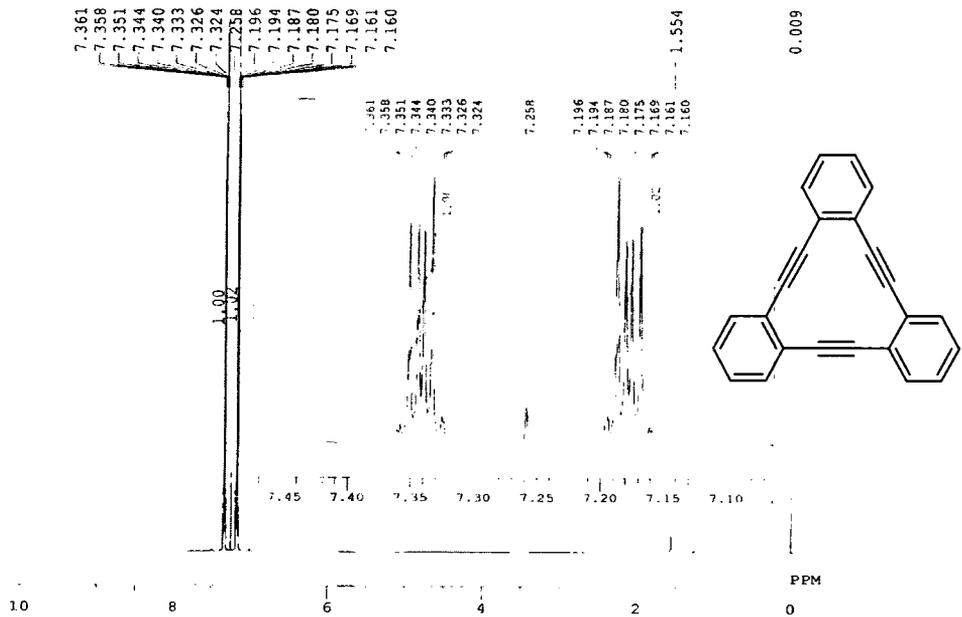
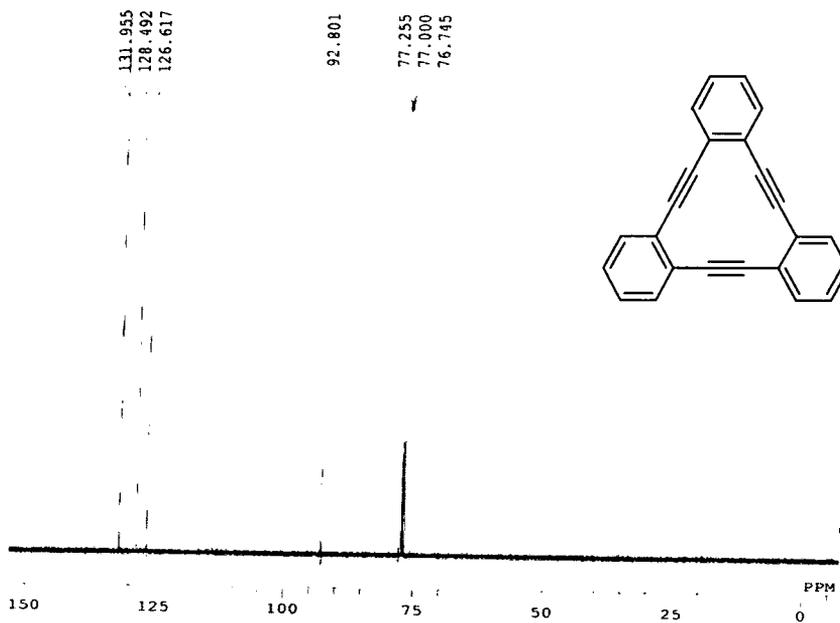


