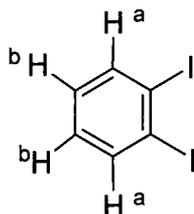


บทที่ 4

ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

ข้อมูลจากการทดลองในการเตรียมสารออร์โธ-ไดไอโอดobenซีน

การสังเคราะห์สารตั้งต้นออร์โธ-ไดไอโอดobenซีน โดยใช้สารไอโอดobenซีนทำปฏิกิริยากับไอโอดีนผ่านปฏิกิริยาไอโอดิเนชันที่มีไอโอดีนเพนทอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แสดงผลการสังเคราะห์ดังตารางที่ 3 ซึ่งมีข้อมูลจากการศึกษาสมบัติทางสเปกโทรสโคปี โดยใช้เครื่อง GC-MS และ NMR ได้ผลข้อมูลดังภาพที่ 42

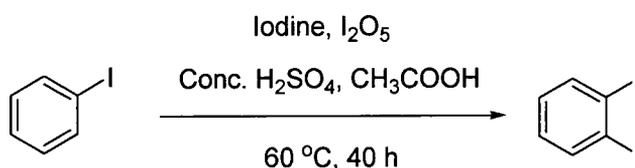


ภาพ 42 โครงสร้างของออร์โธ-ไดไอโอดobenซีน

ข้อมูลจากการศึกษาสมบัติทางสเปกโทรสโคปี โดยใช้เครื่อง EI-MS, NMR, FT-IR และ UV-vis ได้ผลข้อมูลดังนี้

1. $C_6H_4I_2$ (Yellow oil), b.p. 152 °C, 15 mmHg
2. EI-MS (m/z) 329.84 (M^+ , 100), 330.73 (6.5)
3. 1H -NMR ($CDCl_3/TMS$, 500 MHz) δ = 7.53 (d, 2H, H^a), 7.46 (d, 2H, H^b) ppm,
 ^{13}C -NMR ($CDCl_3/TMS$, 125 MHz) δ = 128.672, 102.76, 99.23 ppm

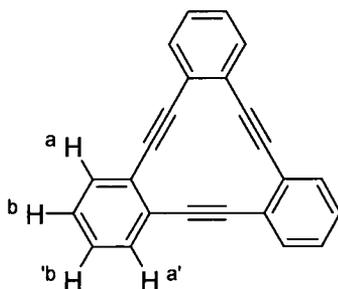
ตาราง 3 ผลการสังเคราะห์ออร์โธ-ไดไอโอดобенซีนจากปฏิกิริยาไอโอดิเนชันของไอโอดобенซีน



Entry	Starting material	I ₂ (mol)	solvent	Time (hrs)	Temp (°C)	yield (%)
1	iodobenzene	0.022	CH ₃ COOH	36	60	39.26

ข้อมูลจากการทดลองในการเตรียมสารแอนนูลิน โดยใช้ชุดปฏิกรณ์ทองแดง

1. จากการทดลอง โดยใช้ปฏิกิริยาไตรเมอไรเซชันซึ่งทำการทดลองในชุดปฏิกรณ์ทองแดง เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน โดยใช้สาร 1-เอทไธนิล-2-ไอโอดобенซีนเป็นสารตั้งต้น ใช้ไดเมทิลฟอร์มาไมด์เป็นตัวทำละลาย และคอปเปอร์ (I) ไอโอดิเดเป็นตัวเร่ง ไตรฟีนิลฟอสฟีนเป็นลิแกนด์ อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองคือ 60 °C, 80 °C, 100 °C และ 120 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากการทดลอง พบว่าที่อุณหภูมิ 80 °C เหมาะสมและเกิดสารไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน ร้อยละ 38.04 ดังแสดงผลการทดลองในตาราง 4 ซึ่งมีโครงสร้างของไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน ดังภาพ 43



ภาพ 43 โครงสร้างของไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน

ข้อมูลจากการศึกษาสมบัติทางสเปกโทรสโกปี โดยใช้เครื่อง EI-MS , NMR, FT-IR และ UV-vis ได้ผลข้อมูลดังนี้

