

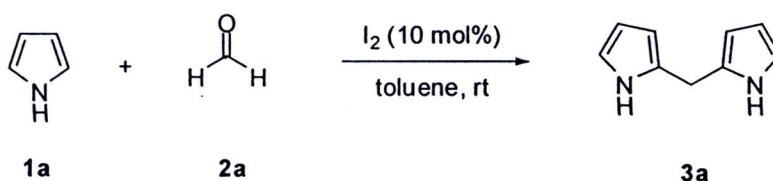
วิธีการทดลอง ผลการทดลองและข้อมูลของ NMR spectrum ของสารที่สังเคราะห์ได้

General procedure A

ชั่ง aldehyde (1 mmol) ใส่ในหลอดทดลอง จากนั้นเติม nucleophile (2.1 mmol) เติมตัวทำละลาย toluene หรือ น้ำ (1 mL) และไอโอดีน 10 mol % (0.0254 g) ปิดหลอดทดลองด้วย septum คนตลอดเวลาด้วยเครื่อง magnetic stirrer ที่อุณหภูมิห้อง ตรวจสอบปฏิกิริยาด้วย TLC โดยเปรียบเทียบกับ aldehyde และ nucleophile ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น เมื่อปฏิกิริยาลิ้นสุดเติมสารละลายอิ่มตัวของ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ เพื่อกำจัดไอโอดีน ทำการสกัดด้วยตัวทำละลาย CH_2Cl_2 (2×10 mL) ตามด้วยสารละลายอิ่มตัวของ NaHCO_3 (10 mL) น้ำ (10 mL) และสารละลายอิ่มตัวของ NaCl (10 mL) ตามลำดับ นำชั้น CH_2Cl_2 มาทำให้แห้งด้วย MgSO_4 anhydrous นำไประเหยตัวทำละลายด้วยเครื่อง rotary evaporator ได้ crude product

นำ crude product ที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์โดยใช้เทคนิค radial chromatography โดยใช้ตัวทำละลาย hexane (50 mL) ตามด้วย 5%, 10%, 20%, และ 30% EtOAc ใน hexane (ตัวทำละลายละ 50 mL) ตามลำดับ เพื่อแยกสารผลิตภัณฑ์ที่ต้องการออกมา นำ fraction ของผลิตภัณฑ์ที่แยกได้ไประเหยตัวทำละลายด้วยเครื่อง rotary evaporator จากนั้นทำให้แห้งด้วยเครื่อง vacuum pump

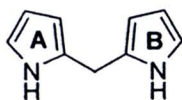
1. การสังเคราะห์ 1,1-bis-[2-(1*H*-pyrrole)] methane 3a จากปฏิกิริยา Friedel-Crafts alkylation ระหว่าง formaldehyde กับ pyrrole



วิธีการทดลอง

ทำการทดลองตาม General procedure A แต่ใช้ formaldehyde 0.0757 mL (1 mmol) ใส่ในหลอดทดลอง กับ N-pyrrole 0.1458 mL (2.1 mmol) เป็นสารตั้งต้น พบว่าได้ crude product มีน้ำหนัก 0.1174 g ซึ่งนำไปแยกสารผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค radial chromatography ได้ 1,1-bis-[2-(1*H*-pyrrole)] methane มีน้ำหนัก 0.1791 g (60 %) มีค่า $R_f = 0.70$ เมื่อใช้ 30 % EtOAc ใน hexane เป็นตัวเคลื่อนที่ ซึ่งเป็นผลการทดลองที่ใช้ 10 mol% I_2 ในตัวทำละลาย toluene 1 mL ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 45 นาที

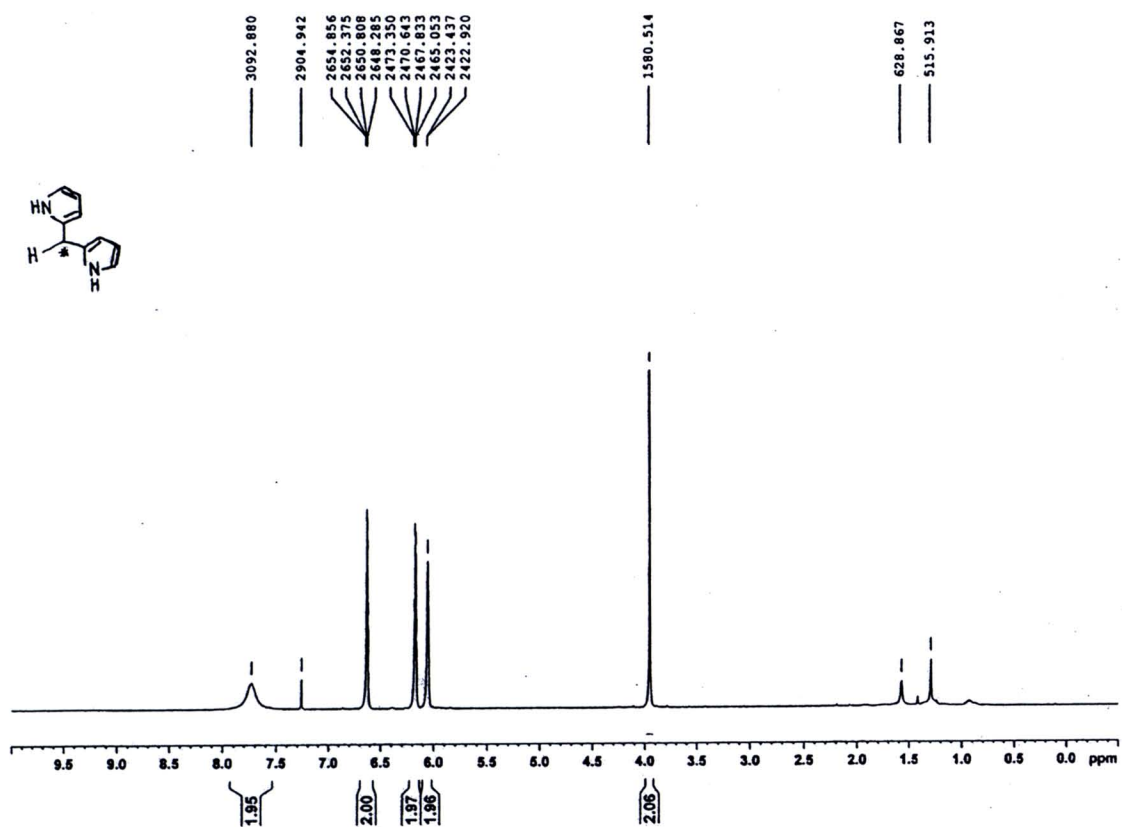
เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค NMR พบข้อมูลซึ่งแสดงได้ดังนี้



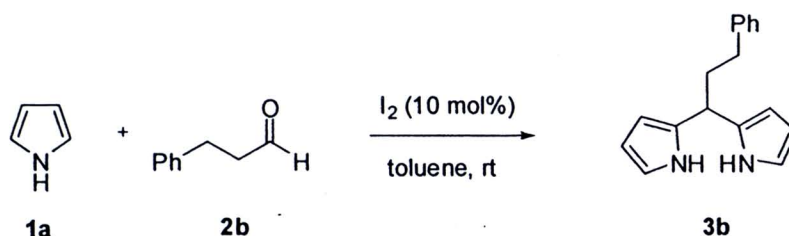
Compound 3a: 1,1-bis-[2-(1*H*-pyrrole)] methane

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): δ 7.73 (br s, 2H, 2 $\times$ NH), 6.63 (dd, 2H, J = 4.1 Hz, 2.5 Hz, CH ของวง aromatic A และ B), 6.17 (dd, 2H, J = 5.6 Hz, 2.7 Hz, CH ของวง aromatic A และ B), 6.06 (br d, 2H, J = 0.5 Hz, CH ของวง aromatic A และ B), 3.95 (s, 2H, CH_2)

$^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, CDCl_3): δ 129.1 (C), 117.4 (CH ของวง aromatic), 108.3 (CH ของวง pyrrole), 106.5 (CH ของวง pyrrole), 26.4 (CH_2)



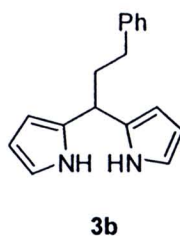
2. การสังเคราะห์ 1,1-bis-(2-pyrrolyl)-3-phenylpropane 3b จากปฏิกิริยา Friedel-Crafts alkylation ระหว่าง 3-phenylpropanal กับ pyrrole