ภาคผนวก

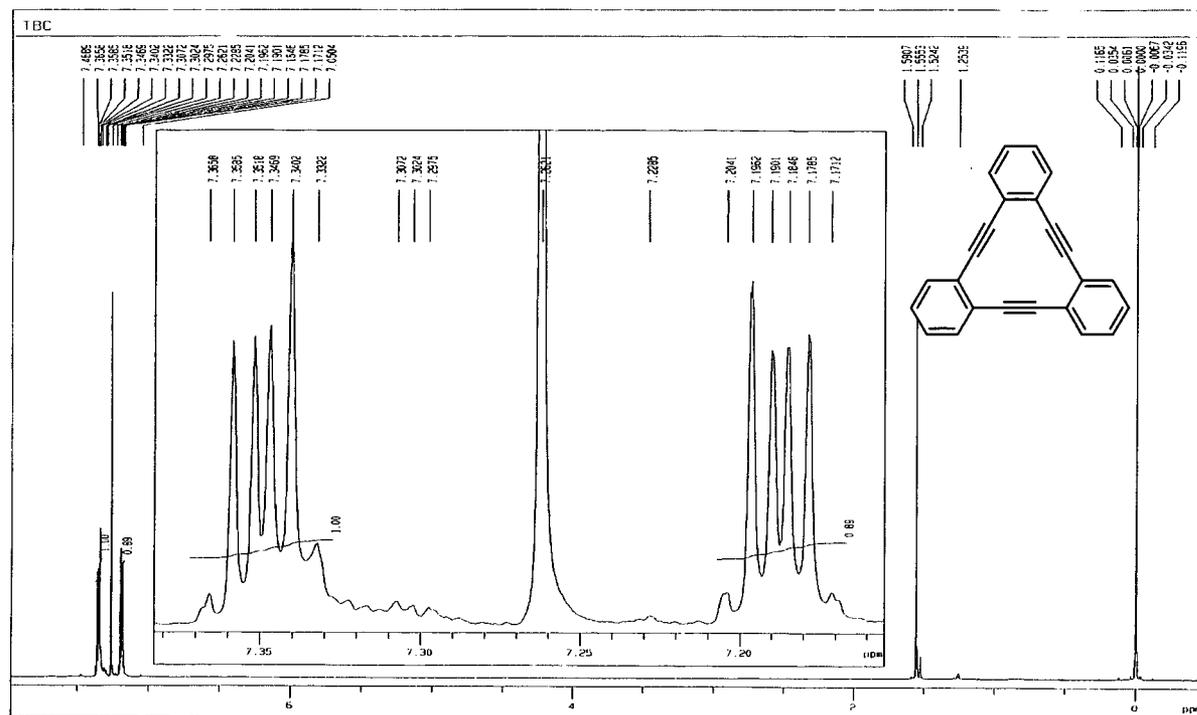
ภาคผนวก ก ข้อมูลทางสเปกโตรสโกปี



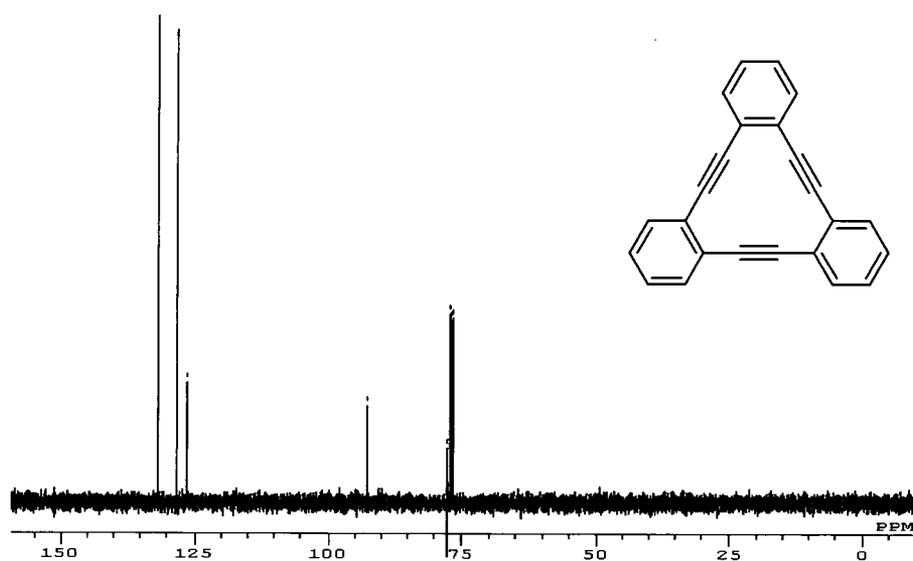
ภาพ 50 ^1H NMR (500 MHz) ของไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน
ในคลอโรฟอร์ม (ขวดทดลอง)