1.1 C₂₄H₁₂ (Light yellow crystal), yield 36 %, m.p. 209-210 °C

1.2 EI-MS (m/z) = 300 (M⁺, 50), 272(23), 97(50), 81(22), 69(46), 55(100)

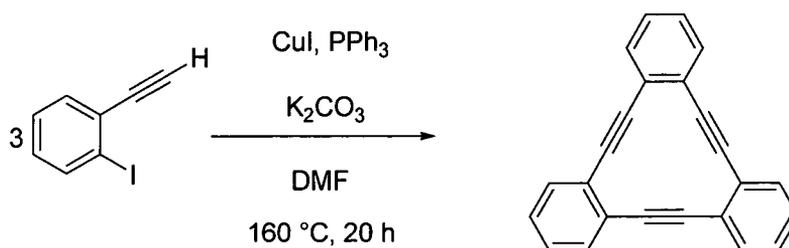
1.3 HRMS Calcd. for C₂₄H₁₂: 300.3593; Found: 300.3597

1.4 ¹H-NMR (CDCl₃/TMS, 500 MHz) δ = 7.347 (m, AA'BB', 6H, H^a), 7.184 (m, AA'BB', 6H, H^b) ppm, ¹³C-NMR (CDCl₃/TMS, 125 MHz) δ = 131.98, 128.50, 126.67, 92.84 ppm

1.5 FT-IR(Nujol): ν = 3059(Ar-H, st), 2217 (C≡C, st) cm⁻¹

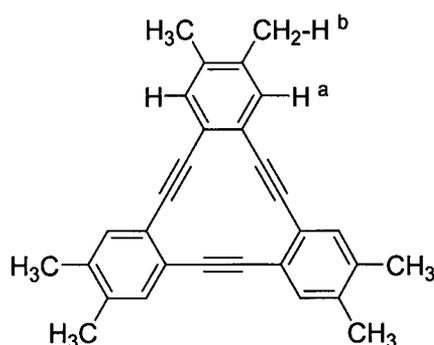
1.6 UV-vis (THF) λ_{max}(ε) = 258.0 (20,000), 264.5 (30,000), 273.5 (97,000), 281.0 (87,200), 290.5 (252,000) nm; (cyclohexane) λ_{max}(ε) = 258.5 (20,000), 265.5 (30,000), 273.5 (97,000), 281.0 (83,000), 290.5 (252,000) nm;

ตาราง 4 ผลการทดลองสภาวะที่เหมาะสมที่ทำให้เกิดไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12] แอนนูลิน โดยวิธีไตรเมโรไซเซชันในชุดปฏิกิริยาของแดง



Entry	Starting material	HC≡CH	solvent	Time (hrs)	Temp (°C)	yield (%)
1	1-ethynyl-2-iodobenzene	excess	DMF,NEt ₃	24	60	24.38
2	1-ethynyl-2-iodobenzene	excess	DMF,NEt ₃	24	80	38.04
3	1-ethynyl-2-iodobenzene	excess	DMF,NEt ₃	24	100	32.41
4	1-ethynyl-2-iodobenzene	excess	DMF,NEt ₃	24	120	17.74

2. การทดลองเพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารเฮกซะเมทิลไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร [12]แอนนูลิน โดยใช้สาร 1-เอทิล-2-ไอโอดอ-4,5-ไดเมทิลเบนซีนเป็นสารตั้งต้นใช้ สารไดเมทิลฟอร์มาไมด์และไตรเอทิลลามีนเป็นตัวทำละลาย และคอปเปอร์(I)ไอโอดอเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองคือ 60 °C, 80 °C, 120 °C และ 160 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากการทดลองพบว่า ที่อุณหภูมิ 160 °C เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสม และเกิดสารเฮกซะเมทิลไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร [12]แอนนูลิน ร้อยละ 14.03 ดังแสดงผลการทดลองในตาราง 5 โดยมีโครงสร้างของเฮกซะเมทิลไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลินดังภาพที่ 44



ภาพ 44 โครงสร้างของเฮกซะเมทิลไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน

ข้อมูลจากการศึกษาสมบัติทางสเปกโทรสโคปี โดยใช้เครื่อง NMR, FT-IR, UV-vis และ EI-MS ได้ผลข้อมูลดังนี้

