-	0.1406 g
4-Dimethylaminobenzaldehyde	1.0×10^{-3}	149.19	-	0.1492 g
4-Hydroxybenzaldehyde	1.0×10^{-3}	122.12	-	0.1221 g
4-Methoxybenzaldehyde	1.0×10^{-3}	136.15	1.119	0.12 ml
4-Nitrobenzaldehyde	1.0×10^{-3}	151.12	-	0.1511 g

ตาราง 21 การเตรียมตัวตัวอย่างปฏิกิริยาของอนุพันธ์ (10 %mmol)

สารอนุพันธ์	มวลโมเลกุล (g/mol)	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา	
		mmol	g
สารตั้งต้น			
Benzaldehyde	106.12	10	0.0106
4-Bromobenzaldehyde	185.02	10	0.0185
4-Chlorobenzaldehyde	140.57	10	0.0141
4-Dimethylaminobenzaldehyde	149.19	10	0.0149
4-Hydroxybenzaldehyde	122.12	10	0.0122
4-Methoxybenzaldehyde	136.15	10	0.0136
4-Nitrobenzaldehyde	151.12	10	0.0151

ประวัติผู้ศึกษาวิจัย



ชื่อ - สกุล	นางสาวณัฐมณธน์ กิจชัยสกุลฤทธิ์
วันเดือนปีที่เกิด	10 ,มกราคม 2540
ประวัติการศึกษา	ระดับมัธยมศึกษาตอนต้น โรงเรียนหนองฉางวิทยา อำเภอ หนองฉาง จังหวัด อุทัยธานี ปีที่จบการศึกษา 2554 ระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนหนองฉางวิทยา อำเภอ หนองฉาง จังหวัด อุทัยธานี ปีที่จบการศึกษา 2557
ที่อยู่ปัจจุบัน	535 หมู่ 4 ตำบล เมืองการุ้ง อำเภอ บ้านไร่ จังหวัด อุทัยธานี
เบอร์ติดต่อ	089-7139489
อีเมลล์	kunnat_sudtirug@hotmail.com

ประวัติผู้ศึกษาวิจัย



ชื่อ - สกุล	นายอภิรักษ์ โชติทองกลาง
วันเดือนปีที่เกิด	23 สิงหาคม 2539
ประวัติการศึกษา	ระดับมัธยมศึกษาตอนต้น โรงเรียนนิภาศิริ อำเภอหนองกี่ จังหวัด บุรีรัมย์ ปีที่จบการศึกษา 2554 ระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนหนองกี่พิทยาคม อำเภอ หนองกี่ จังหวัด บุรีรัมย์ปีที่จบการศึกษา 2557
ที่อยู่ปัจจุบัน	24 หมู่ 2 ตำบล ท่าโพธิ์ชัย อำเภอ หนองกี่ จังหวัด บุรีรัมย์
เบอร์ติดต่อ	064-3345335
อีเมลล์	coconut24697@gmail.com

ประวัติผู้ศึกษาวิจัย



ชื่อ - สกุล	นางสาวนพวรรณ อินเดชะ
วันเดือนปีที่เกิด	16 ,กันยายน 2539
ประวัติการศึกษา	ระดับมัธยมศึกษาตอนต้น โรงเรียนพะเยาพิทยาคม อำเภอ เมือง จังหวัด พะเยา ปีที่จบการศึกษา 2554 ระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนสาธิตมหาวิทยาลัยพะเยา อำเภอ แม่กา จังหวัด พะเยา ปีที่จบการศึกษา 2557
ที่อยู่ปัจจุบัน	71 หมู่ 3 ตำบล ดอกคำใต้ อำเภอ ดอกคำใต้ จังหวัด พะเยา
เบอร์ติดต่อ	062-9180264
อีเมลล์	npwyok@hotmail.com