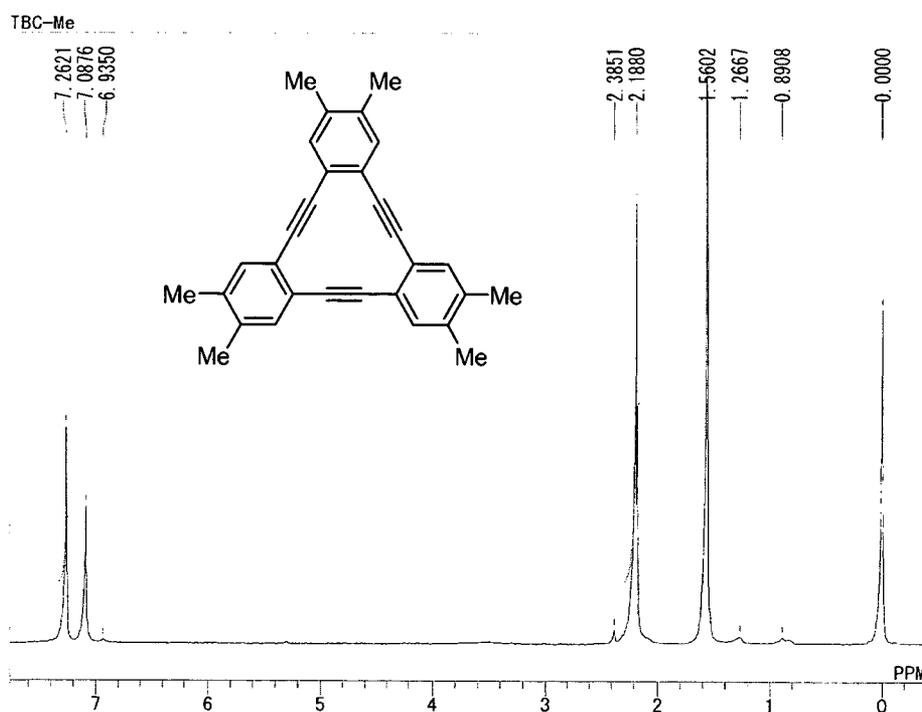
ภาพ 51 ^{13}C NMR (125 MHz) ของไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน
ในคลอโรฟอร์ม (ขวดทดลอง)



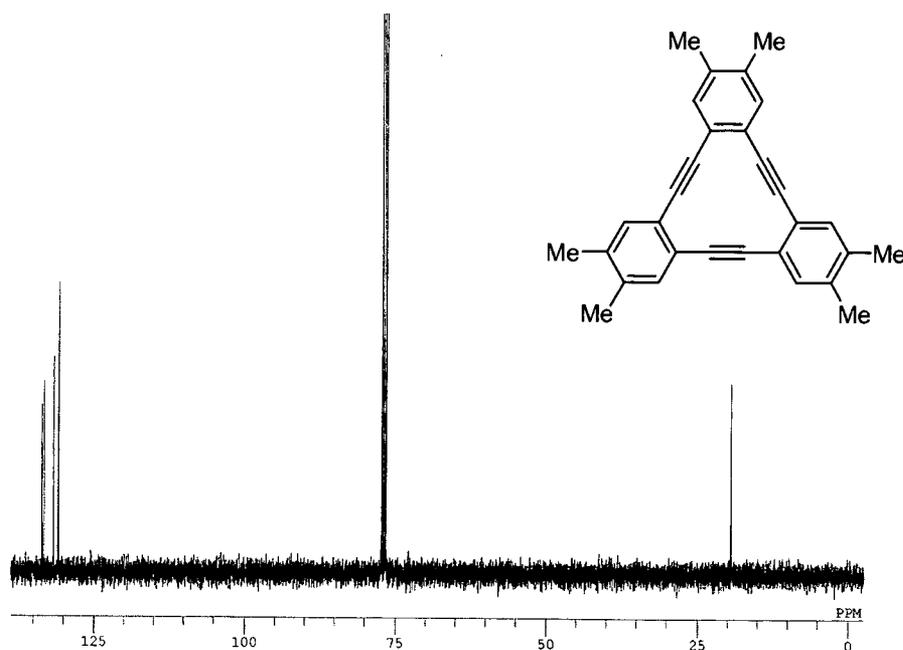
ภาพ 52 ¹H NMR (500 MHz) ของไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน
ในคลอโรฟอร์ม (ชุดปฏิบัติการทองแดง)