2.1 $C_{30}H_{24}$ (Yellow Crystal), yield 34%; mp ca. 340 °C (decomp)

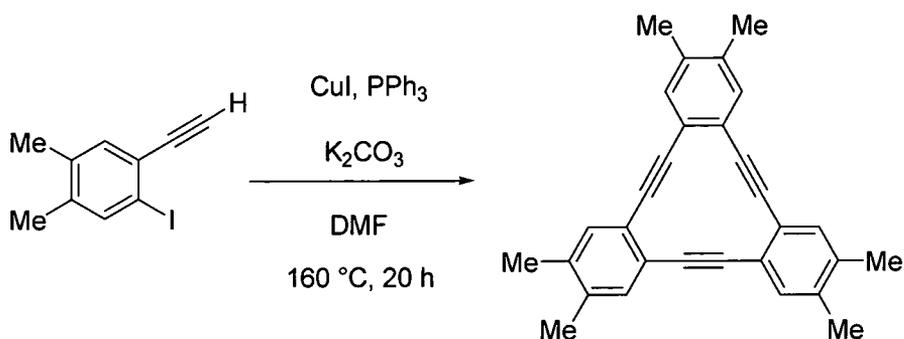
2.2 EI-MS(m/z)=384 (100, M^+), 192 (14);HRMS (EI): m/z calcd for $C_{30}H_{24}$: 384.1878; found 384.1832

2.3 1H NMR ($CDCl_3/TMS$, 500 MHz) δ = 2.21 (s, 18H, H^b), 7.10 (s, 6H, H^a), ^{13}C NMR ($CDCl_3/TMS$, 125 MHz) δ = 19.70, 92.42, 124.29, 133.15, 138.2 ppm

2.4 FT-IR(Nujol): ν = 3059(Ar-H, st), 2217 ($C\equiv C$, st) cm^{-1}

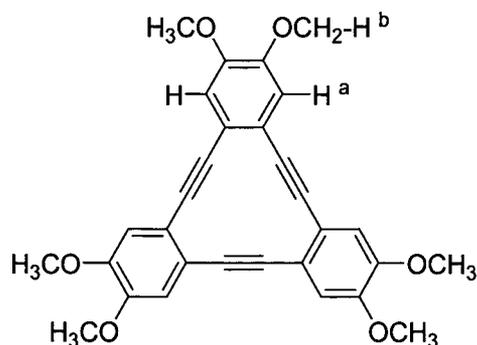
2.5 UV-vis (THF) $\lambda_{max}(\epsilon)$ = 258.0 (20,000), 264.5 (30,000), 273.5 (97,000), 281.0 (87,200), 290.5 (252,000) nm; (cyclohexane) $\lambda_{max}(\epsilon)$ = 258.5 (20,000), 265.5 (30,000), 273.5 (97,000), 281.0 (83,000), 290.5 (252,000)

ตาราง 5 ผลการทดลองสภาวะที่เหมาะสมที่ทำให้เกิดเฮกซะเมทิลไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12] แอนนูลิน โดยวิธี Copper-mediated aryl-alkynyl ในชุดปฏิบัติการทองแดง



Entry	Starting material	CuI mmol	solvent	Time (hrs)	Temp (°C)	yield (%)
1	1-ethynyl-2-iodo-4,5-dimethylbenzene	5	DMF,NEt ₃	20	60	2.09
2	1-ethynyl-2-iodo-4,5-dimethylbenzene	10	DMF	20	80	4.32
3	1-ethynyl-2-iodo-4,5-dimethylbenzene	10	DMF	20	120	8.17
4	1-ethynyl-2-iodo-4,5-dimethylbenzene	10	DMF	20	160	14.03

3. การทดลองเพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารเฮกซะเมทิลไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน โดยใช้ 1-เอทไทรนิล-2-ไอโอดอ-4,5-ไดเมทิลทอกซีเบนซีนเป็นสารตั้งต้นใช้สารไดเมทิลฟอร์มาไมด์ และไตรเอทิลลามีนเป็นตัวทำละลาย และคอปเปอร์ (I) ไอโอดอได์เป็นตัวเร่ง อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองคือ 80 °C, 120 °C และ 160 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากการทดลองพบว่าที่อุณหภูมิ 160 °C เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสม และเกิดสารเฮกซะเมทิลไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลินร้อยละ 16.42 ดังแสดงผลการทดลองในตาราง 6 โดยมีโครงสร้างของเฮกซะเมทิลไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลินดังภาพ 45