วิธีการทดลอง

ทำการทดลองตาม General procedure A แต่ใช้ 3-phenylpropanal 0.1342 g (1 mmol) ใส่ในหลอดทดลอง กับ pyrrole 0.1341 g (2.0 mmol) เป็นสารตั้งต้น และใช้ไอโอดีน (0.0254 g, 0.1 mmol) ในตัวทำละลายโทลูอีน (1 mL) ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 18 ชั่วโมง พบว่าได้ crude product มีลักษณะเป็น oil สีน้ำตาล น้ำหนัก 1.6321 g ซึ่งนำไปแยกสารผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค radial chromatography ได้ 1,1-bis-(2-pyrrolyl)-3-phenylpropane มีลักษณะเป็น oil สีเหลือง น้ำหนัก 0.1226 g (49 %) มีค่า $R_f = 0.55$ เมื่อใช้ 30 % EtOAc ใน hexane เป็นเป็นตัวเคลื่อนที่

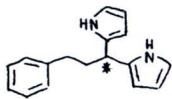
เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค NMR พบข้อมูลซึ่งแสดงได้ดังนี้



Compound 3b: 1,1-bis-(2-pyrrolyl)-3-phenyl propane

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.62 (s, br, 2H, 2xNH), 7.41-7.33 (m, 2H, ArH), 7.31-7.22 (m, 3H, ArH), 6.64-6.60 (m, 2H, 2H of pyrrole), 6.25 (dd, $J = 3.0, 1.9$ Hz, 2H, 2H of pyrrole), 6.20-6.16 (m, 2H, 2H of pyrrole), 3.99 (t, $J = 7.6$ Hz, 1H, $\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{Ph}$), 2.68 (t, br, $J = 7.7$ Hz, 2H, CH_2Ph), 2.37-2.28 (m, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Ph}$)

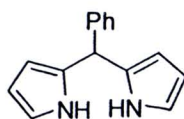
^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 142.0 (C), 133.3 (C), 128.6 (CH), 128.5 (CH), 126.0 (CH), 117.4 (CH), 108.1 (CH), 105.8 (CH), 36.9 ($\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{Ph}$), 36.0 (CH_2Ph), 33.6 ($\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Ph}$).



ทำการทดลองตาม General procedure A แต่ใช้ benzaldehyde 0.1061 g (1 mmol) ใส่ในหลอดทดลอง กับ pyrrole 0.1341 g (2.0 mmol) เป็นสารตั้งต้น และใช้ไอโอดีน (0.0254 g, 0.1 mmol) ในตัวทำละลายโทลูอีน (1 mL) ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง พบว่าได้ crude product มีลักษณะเป็น oil สีน้ำตาล น้ำหนัก 0.7890 g ซึ่งนำไปแยกสารผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค radial chromatography ได้ 1,1-bis-(2-pyrrolyl) phenyl methane มีลักษณะเป็น oil สีเหลือง น้ำหนัก 0.0977 g (44 %) มีค่า $R_f = 0.50$ เมื่อใช้ 30 % EtOAc ใน hexane เป็นตัวเคลื่อนที่

17

เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค NMR พบข้อมูลซึ่งแสดงได้ดังนี้

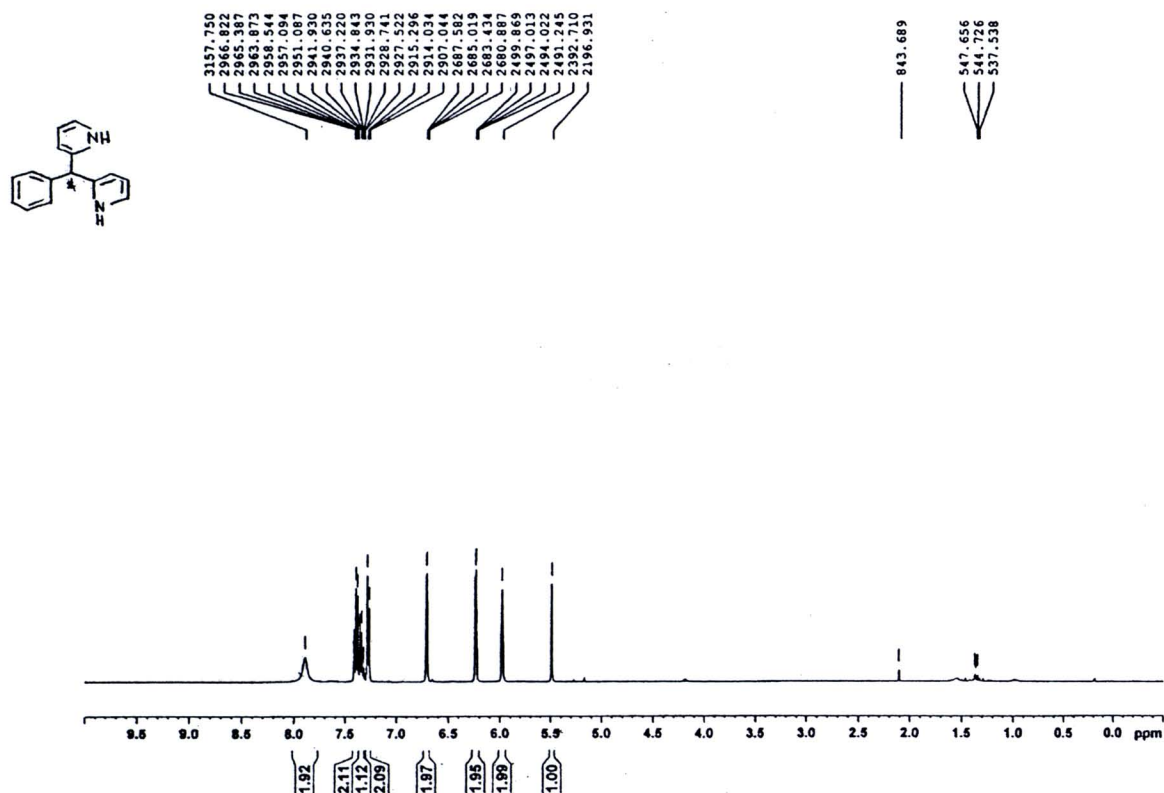


3c

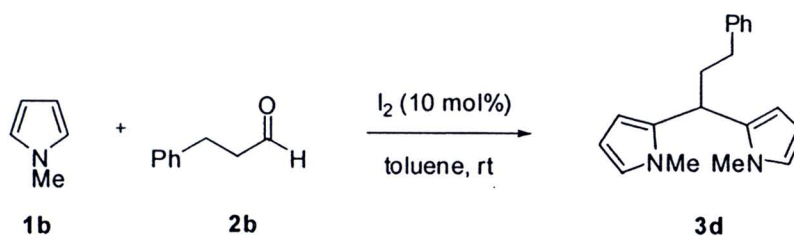
Compound 3c: 1,1-bis-(2-pyrrolyl) phenyl methane

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): δ 7.91 (s, br, 2H, 2 $\times$ NH), 7.40-7.26 (m, 5H, 5 $\times$ CH ของวง aromatic), 6.71 (d, J = 1.2 Hz, 2H, 2 $\times$ CH ของวง pyrrole), 6.23-6.21 (t, J = 2.61 Hz, 2H, 2 $\times$ CH ของวง pyrrole), 5.97 (s, 2H, 2 $\times$ CH ของวง pyrrole), 5.49 (s, 2H, CHPh)

$^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, CDCl_3): δ 142.2 (C), 132.6 (C), 128.7 (2 $\times$ CH ของวง aromatic), 128.5 (2 $\times$ CH ของวง aromatic), 127.0 (CH ของวง aromatic), 117.3 (2 $\times$ CH ของวง furan), 108.5 (2 $\times$ CH), 107.3 (2 $\times$ CH ของวง furan), 44.0 (CHPh)



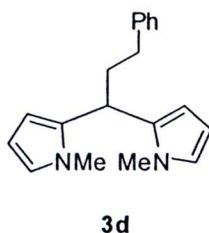
4. การสังเคราะห์ 1,1-bis-[2-(N-methylpyrrolyl)]-3-phenylpropane 3d จากปฏิกิริยา Friedel-Crafts alkylation ระหว่าง 3-phenylpropanal กับ N-methylpyrrole