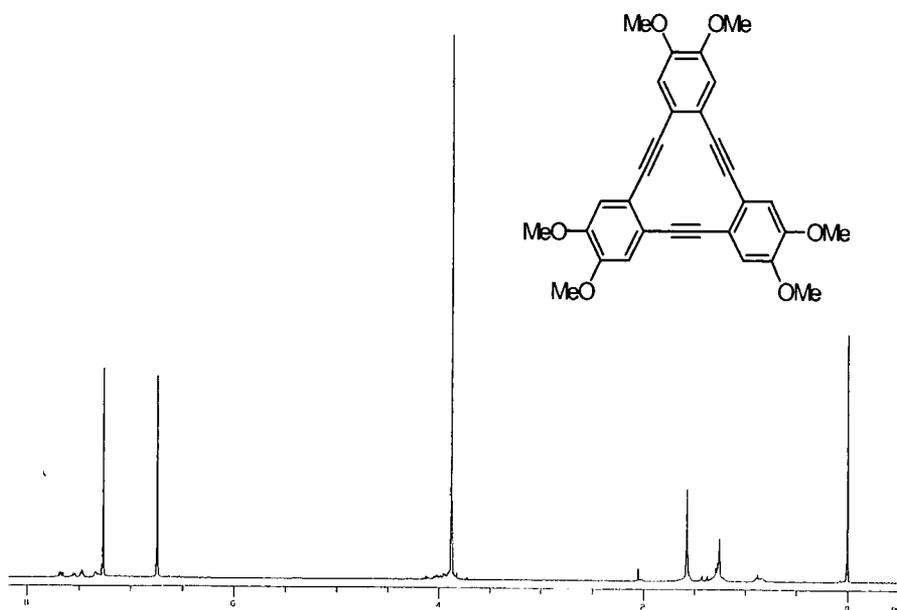
ภาพ 53 ¹³C NMR (125 MHz) ของไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน
ในคลอโรฟอร์ม (ชุดปฏิบัติการทองแดง)



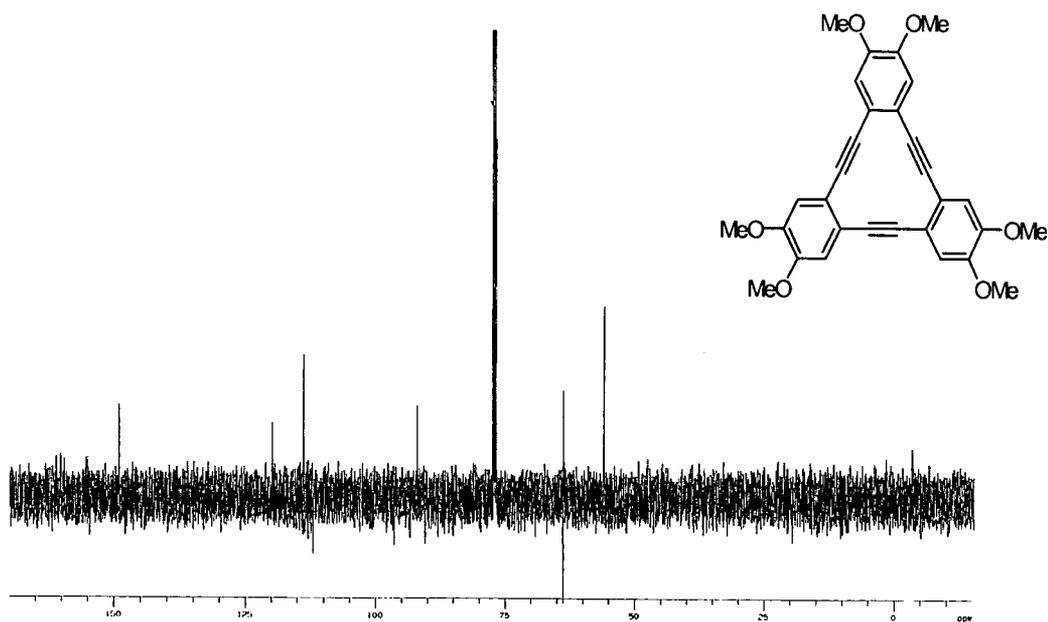
ภาพ 54 ^1H NMR (500 MHz) ของเฮกซะเมทิลซีไตรเบนโซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน
ในคลอโรฟอร์ม (ชุดปฏิบัติการทองแดง)