ภาพ 45 โครงสร้างของเฮกซะเมทอกซีไตรเบนโซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน

ข้อมูลจากการศึกษาสมบัติทางสเปกโทรสโคปี โดยใช้เครื่อง NMR, FT-IR, UV-vis และ EI-MS ได้ผลข้อมูลดังนี้ คือ

3.1 $C_{30}H_{24}O_6$ (Yellow Crystal), yield 4 %; mp > 250 °C;

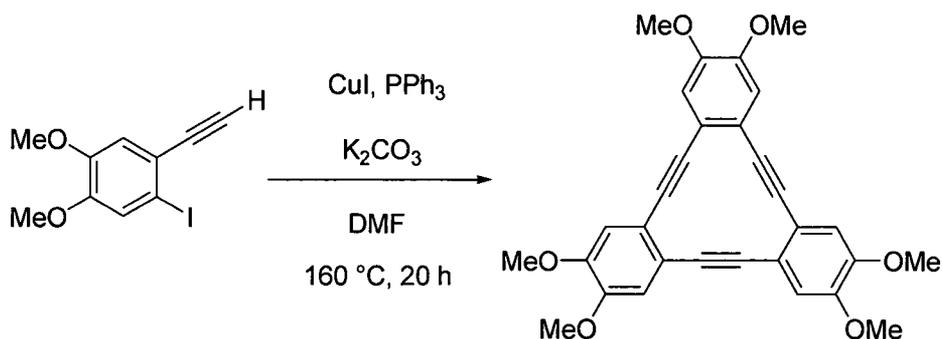
3.2 EI-MS (m/z) = 480 (100, M^+), 335 (13), 281 (5); HRMS (FAB): m/z calcd for $C_{30}H_{24}O_6$: 480.1573; found 480.1573

3.3 1H NMR ($CDCl_3/TMS$, 500 MHz) δ = 6.74 (s, 6H, H^a), 3.87 (s, 18H, H^b), ^{13}C NMR ($CDCl_3/TMS$, 125 MHz) δ = 149.06, 119.81, 113.78, 91.91, 55.89 ppm

3.4 FT-IR(Nujol): ν = 3059(Ar-H, st), 2217 ($C\equiv C$, st) cm^{-1}

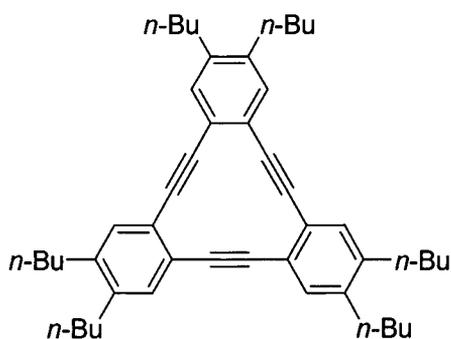
3.5 UV-vis (THF) $\lambda_{max}(\epsilon)$ = 258.0 (20,000), 264.5 (30,000), 273.5 (97,000), 281.0 (87,200), 290.5 (252,000) nm; (cyclohexane) $\lambda_{max}(\epsilon)$ = 258.5 (20,000), 265.5 (30,000), 273.5 (97,000), 281.0 (83,000), 290.5 (252,000) nm

ตาราง 6 ผลการทดลองสภาวะที่เหมาะสมที่ทำให้เกิดเฮกซะเมทอกซีไตรเบนไซเฮกซะไดไฮโดร[12]แอนนูลีน โดยวิธี Copper – mediated aryl – alkynyl ในชุดปฏิกิริยาของแดง