วิธีการทดลอง

ทำการทดลองตาม General procedure A แต่ใช้ 3-phenylpropanal 0.1342 g (1 mmol) ใส่ในหลอดทดลอง กับ N-methylpyrrole 0.1621 g (2.0 mmol) เป็นสารตั้งต้น และใช้ไอโอดีน (0.0254 g, 0.1 mmol) ในตัวทำละลายโทลูอีน (1 mL) ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 18 ชั่วโมง พบว่าได้ crude product มีลักษณะเป็น oil สีน้ำตาล น้ำหนัก 1.7834 g ซึ่งนำไปแยกสารผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค radial chromatography ได้ 1,1-bis-[(2-(N-methylpyrrolyl)]-3-phenylpropane มีลักษณะเป็น oil สีเหลือง น้ำหนัก 0.1141 g (41 %) มีค่า $R_f = 0.67$ เมื่อใช้ 30 % EtOAc ใน hexane เป็นเป็นตัวเคลื่อนที่

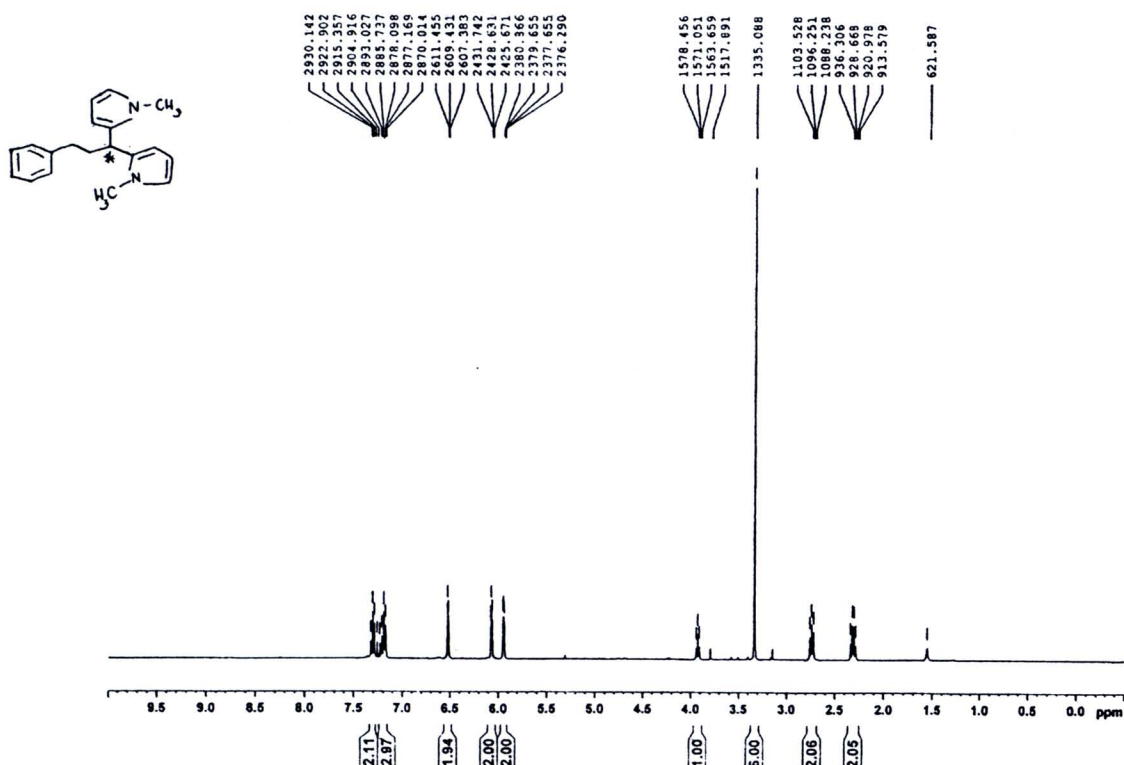
เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค NMR พบข้อมูลซึ่งแสดงได้ดังนี้



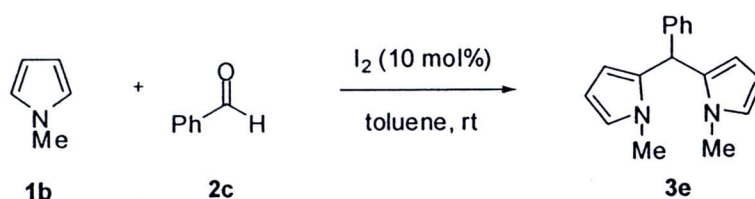
Compound 3d: 1,1-bis-[2-(N-methylpyrrolyl)]-3-phenyl propane

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.34-7.27 (m, 2H, ArH), 7.25-7.15 (m, 3H, ArH), 6.52 (t, $J = 2.0$ Hz, 2H, ArH), 6.07 (t, $J = 3.0$ Hz, 2H, ArH), 5.95 (dd, $J = 3.3, 1.3$ Hz, 2H, ArH), 3.93 (t, $J = 7.4$ Hz, 1H, $\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{Ph}$), 3.34 (s, 6H, $2 \times \text{CH}_3$), 2.77-2.71 (m, 2H, CH_2Ph), 2.35-2.27 (m, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Ph}$)

^{13}C NMR (100 MHz, CDCl_3): δ 142.0 (C), 133.7 (C), 128.6 (CH), 128.4 (CH), 125.9 (CH), 121.8 (CH), 106.9 (CH), 106.4 (CH), 36.2 (CH_2Ph), 34.8 ($\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{Ph}$), 33.9 ($\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Ph}$), 33.7 ($2 \times \text{CH}_3$); IR (Nujol-mull): ν_{max} 1603, 1492, 1455, 1297, 1267, 1089 cm^{-1} .



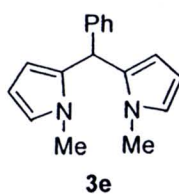
5. การสังเคราะห์ 1,1-bis[2-(N-methylpyrrolyl)] phenyl methane 3e จากปฏิกิริยา Friedel-Crafts alkylation ระหว่าง benzaldehyde กับ N-methylpyrrole ในตัวทำละลายโทลูอิน



วิธีการทดลอง

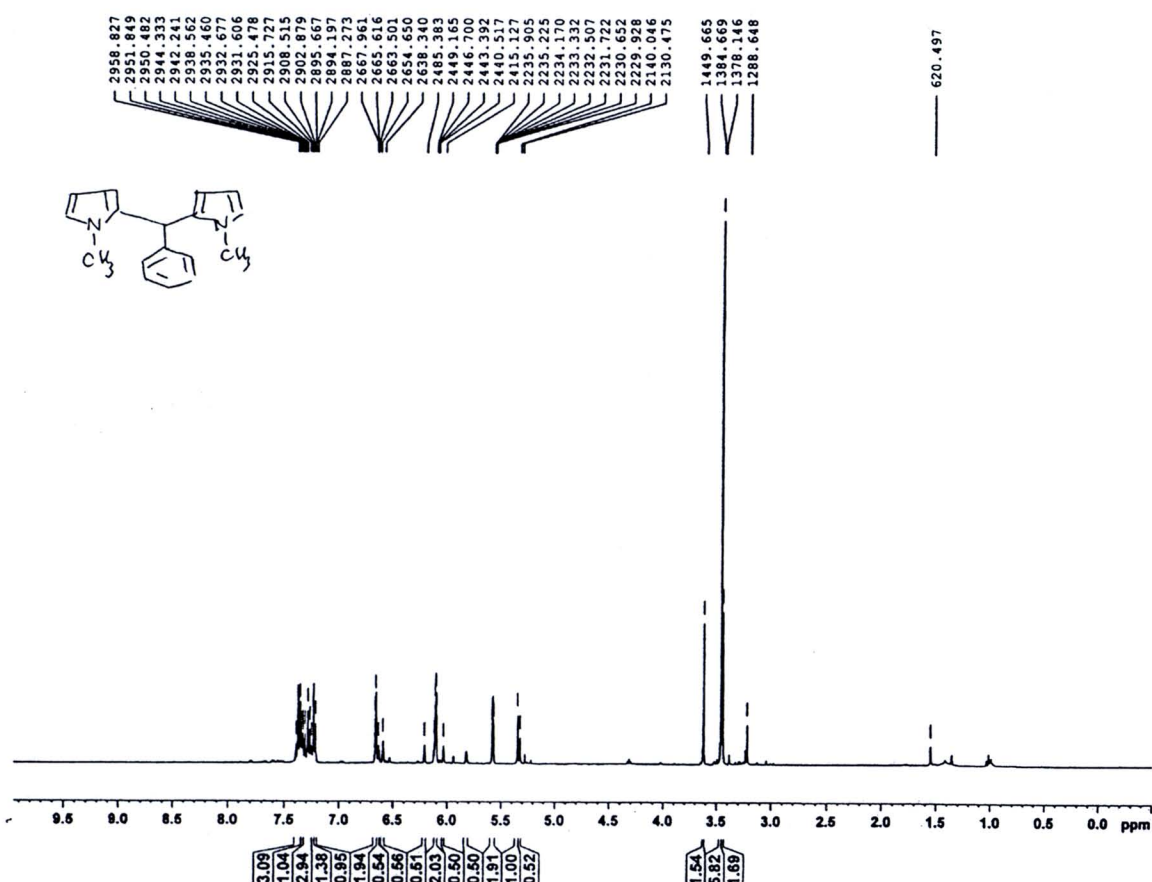
ทำการทดลองตาม General procedure A แต่ใช้ benzaldehyde 0.1061 g (1 mmol) ใส่ในหลอดทดลอง กับ N-methylpyrrole 0.1621 g (2.0 mmol) เป็นสารตั้งต้น และใช้ไอโอดีน (0.0254 g, 0.1 mmol) ในตัวทำละลายโทลูอิน (1 mL) ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 90 ชั่วโมง พบว่าได้ crude product มีลักษณะเป็น oil สีน้ำตาล น้ำหนัก 0.7890 g ซึ่งนำไปแยกสารผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค radial chromatography ได้ 1,1-bis[2-(N-methylpyrrolyl)] phenyl methane มีลักษณะเป็น oil สีเหลือง น้ำหนัก 0.2457 g (98 %) มีค่า $R_f = 0.54$ เมื่อใช้ 30 % EtOAc ใน hexane เป็นตัวเคลื่อนที่

เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค NMR พบข้อมูลซึ่งแสดงได้ดังนี้

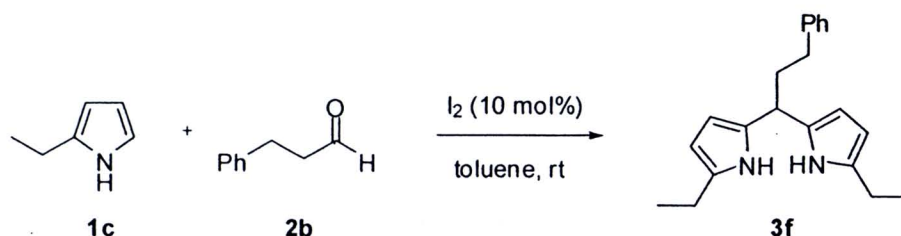


Compound 3e: 1,1-bis-[2-(N-methylpyrrolyl)] phenyl methane

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): δ 7.40-7.20 (m, 5H, 5 $\times$ CH ของวง phenyl), 6.66 (t, J = 2.5 Hz, 2H, 2 $\times$ CH ของวง pyrrole), 6.11 (dd, J = 3.5, 2.5 Hz, 2H, 2 $\times$ CH ของวง pyrrole), 5.58 (ddd, J = 3.5, 2.0, 0.5 Hz, 2H, 2 $\times$ CH ของวง pyrrole), 5.35 (s, 1H, CHPh), 3.46 (s, 6H, 2 $\times$ CH $_3$); $^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, CDCl_3): δ 141.3 (C), 133.6 (C), 128.8 (CH), 128.6 (CH), 128.4 (CH), 122.1 (CH), 109.0 (CH), 106.5 (CH), 42.0 (CHPh), 34.0 (CH $_3$).



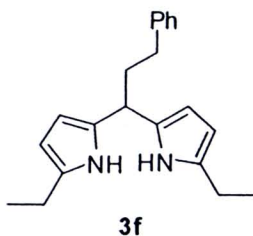
6. การสังเคราะห์ 1,1-bis-(2-(5-ethylpyrrolyl))-3-phenylpropane 3f จากปฏิกิริยา Friedel-Crafts alkylation ระหว่าง 3-phenylpropanal กับ pyrrole



วิธีการทดลอง

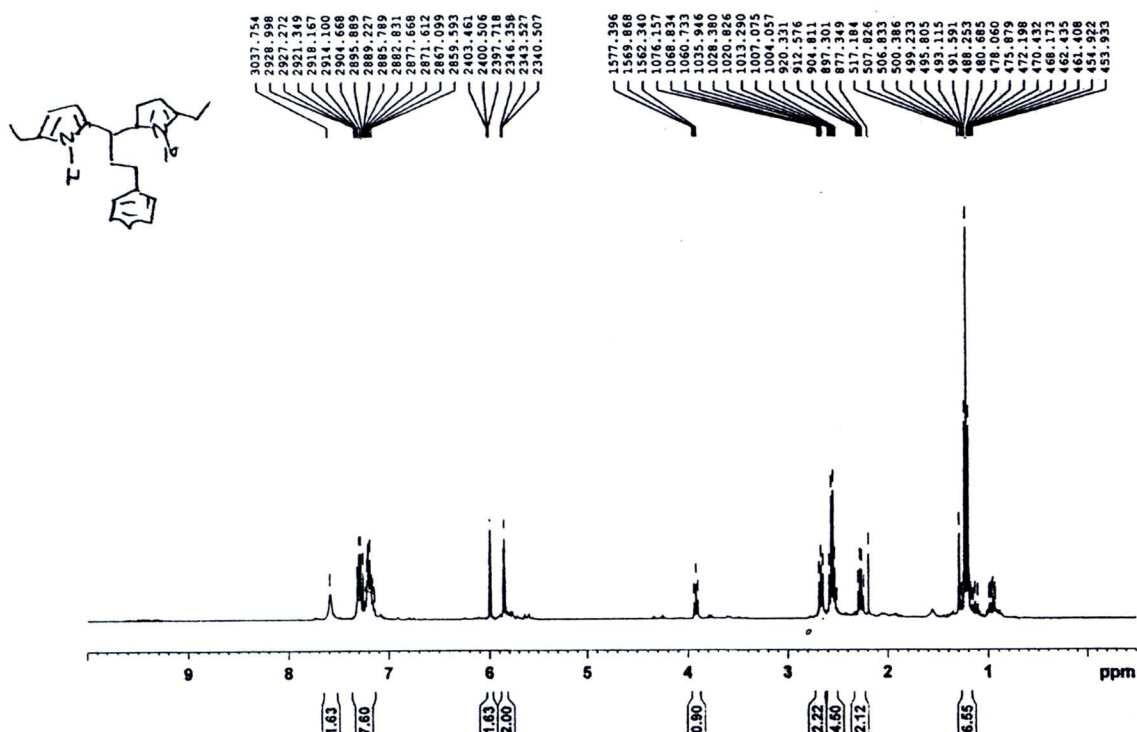
ทำการทดลองตาม General procedure A แต่ใช้ 3-phenylpropanal 0.1342 g (1 mmol) ใส่ในหลอดทดลอง กับ 2-ethylpyrrole 0.1943 g (2.0 mmol) เป็นสารตั้งต้น และใช้ไอโอดีน (0.0254 g, 0.1 mmol) ในตัวทำละลายโทลูอีน (1 mL) ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 62 ชั่วโมง พบว่าได้ crude product มีลักษณะเป็น oil สีน้ำตาล น้ำหนัก 0.6967 g ซึ่งนำไปแยกสารผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค radial chromatography ได้ 1,1-bis-(2-(5-ethylpyrrolyl))-3-phenylpropane มีลักษณะเป็น oil สีเหลือง น้ำหนัก 0.0500 g (16 %) มีค่า $R_f = 0.55$ เมื่อใช้ 30 % EtOAc ใน hexane เป็นเป็นตัวเคลื่อนที่

เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค NMR พบข้อมูลซึ่งแสดงได้ดังนี้

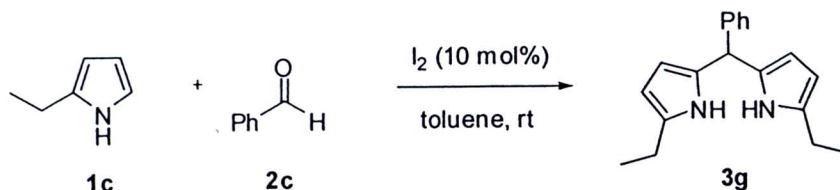


Compound 3f: 1,1-bis-(2-(5-ethylpyrrolyl))-3-phenylpropane

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3): δ 7.59 (s, br, 2H, 2xNH), 7.37-7.12 (m, 5H, ArH), 6.00 (t br, J = 2.9 Hz, 2H, 2H of pyrrole), 5.86 (t br, J = 2.9 Hz, 2H, 2H of pyrrole), 3.92 (t, J = 7.6 Hz, 1H, $\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{Ph}$), 2.67 (t, J = 7.6 Hz, 2H, CH_2Ph), 2.56 (q, J = 7.6 Hz, 4H, 2x CH_2CH_3), 2.27 (q, J = 7.6 Hz, 2H, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Ph}$), 1.22 (t, J = 7.6 Hz, 6H, 2x CH_2CH_3)