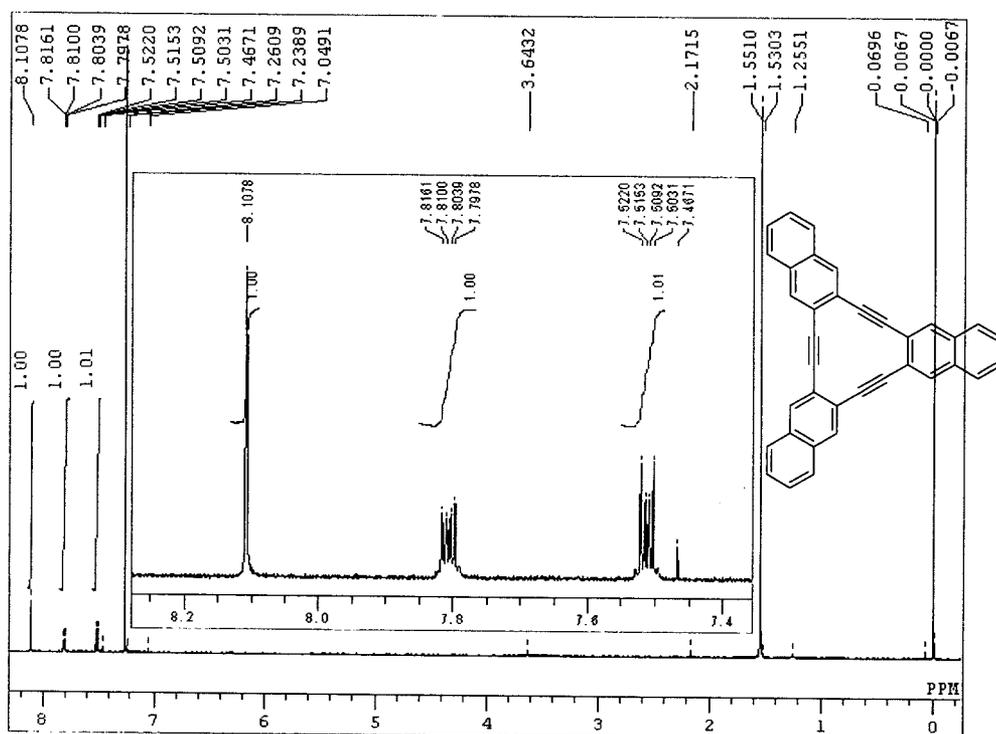
ภาพ 55 ^{13}C NMR (125 MHz) ของเฮกซะเมทิลซีไตรเบนโซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน
ในคลอโรฟอร์ม (ชุดปฏิบัติการทองแดง)