Entry	Starting material	CuI mmol	solvent	Time (hrs)	Temp (°C)	yield (%)
1	1-ethynyl-2-iodo-4,5-dimethoxybenzene	5	DMF, NEt ₃	20	60	1.21
2	1-ethynyl-2-iodo-4,5-dimethoxybenzene	10	DMF	20	80	5.62
3	1-ethynyl-2-iodo-4,5-dimethoxybenzene	10	DMF	20	120	5.97
4	1-ethynyl-2-iodo-4,5-dimethoxybenzene	10	DMF	20	160	16.42

4. การทดลองเพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารเฮกซะบิวทิลไตรเบนไซเฮกซะไดไฮโดร[12]แอนนูลีน โดยใช้ 4,5-ไดบิวทิล-1-เอทไธนิล-2-ไอโอดีเบนซีน เป็นสารตั้งต้น และใช้สารไดเมทิลฟอร์มาไมด์ และไตรเอทิลลามีนเป็นตัวทำละลาย ร่วมกับคอปเปอร์(I)ไอโอดีด์เป็นตัวเร่ง อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองคือ 80 °C, 120 °C และ 160 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากการทดลองพบว่าที่อุณหภูมิ 160 °C เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสม และเกิดสารเฮกซะเมทอกซีไตรเบนไซเฮกซะไดไฮโดร[12]แอนนูลีน ร้อยละ 26.48 ดังแสดงผลการทดลองในตาราง 7 โดยมีโครงสร้างของไตรบิวทิลเบนไซเฮกซะไดไฮโดร[12]แอนนูลีน ดังภาพ 46

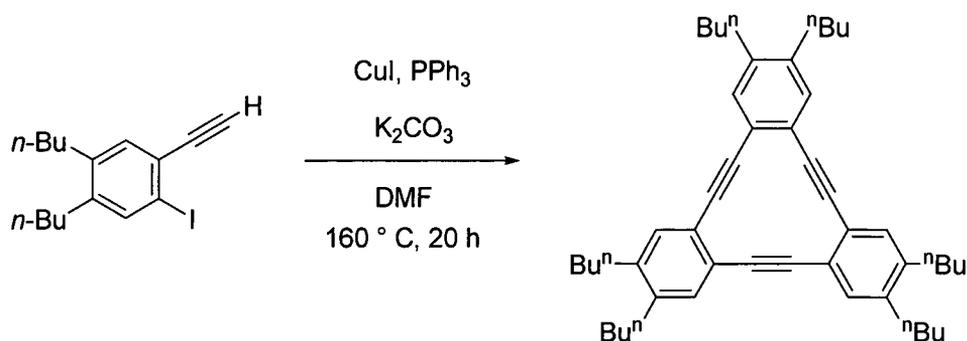


ภาพ 46 โครงสร้างของไตรบิวทิลเบนโซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลีน

ข้อมูลจากการศึกษาสมบัติทางสเปกโทรสโคปี โดยใช้เครื่อง NMR, FT-IR, UV-vis และ EI-MS ได้ผลข้อมูลดังนี้ คือ

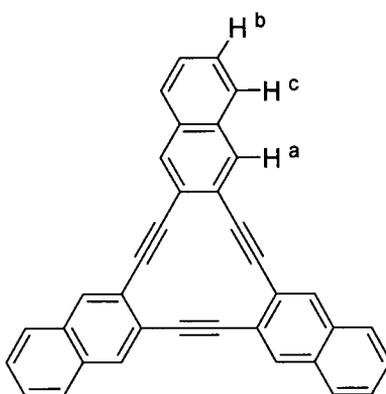
- 4.1 $C_{36}H_{18}$ (Light Green crystal), m.p. = 153-154 °C
- 4.2 EI-MS (m/z) = 636 (100, M^+), 551 (17), 318 (13).
- 4.3 HRMS (FAB): m/z calcd for $C_{48}H_{60}$: 636.4695; found 636.4687
- 4.4 1H -NMR ($CDCl_3$ / TMS, 500 MHz) δ = 7.11 (s, 6H), 2.52 (t, J = 7.9 Hz, 12H), 1.57-1.51 (m, 12H), 1.43-1.36 (m, 12H), 0.95 (t, J = 7.3 Hz, 18H) ppm, ^{13}C -NMR ($CDCl_3$ /TMS, 125 MHz) δ = 141.18, 132.33, 124.08, 92.18, 32.89, 32.05, 22.74, 14.00 ppm