7. การสังเคราะห์ 1,1-bis(2-(5-ethylpyrrolyl)) phenyl methane 3g จากปฏิกิริยา Friedel-Crafts alkylation ระหว่าง benzaldehyde กับ pyrrole ในตัวทำละลายโทลูอีน

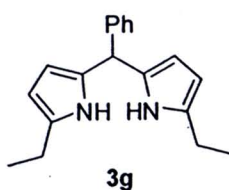


วิธีการทดลอง

ทำการทดลองตาม General procedure A แต่ใช้ benzaldehyde 0.1061 g (1 mmol) ใส่ในหลอดทดลอง กับ 2-ethylpyrrole 0.1943 g (2.0 mmol) เป็นสารตั้งต้น และใช้ไอโอดีน (0.0254 g, 0.1 mmol) ในตัวทำละลายโทลูอีน (1 mL) ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 0.92 ชั่วโมง พบว่าได้ crude product มีลักษณะเป็น oil สีน้ำตาล น้ำหนัก 0.6239 g ซึ่งนำไปแยกสารผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค radial chromatography ได้ 1,1-bis(2-(5-ethylpyrrolyl)) phenyl methane มีลักษณะเป็น oil สีเหลือง น้ำหนัก 0.0853 g (31 %) มีค่า $R_f = 0.50$ เมื่อใช้ 70 : 30 : 1 CH_2Cl_2 : hexane : MeOH เป็นตัวเคลื่อนที่

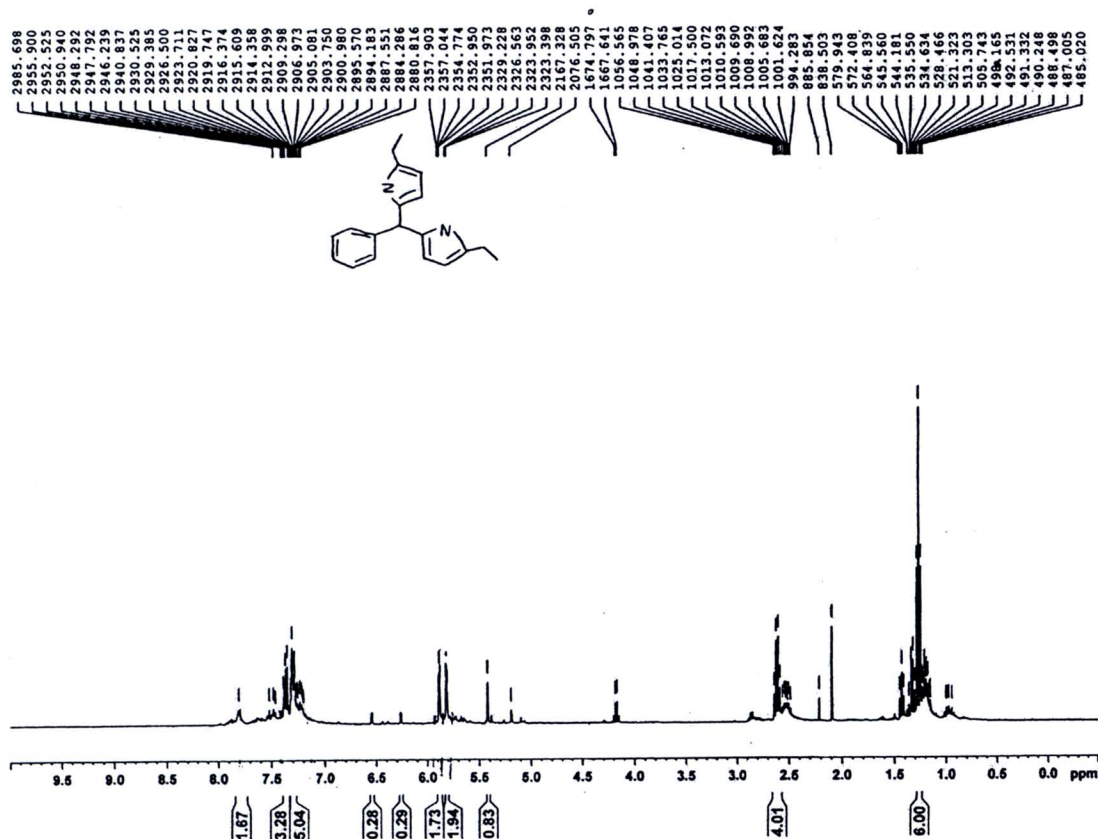


เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค NMR พบข้อมูลซึ่งแสดงได้ดังนี้

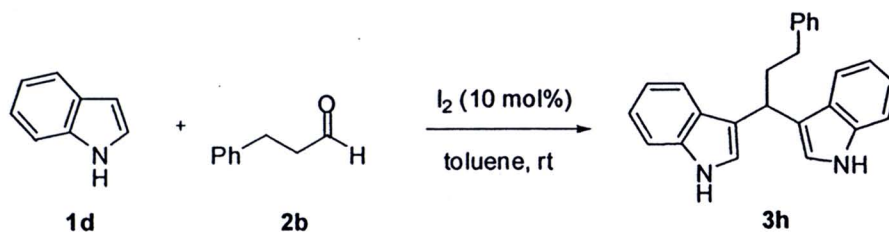


Compound 3g: 1,1-bis-(2-(5-ethylpyrrolyl)) phenyl methane

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): δ 7.80 (s, br, 2H, 2 $\times$ NH), 7.40-7.12 (m, 5H, 5 $\times$ CH ของวง aromatic), 5.96-5.89 (m, 2H, 2 $\times$ CH ของวง pyrrole), 5.88-5.78 (m, 2H, 2 $\times$ CH ของวง pyrrole), 5.42 (s, 1H, CHPh), 2.61 (q, $J = 7.7$ Hz, 4H, 2 $\times$ CH_2CH_3), 1.28 (t, $J = 7.7$ Hz, 6H, 2 $\times$ CH_2CH_3)



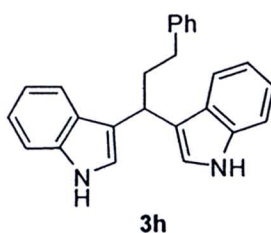
8. การสังเคราะห์ 1,1-bis-(3-indolyl)-3-phenylpropane 3h จากปฏิกิริยา Friedel-Crafts alkylation ระหว่าง 3-phenylpropanal กับ indole



วิธีการทดลอง

ทำการทดลองตาม General procedure A แต่ใช้ 3-phenylpropanal 0.1342 g (1 mmol) ใส่ในหลอดทดลอง กับ indole 0.2341 g (2.0 mmol) เป็นสารตั้งต้น และใช้ไอโอดีน (0.0254 g, 0.1 mmol) ในตัวทำละลายโทลูอีน (1 mL) ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 18 ชั่วโมง พบว่าได้ crude product มีลักษณะเป็น oil สีน้ำตาล น้ำหนัก 1.7875 g ซึ่งนำไปแยกสารผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค radial chromatography ได้ 1,1-bis-(3-indolyl)-3-phenylpropane มีลักษณะเป็น oil สีน้ำตาล น้ำหนัก 0.2906 g (83 %) มีค่า R_f = 0.50 เมื่อใช้ 20 % EtOAc ใน hexane เป็นตัวเคลื่อนที่

เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค NMR พบข้อมูลซึ่งแสดงได้ดังนี้

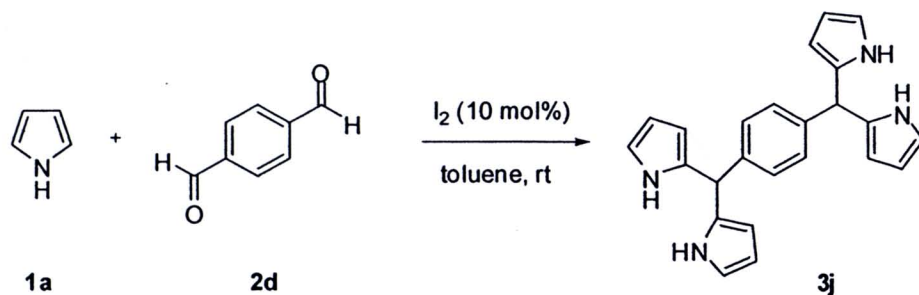


Compound 3h: 1,1-bis-(3-indolyl)-3-phenyl propane

¹H NMR (400 MHz, CDCl₃): δ 7.85 (s, 2H, 2×NH), 7.60 (d, J = 7.9 Hz, 2H, ArH), 7.38-7.29 (m, 4H, ArH), 7.27-7.17 (m, 5H, ArH), 7.13-7.05 (m, 2H, ArH), 7.01 (d, J = 2.1 Hz, 2H, ArH), 4.55 (t, J = 7.4 Hz, 1H, CHCH₂CH₂Ph), 2.82-2.72 (m, 2H, CH₂Ph), 2.65-2.54 (m, 2H, CH₂CH₂Ph)

¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 142.7 (C), 136.6 (C), 128.6 (CH), 128.3 (CH), 127.1 (C), 125.7 (CH), 121.8 (CH), 121.6 (CH), 120.1 (C), 119.7 (CH), 119.1 (CH), 111.1 (CH), 37.4 (CH₂Ph), 34.5 (CH₂CH₂Ph), 33.5 (CHCH₂CH₂Ph); IR (Nujol-mull): ν_{max} 3417, 1705, 1636, 1617, 1456, 1419, 1338, 1094, 1011, 742 cm⁻¹

9. การสังเคราะห์ 1,4-bis (di (1H-pyrrol-2-yl) methyl)benzene 3j จากปฏิกิริยา Friedel-Crafts alkylation ระหว่าง terephthalicardicarboxaldehyde กับ pyrrole



วิธีการทดลอง

ชั่ง terephthalicardicarboxaldehyde 0.1341 g (1 mmol) ใส่ในหลอดทดลอง จากนั้นเติม pyrrole 0.70 mL (10 mmol) เติมตัวทำละลาย toluene (1 mL) และเติม NbCl_5 20 mol % (0.0540g) ปิดหลอดทดลองด้วย septum คนตลอดเวลาด้วยเครื่อง magnetic stirrer ที่อุณหภูมิห้อง ตรวจสอบปฏิกิริยาด้วย TLC โดยเปรียบเทียบกับ terephthalicardicarboxaldehyde และ pyrrole ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น เมื่อปฏิกิริยาสิ้นสุดเติมสารละลายอิ่มตัวของ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ เพื่อกำจัดไอโอดีน ทำการสกัดด้วยตัวทำละลาย CH_2Cl_2 (2×10 mL) ตามด้วยสารละลายอิ่มตัวของ NaHCO_3 (10 mL) น้ำ (10 mL) และสารละลายอิ่มตัวของ NaCl (10 mL) ตามลำดับ นำชั้น CH_2Cl_2 มาทำให้แห้งด้วย MgSO_4 anhydrous นำไประเหยตัวทำละลายด้วยเครื่อง rotary evaporator ได้ crude product

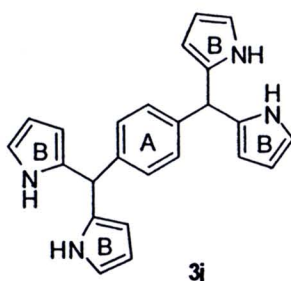
นำ crude product ที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์โดยใช้เทคนิค radial chromatography โดยใช้ตัวทำละลาย hexane (50 mL) ตามด้วย 5%, 10%, 20%, และ 30% EtOAc ใน hexane (ตัวทำละลายละ 50 mL) ตามลำดับ เพื่อแยกสารผลิตภัณฑ์ที่ต้องการออกมา นำ fraction ของผลิตภัณฑ์ที่แยกได้ไประเหยตัวทำละลายด้วยเครื่อง rotary evaporator จากนั้นทำให้แห้งด้วยเครื่อง vacuum pump พบว่า ได้ 1,4-bis (di (1H-pyrrol-2-yl) methyl)benzene (3j) ที่มีลักษณะเป็นน้ำมันสีเหลือง น้ำหนัก 0.0157 g (17%) มีค่า $R_f = 0.41$ เมื่อใช้ 50 % EtOAc ใน hexane เป็นตัวเคลื่อนที่ ซึ่งทำการทดลองเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เมื่อเปลี่ยนสภาวะการทดลองโดยใช้ เติมไอโอดีน 20 mol % (0.0508 g) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง พบว่า ได้ 1,4-bis (di (1H-pyrrol-2-yl) methyl)benzene (3j) น้ำหนัก 0.0060 g (7 %) ภายหลังจากทำการทดลองเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เมื่อเปลี่ยนสภาวะการทดลองโดยใช้ เติม NbCl_5 10 mol % (0.0270 g) เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง พบว่า ได้ 1,4-bis (di (1H-pyrrol-2-yl) methyl)benzene (3j) น้ำหนัก 0.0218 g (24 %) ภายหลังจากทำการทดลองเป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง

เมื่อเปลี่ยนสภาวะการทดลองโดยเติมตัวทำละลาย toluene 3 mL เติมไอโอดีน 10 mol % (0.0254 g) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้องพบว่าไม่เกิดผลิตภัณฑ์

เมื่อนำสารประกอบ 2 ไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค NMR พบข้อมูลซึ่งแสดงได้ดังนี้

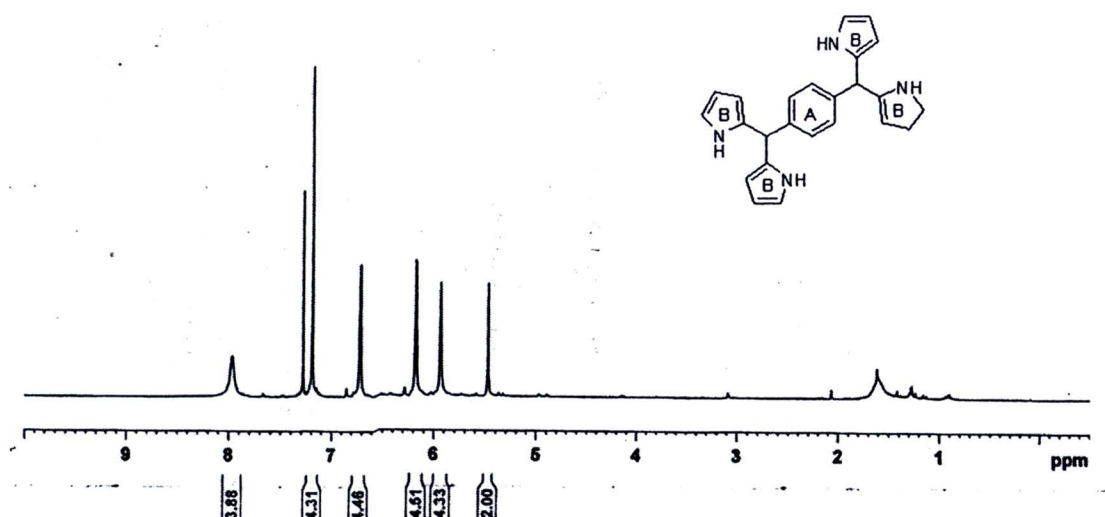
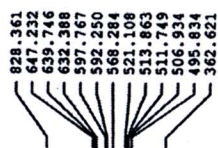
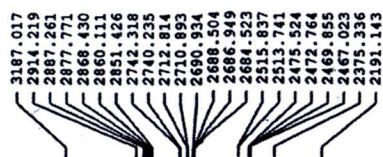


Compound 3j: 1, 4-bis (di (1H-pyrrol-2-yl) methyl)benzene

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): δ 7.97 (br s, 4H, 4 $\times$ NH), 7.22-7.17 (d, J = 9.42 Hz, 4H, 4 $\times$ CH ของวง pyrrole B), 6.73-6.71 (t, J = 2.43 Hz, 4H, 4 $\times$ CH ของวง pyrrole B), 6.19-6.17 (d, J = 2.8 Hz, 4H, 4 $\times$ CH ของวง pyrrole B), 5.94 (br s, 4H, 4 $\times$ CH ของวง aromatic A), 5.48 (s, 2H, CHPh)

$^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, CDCl_3): δ 140.8 (C), 132.4 (C), 128.6 (2 $\times$ CH ของวง aromatic), 117.3 (4 $\times$ CH ของวง furan), 108.5 (4 $\times$ CH ของวง furan), 107.2 (4 $\times$ CH ของวง furan), 43.7 (CHPh)

$^1\text{H NMR}$ 400 MHz RW-21-B1 in CDCl_3

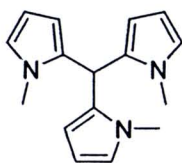


วิธีที่ 2. วิธีการใช้ Bi(OTf)₃ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