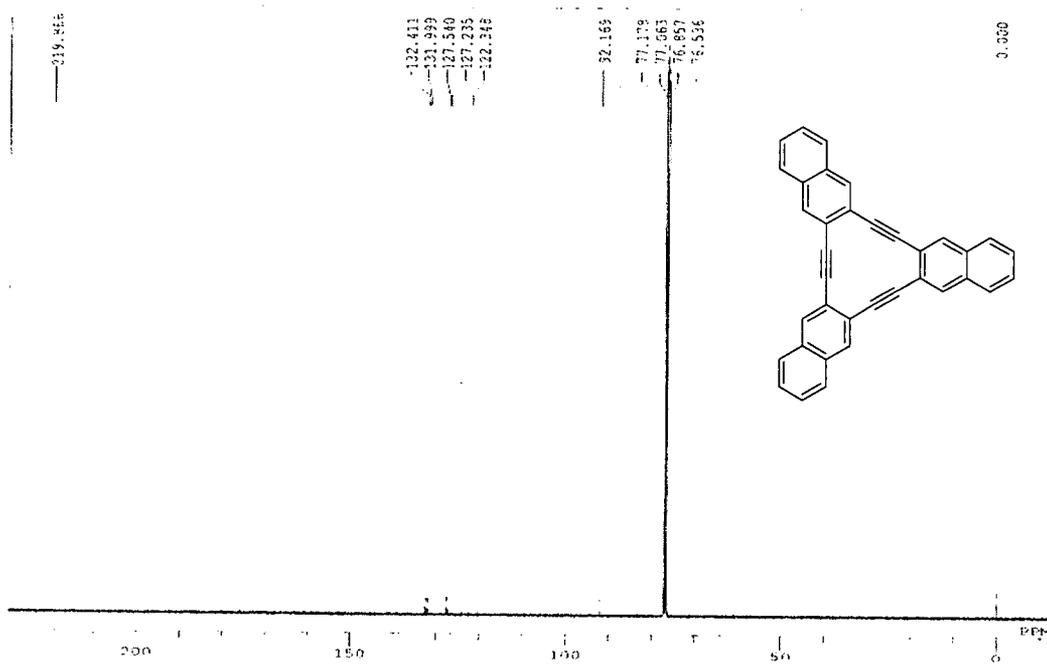
ภาพ 56 ^1H NMR (500 MHz) ของเฮกซะเมททอกซีไตรเบนโซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน
ในคลอโรฟอร์ม (ชุดปฏิบัติการทองแดง)



ภาพ 57 ^{13}C NMR (125 MHz) ของเฮกซะเมททอกซีไตรเบนโซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน
ในคลอโรฟอร์ม (ชุดปฏิบัติการทองแดง)



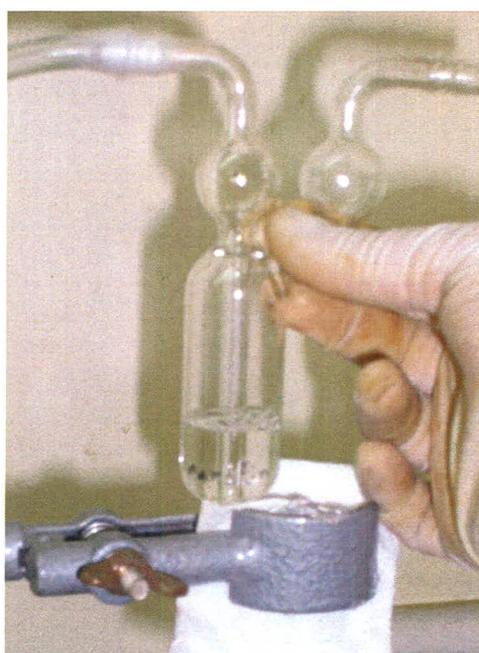
ภาพ 60 ^1H NMR (500 MHz) ของไตรแนพลินโนเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน
ในคลอโรฟอร์ม (ชุดปฏิบัติการทองแดง)



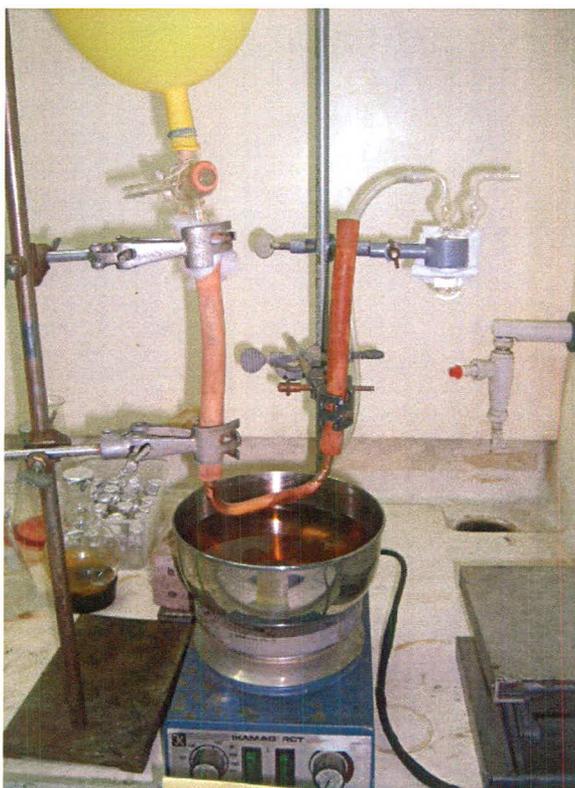
ภาพ 61 ^{13}C NMR (125 MHz) ของไตรแนพลินโนเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน
ในคลอโรฟอร์ม (ชุดปฏิบัติการทองแดง)