ตาราง 7 ผลการทดลองสภาวะที่เหมาะสมที่ทำให้เกิดเฮกซะบิวทิลไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลีน โดยวิธี Copper – mediated aryl – alkynyl ซึ่งทำการทดลองในชุดปฏิกรณ์ทองแดง



Entry	Starting material	CuI mmol	solvent	Time (hrs)	Temp (°C)	yield (%)
1	1-ethynyl-2-iodo-4,5-dibutylbenzene	5	DMF,NEt ₃	20	60	1.21
2	1-ethynyl-2-iodo-4,5-dibutylbenzene	10	DMF	20	80	5.62
3	1-ethynyl-2-iodo-4,5-dibutylbenzene	10	DMF	20	120	28.97
4	1-ethynyl-2-iodo-4,5-dibutylbenzene	10	DMF	20	160	16.42

5. การทดลองเพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลีน โดยใช้อร์โธ-ไดไอโอดอเบนซีนและแก๊สอะเซทิลีนที่มากเกินพอเป็นสารตั้งต้น ใช้ไดเมทิลฟอร์มาไมด์และไตรเอทิลลามีนเป็นตัวทำละลาย และคอปเปอร์ (I) ไอโอไดด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองคือ 80 °C, 100 °C และ 120 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากการทดลองพบว่า ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสม และเกิดสารไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลีน ร้อยละ 11.05 ดังแสดงผลการทดลองในตาราง 8 โดยมีโครงสร้างของไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลีนดังภาพ 47



ภาพ 47 โครงสร้างของไตรแนพทาลีนโนเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลีน

ข้อมูลจากการศึกษาสมบัติทางสเปกโทรสโคปี โดยใช้เครื่อง NMR, FT-IR, UV-vis และ EI-MS ได้ผลข้อมูลดังนี้ คือ

5.1 $C_{36}H_{18}$ (Light colourless crystal), m.p. > 250 °C

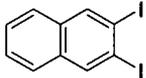
5.2 EI-MS (m/z) = 450 (M^+ , 100). HRMS shown Calcd. for $C_{36}H_{18}$: 450.4389; Found: 450.4376

5.3 1H -NMR ($CDCl_3$ / TMS, 500 MHz) δ = 8.13 (s, 6H, H^a), 7.50-7.52 (m, 6H, H^c), 7.79-7.81 (m, 6H, H^b) ppm, ^{13}C -NMR ($CDCl_3$ /TMS, 125 MHz) δ = 138.81, 132.74, 127.96, 127.84, 122.46, 91.08 ppm

5.4 FT-IR in Nujol ν = 3059 (Ar-H, st), 2217 ($C\equiv C$, st) cm^{-1}

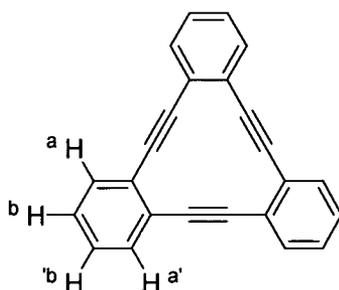
5.5 UV-vis in cyclohexane; $\lambda_{max}(\epsilon)$ = 260.5 (104,000), 265.5 (166,000), 273.5 (527,000), 281.0 (450,000), 290.5 (1,370,000) nm

ตาราง 8 ผลการทดลองสภาวะที่เหมาะสมที่ทำให้เกิดไตรแนพทาลีนโนเฮกซะดีไฮโดร [12]แอนนูลีน โดยวิธี Copper – mediated aryl – alkynyl ในชุดปฏิกิริยาของแดง

Run	 (mmol)	CuI (mmol)	PPh_3 (mmol)	K_2CO_3 (mmol)	DMF (mmol)	Time (h)	Temp. (°C)	Weight (mg)	Yield (%)
1	3.0	0.15	0.15	1.5	10.0	20	160	94.5	21