คนสารผสมของ pyrrole (0.07 mL, 1.0 mmol), triethyl orthoformate (0.17 mL, 1.0 mmol) and catalyst Bi(OTf)₃ (10 mol%, 0.0216 g) ในขวดทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้อง คนที่อุณหภูมิห้องจนปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ (ตรวจสอบโดย TLC) หยุดปฏิกิริยาด้วยการเติมสารละลาย NaHCO₃ (10 mL) ลงในสารผสม สกัดด้วย EtOAc (2x10 mL) ล้างชั้นสารอินทรีย์ด้วยน้ำเกลือ (10 mL) และทำให้แห้งด้วย Na₂SO₄ กรองและระเหยตัวทำละลายได้ส่วนสกัดหยาบ

ส่วนสกัดหยาบที่ได้ถูกนำไปแยกสารอนุพันธ์ของ prodigiosin ด้วยเครื่อง radial chromatography โดยใช้ระบบตัวทำละลาย 100%hexane-70% · EtOAc/hexane อนุพันธ์ของ prodigiosin ที่ได้นำไปตรวจสอบโครงสร้างด้วยวิธีทาง spectroscopy

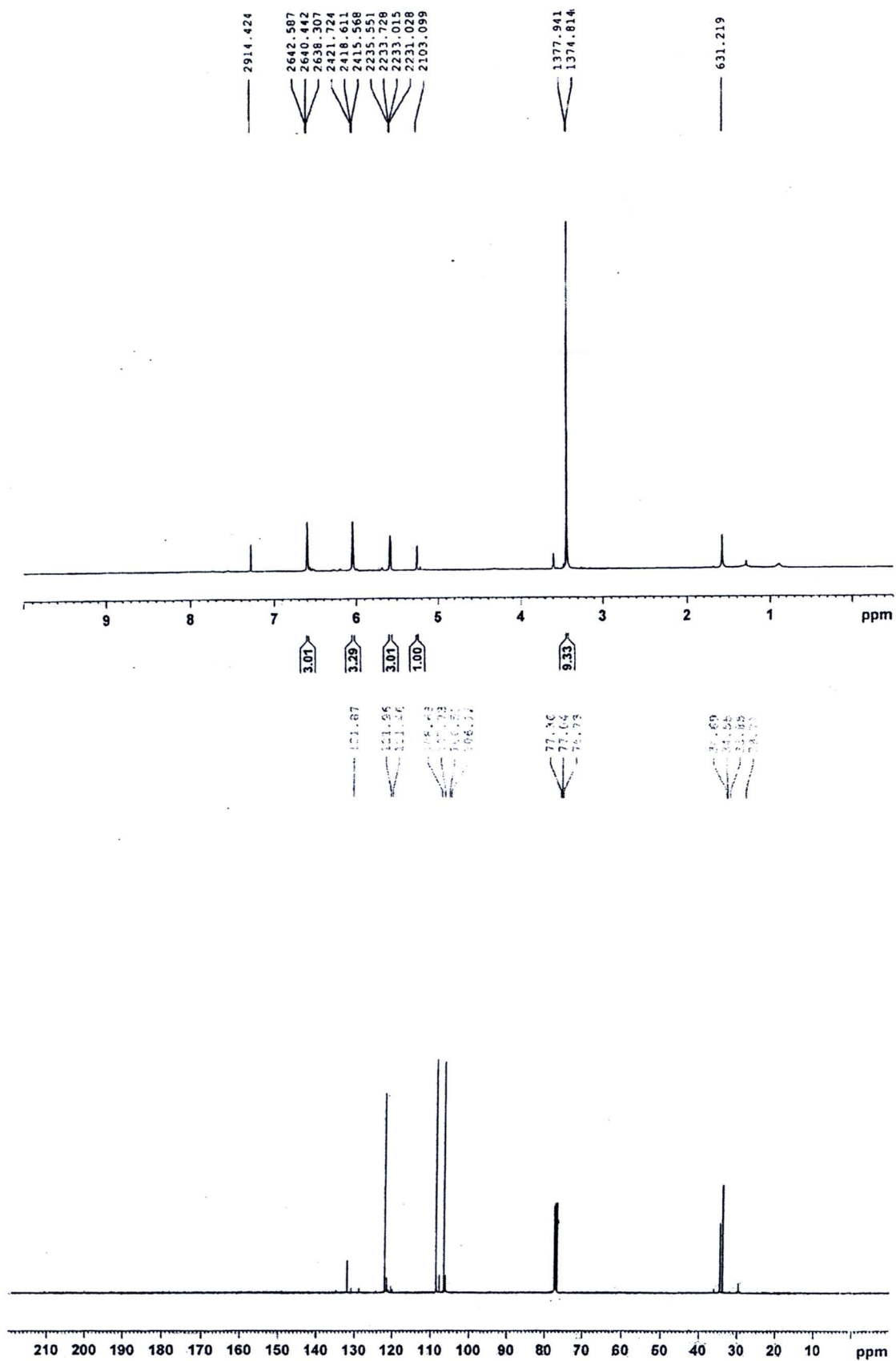
ที่ผู้วิจัยสามารถประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์สารอนุพันธ์ใหม่ของ prodigiosin ด้วยวิธี การใช้ Bi(OTf)₃ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จำนวน 4 ชนิด ดังแสดงต่อไปนี้

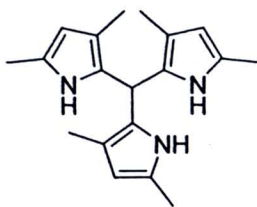


Compound 6b

¹H-NMR (400 MHz, CDCl₃) : δ 6.61(3H, t, J = 2.1 Hz, 3xCH ของวง pyrrole), 6.05(3H, t, J = 3.1 Hz, 3xCH ของวง pyrrole), 5.59(3H, t, J = 1.9 Hz, 3xCH ของวง pyrrole), 5.26(1H, s, 1xCH), 3.44(9H, s, 9xCH₃)

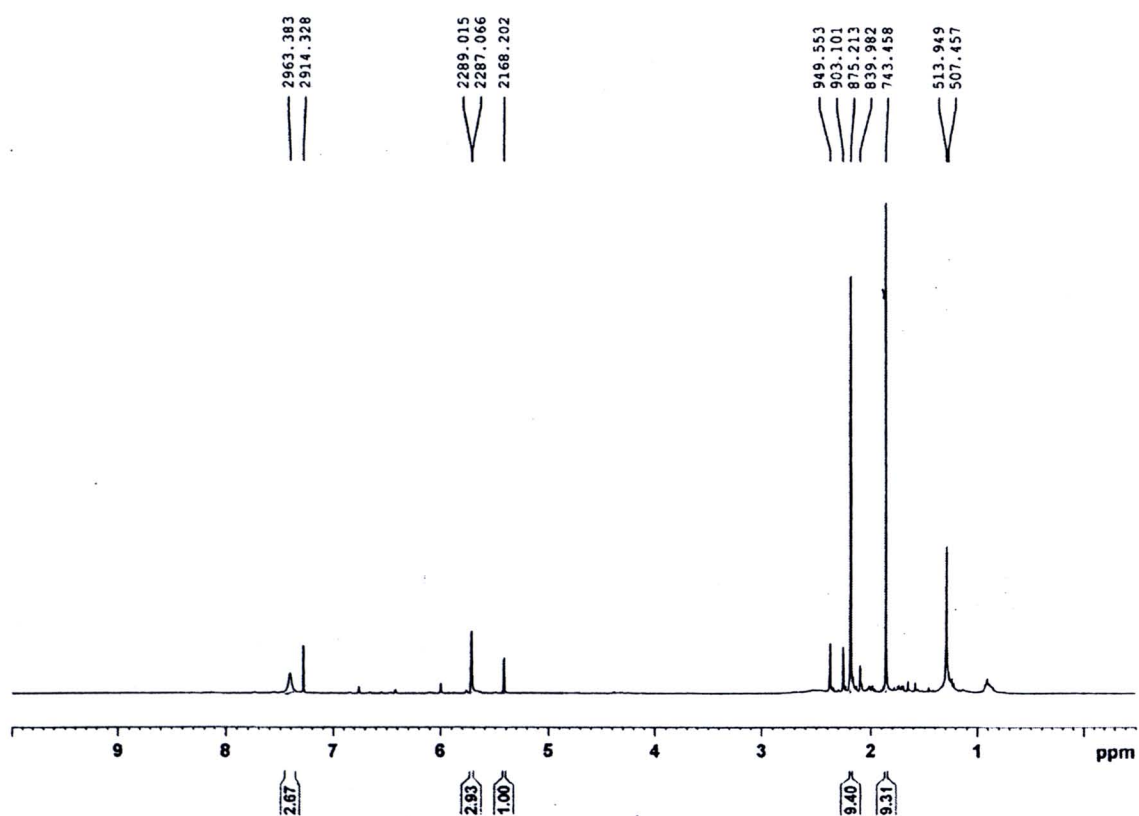
¹³C-NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 131.87(C), 121.96(C), 108.63(3xCH ของวง pyrrole), 106.51(3xCH ของวง pyrrole), 34.62(3xNCH₃), 33.85(1xCH)