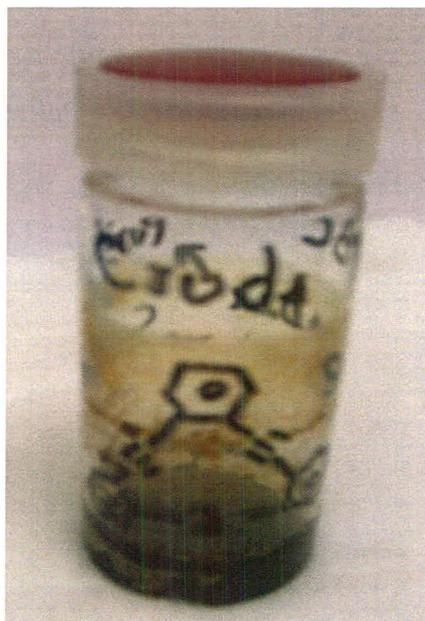
ภาพ 64 ชุดท่อปฏิกิริยาทองแดงที่ใช้ในการทดลอง



ภาพ 65 ภาชนะดักก๊าซบรรจุ Parafin oil



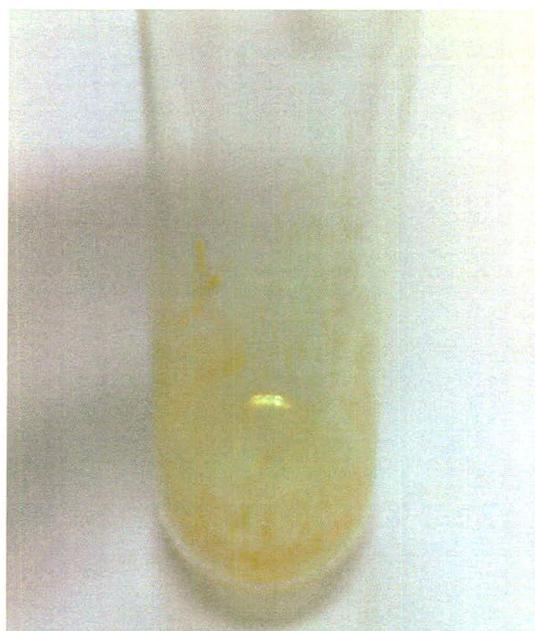
ภาพ 66 ชุดการทดลองตอนที่ 2 โดยใช้ท่อปฏิกรณ์ทองแดง



ภาพ 67 Crude จากการสังเคราะห์



ภาพ 68 ขั้นตอนการทำสารให้บริสุทธิ์



ภาพ 69 ผลึกสารประกอบไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน

ภาคผนวก ค การเผยแพร่งานวิจัย

งานวิจัยที่ได้ตีพิมพ์ระดับชาติ



SCIENCE RESEARCH CONFERENCE 4th

มหาวิทยาลัยนเรศวร มหาวิทยาลัยบูรพา มหาวิทยาลัยพะเยา

Proceedings

การประชุมวิชาการระดับชาติ “วิทยาศาสตร์วิจัย” ครั้งที่ 4
The 4th Science Research National Conference
วันที่ 12-13 มีนาคม 2555 ณ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

ภาพ 70 งานวิจัยที่ได้เผยแพร่ในงานประชุมวิชาการระดับชาติ

THE MODIFIED PINACOL COUPLING REACTION TOWARD THE SYNTHESIS OF TRIBENZOCYCLODODECA-1,2-DIOL

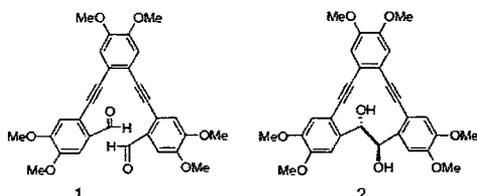
Chonlada Chiangtong¹, Akaraphunt Vongkunghae² and Anusorn Vorasingha^{1,*}

¹Department of Chemistry, Faculty of Science, Naresuan University, Maung, Phitsanulok 65000, Thailand.