ข้อมูลจากการทดลองในการเตรียมสารแอนนูลิน ด้วยปฏิกิริยาควบซึ่งทำการทดลองในขวดทดลอง

1. จากการทดลอง โดยใช้ปฏิกิริยาโอลิโกเมอไรเซชันซึ่งทำการทดลองในขวดทดลอง เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน โดยใช้ ออร์โธ-ไดไอโอดีเบนซีนทำปฏิกิริยากับแก๊สอะเซทิลีนที่มากเกินไป ใช้ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ และไตรเอทิลลามีนเป็นตัวทำละลาย และคอปเปอร์ (I) ไอโอดีด์เป็นตัวเร่ง ไตรฟีนิลฟอสฟินเป็นลิแกนด์ อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองคือ 60 °C, 80 °C, 100 °C และ 120 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากการทดลอง พบว่าที่อุณหภูมิ 80°C เหมาะสมและเกิดสารไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน ร้อยละ 38.04 ดังแสดงผลการทดลองในตาราง 9 ซึ่งมีโครงสร้างของไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน ดังภาพ 48



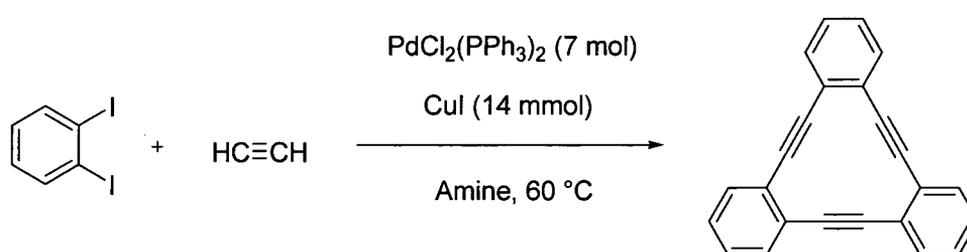
ภาพ 48 โครงสร้างของไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน

ข้อมูลจากการศึกษาสมบัติทางสเปกโทรสโคปี โดยใช้เครื่อง EI-MS, NMR, FT-IR และ UV-vis ได้ผลข้อมูลดังนี้

- 1.1 C₂₄H₁₂ (Light yellow crystal), yield 36 %, m.p. 209-210 °C
- 1.2 EI-MS (m/z) = 300 (M⁺, 50), 272(23), 97(50), 81(22), 69(46), 55(100)
- 1.3 HRMS Calcd. for C₂₄H₁₂: 300.3593; Found: 300.3597
- 1.4 ¹H-NMR (CDCl₃/TMS, 500 MHz) δ = 7.347 (m, AA'BB', 6H, H^a), 7.184 (m, AA'BB', 6H, H^b) ppm, ¹³C-NMR (CDCl₃/TMS, 125 MHz) δ = 131.98, 128.50, 126.67, 92.84 ppm
- 1.5 FT-IR(Nujol): ν = 3059(Ar-H, st), 2217 (C≡C, st) cm⁻¹

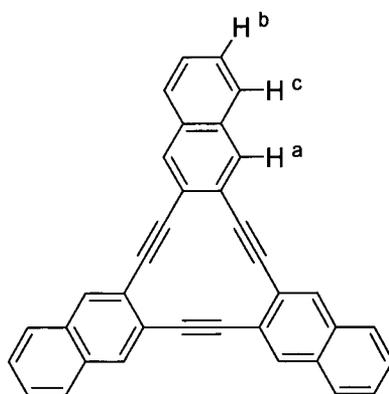
1.6 UV-vis (THF) $\lambda_{\max}(\epsilon) = 258.0 (20,000), 264.5 (30,000), 273.5 (97,000), 281.0 (87,200), 290.5 (252,000) \text{ nm}$; (cyclohexane) $\lambda_{\max}(\epsilon) = 258.5 (20,000), 265.5 (30,000), 273.5 (97,000), 281.0 (83,000), 290.5 (252,000) \text{ nm}$;

ตาราง 9 ผลการทดลองสภาวะที่เหมาะสมที่ทำให้เกิดไตรเบนโซเฮกซะดีไฮโดร[12] แอนนูลีน โดยวิธีโพลิโกเมอไรเซชันในขวดทดลอง



Entry	Starting material	HC≡CH	Solvent	Temp. (°C)	Time (h)	Yield (%)
1	o-diodobenzene	excess	DMF	60	22	37
2	o-diodobenzene	excess	DMF	40	22	38

2. การทดลองเพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารไตรแนพทาไลน์โนเฮกซะดีไฮโดร [12]แอนนูลีน โดยใช้อร์โธ-ไดไอโอดีนแนพทาไลน์และแก๊สอะเซทิลีนที่มากเกินพอเป็นสารตั้งต้น ใช้ไดเมทิลฟอร์มาไมด์และไตรเอทิลลามีนเป็นตัวทำละลาย และคอปเปอร์ (I) ไอโอไดด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองคือ 80 °C, 100 °C และ 120 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากการทดลองพบว่า ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสม และเกิดสารไตรแนพทาไลน์โนเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลีน ร้อยละ 11.05 ดังแสดงผลการทดลองในตาราง 10 โดยมีโครงสร้างของไตรแนพทาไลน์โนเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลีนดังภาพ 49



ภาพ 49 โครงสร้างของไตรแทนพทาลินโนเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน

ข้อมูลจากการศึกษาสมบัติทางสเปกโทรสโคปี โดยใช้เครื่อง NMR, FT-IR, UV-vis และ EI-MS ได้ผลข้อมูลดังนี้ คือ

2.1 $C_{36}H_{18}$ (Light colourless crystal), m.p. > 250 °C

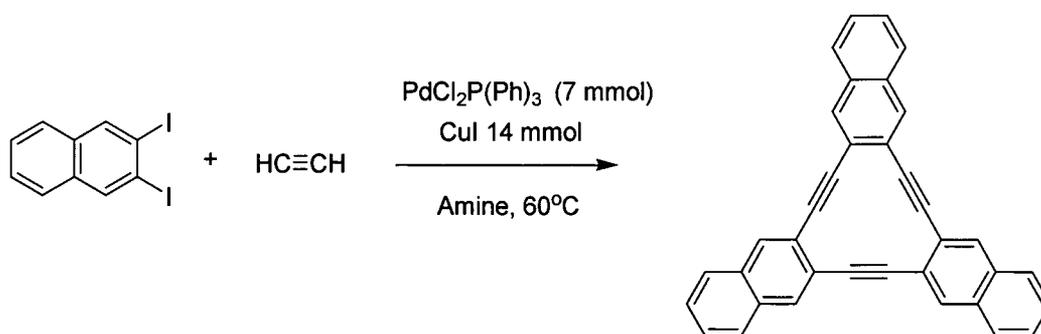
2.2 EI-MS (m/z) = 450 (M^+ , 100). HRMS shown Calcd. for $C_{36}H_{18}$: 450.4389; Found: 450.4376

2.3 1H -NMR ($CDCl_3$ / TMS, 500 MHz) δ = 8.13 (s, 6H, H^a), 7.50-7.52 (m, 6H, H^c), 7.79-7.81 (m, 6H, H^b) ppm, ^{13}C -NMR ($CDCl_3$ /TMS, 125 MHz) δ = 138.81, 132.74, 127.96, 127.84, 122.46, 91.08 ppm

2.4 FT-IR in Nujol ν = 3059 (Ar-H, st), 2217 ($C\equiv C$, st) cm^{-1}

2.5 UV-vis in cyclohexane; $\lambda_{max}(\epsilon)$ = 260.5 (104,000), 265.5 (166,000), 273.5 (527,000), 281.0 (450,000), 290.5 (1,370,000) nm

ตาราง 10 ผลการทดลองสภาวะที่เหมาะสมที่ทำให้เกิดไตรเนฟทาลีนโนเฮกซะดีไฮโดร[12] แอนนูลีน โดยวิธีโพลิโกเมอไรเซชันในขวดทดลอง



Entry	Starting material	$\text{HC}\equiv\text{CH}$	solvent	Time (hrs)	Temp ($^\circ\text{C}$)	yield (%)
1	<i>o</i> -diiodonaphthalene	excess	DMF, NEt_3	24	80	11.05
2	<i>o</i> -diiodonaphthalene	excess	DMF, NEt_3	24	100	8.12
3	<i>o</i> -diiodonaphthalene	excess	DMF, NEt_3	24	120	7.27