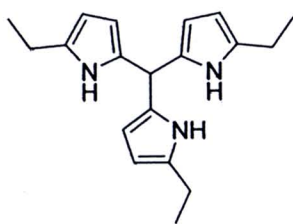




Compound 6c

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): δ 7.41(3H, brs, 3xNH ของวง pyrrole), 5.72(3H, d, $J = 1.9$ Hz, 3xCH ของวง pyrrole), 5.42(1H, s, 1xCH), 2.19(9H, s, 9x CH_3), 1.86(9H, s, 9x CH_3)

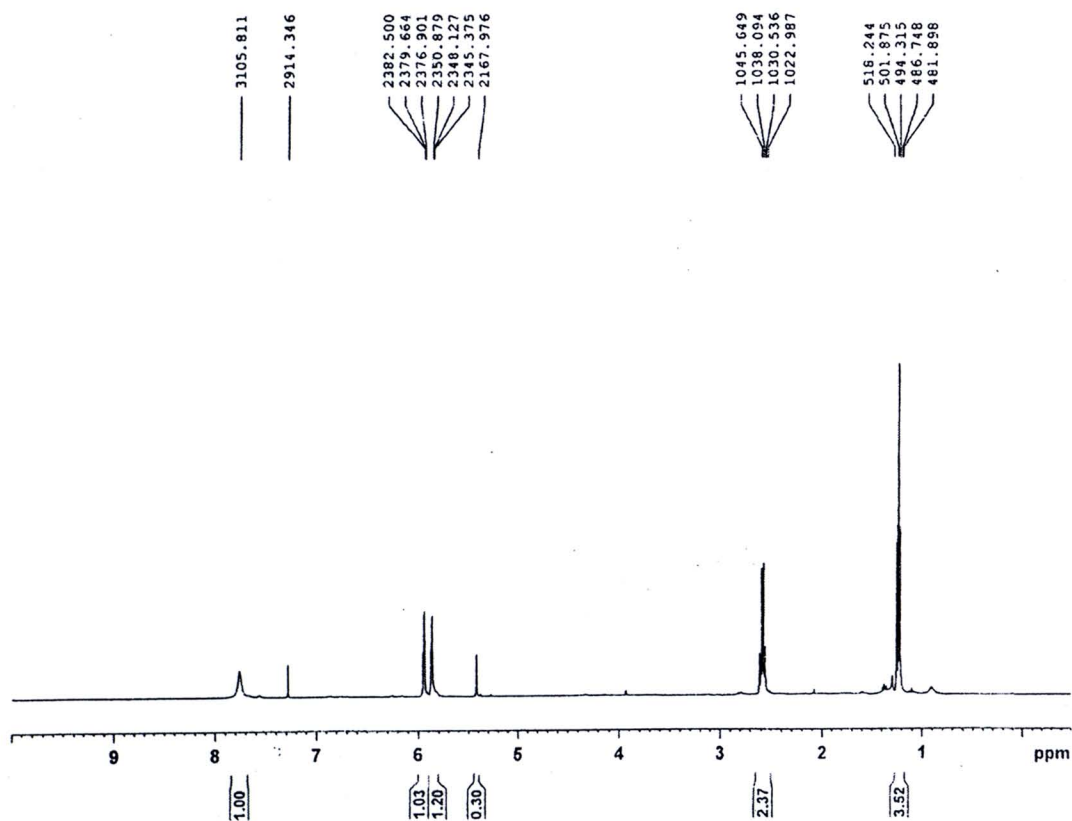


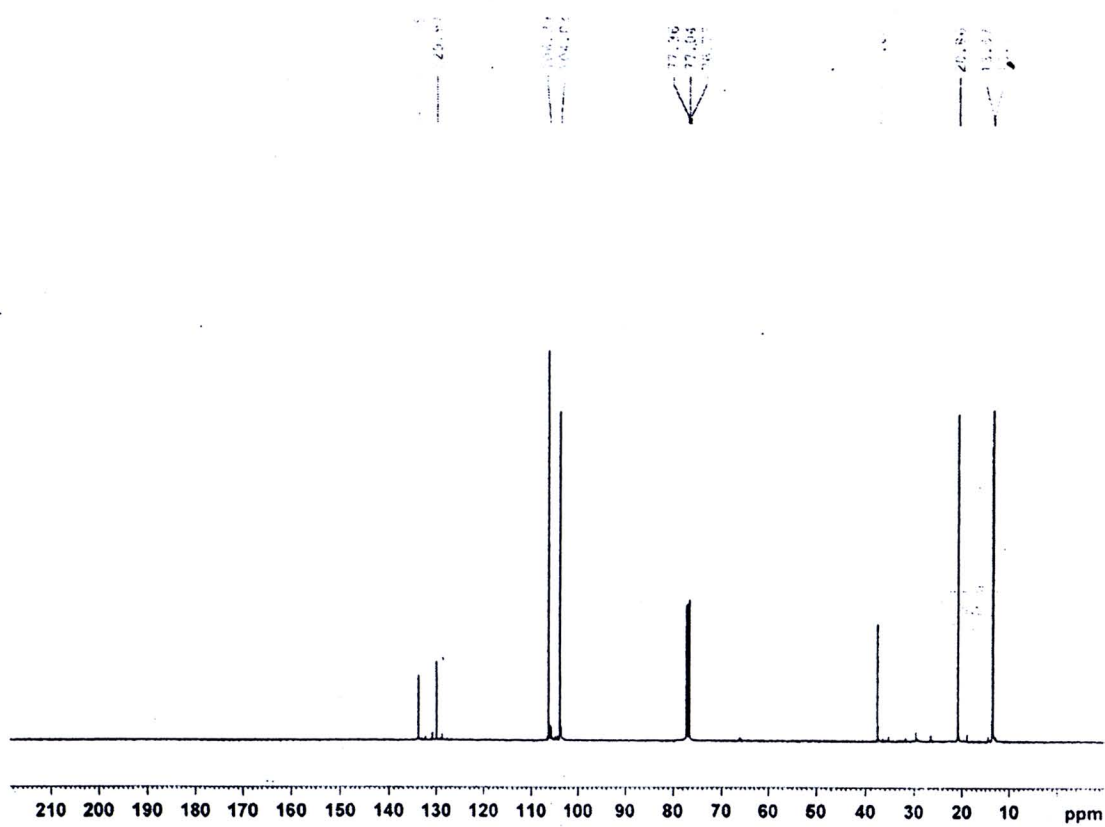


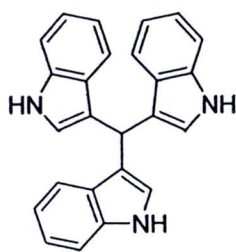
Compound 6d

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): δ 7.76(3H, brs, 3xNH ของวง pyrrole), 5.96(3H, t, $J=2.8$ Hz, 3xCH ของวง pyrrole), 5.88(3H, t, $J=2.8$ Hz, 3xCH ของวง pyrrole), 5.42(1H, s, 1xCH), 2.59(9H, q, $J=7.6$ Hz, 9x CH_2), 1.24(6H, t, $J=7.6$ Hz, 6x CH_3)

$^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, CDCl_3): δ 133.88(C), 129.97(C), 106.39(3xCH ของวง pyrrole), 104.03(3xCH ของวง pyrrole), 37.62(1xCH), 20.86(3x CH_2), 13.54(3x CH_3)







Compound 6e

$^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3): δ 7.91(3H, brs, 3xNH ของวง indole), 7.53(3H, d, $J=7.8$ Hz, 3xCH ของวง indole), 7.38(3H, d, $J=8.1$ Hz, 3xCH ของวง indole), 7.19(3H, t, $J=7.2$ Hz, 3xCH ของวง indole), 7.03(3H, t, $J=7.3$ Hz, 3xCH ของวง indole), 6.80(3H, brs, 3xCH ของวง indole), 6.20(1H, 1xCH)