²Department of Electrical and Computer Engineering, Faculty of Engineering, Naresuan University, Maung, Phitsanulok 65000, Thailand.

Abstract

There is a considerable interest currently in cyclic dialkynes their π -conjugation, all-carbon networks, formation of unusual metal complexes, self-association and inclusion properties. The preparation of cyclic dialkynes like 1,2-bis[(2-formyl)phenylethynyl]benzene **2** from 1,2-bis[(2-formyl-4,5-dimethoxyphenyl)ethynyl]benzene **1** under pinacol coupling conditions ($\text{TiCl}_4/\text{Zn}/\text{THF}$) gives the coupled product 3,4,7,8;11,12-tribenzocyclododeca-1,2-diol in relatively good yields (42.6%). The product has been characterized by ^1H NMR, ^{13}C NMR, UV and DIMS spectra.



Keywords; annulene, coupling, Pinacol Coupling reaction

1. Introduction

Carbon rich organic molecules have been attracting much interest regarding their novel structures and potential applications.[1] Tribenzodehydrobenzoannulenes (TBDBAs), which were investigated extensively during the late 1950s through the mid 1970s with regard to their aromaticity/anti-aromaticity.[2] constitute one of the central classes of carbon-rich molecules.[3] Thus, multiple fused DBAs have been synthesized as scaffolds of two-dimensional carbon networks such as graphyne and graphdiyne as well as one-dimensional oligomers.[5] These one- and two-dimensional systems are predicted to exhibit semi-conductive and nonlinear optical properties. A number of such molecules consisting of aromatic [18] DBA [6] or [14] TBDBA [7] subunits have been reported. On the other hand, there are few examples of such systems constructed from hexadehydrotribenzo [12]annulene, [12]TBDBA.[8] This is presumably because of the

difficulty associated with the construction of the [12]TBDBA framework. The weakly anti aromatic [12]TBDBA exhibits interesting properties such as complexation with transition metals [9] and forbidden electronic transitions between S_0 and S_1 states.[10]

For the McMurry catalytic coupling reagent, titanium tetrachloride (TiCl_4) is a unique one-electron reducing agent, and since Gregor reported the first reliable preparation in 1817, it has become widely used in synthetic chemistry. However, its use in large-scale reactions is precluded by the need to use stoichiometric quantities of this relatively expensive reagent. The development of a straightforward system in which a catalytic quantity of TiCl_4 is regenerated by a cheap reducing agent would make TiCl_4 chemistry accessible for larger scale chemistry. Previous examples of catalytic Ti(IV) systems have used electrochemical reduction, and zinc as the reductant. We chose to investigate the pinacol coupling reaction, which works well for aromatic aldehydes when stoichiometric TiCl_4 is used but is rather slower for aliphatic alicyclic and aromatic aldehydes. A useful catalytic system for the pinacol coupling reaction should deliver high diastereoselectivity as well as good yields. Tu and his research group has reported a catalytic pinacol coupling using TiCl_4 with Zn as the reducing agent, but although good yields were obtained, no distereoselectivity was obtained for intermolecular reactions. More recently, Yoshimura and his research group has reported the use of TiCl_4 catalyzed pinacol coupling with mischmetal as the coreductant. The addition of chelating ligands to the stoichiometric TiCl_4 promoted pinacol coupling is known to influence the diastereoselectivity of the reaction. Although the Titanium mediated coupling systems we developed have not been reported before. The major valuable features of coupling systems involved the broader application scope of substrates show the more convenient experiment operation and the low-cost of the titanium mediated coupling reagents. Herein, we would like to report our results on the coupling systems.