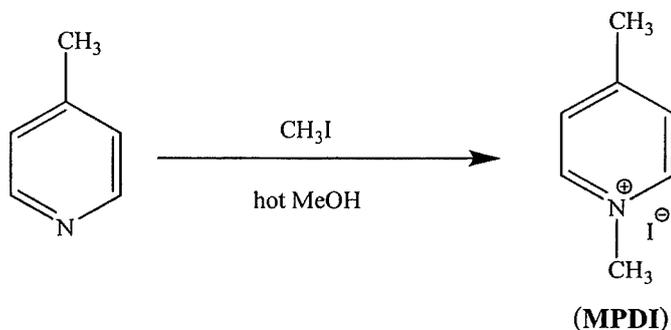


4. วิธีการทดลอง และ ผลการทดลอง

ทำการสังเคราะห์สารและหาโครงสร้างสารด้วยเทคนิคทางสเปกโตรสโกปีได้ผลดังนี้

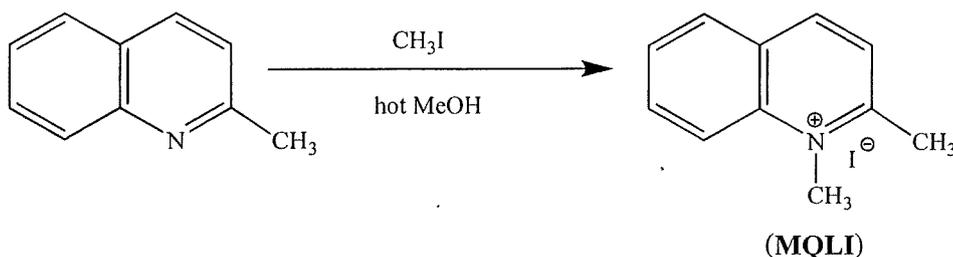
การเตรียม 1,4-Dimethylpyridinium iodide (MPDI) ตาม Scheme 3.1 เพื่อใช้ในการสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium



ละลาย 4-picoline (1) (0.05 โมล) ในเมทานอลเย็น 5 มิลลิลิตร พร้อมคนสารละลายที่อุณหภูมิห้อง 5 °C ค่อยๆเติม methyl iodide (CH₃I) 3.2 มิลลิลิตร (0.05 โมล) ลงในสารละลายอย่างช้าๆ คนของผสมที่อุณหภูมิ 5 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นรีฟลักซ์ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง มีของแข็งสีขาวเกิดขึ้น นำขวดปฏิกิริยาไปตั้งในตู้เย็นเป็นเวลา 1 วัน สารในขวดปฏิกิริยาเกิดเป็นของแข็งหมด กรองตะกอนแบบลดความดันไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ของแข็งสีเหลืองอ่อนของ 1,4-dimethylpyridinium iodide (MPDI) (17.00 กรัม 72% mp. 140-142 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลืองอ่อน (17.00 g, 72%) จุดหลอมเหลว 140-142 °C, UV-Vis (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log ϵ): 219.7 (3.78), 255.3 (3.16), FT-IR (KBr) ν (cm⁻¹): 1600-1500 (C=C stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 9.13 (2H, *d*, *J* = 6.3 Hz), 7.88 (2H, *d*, *J* = 6.3 Hz), 4.62 (3H, *s*), 2.69 (3H, *s*)

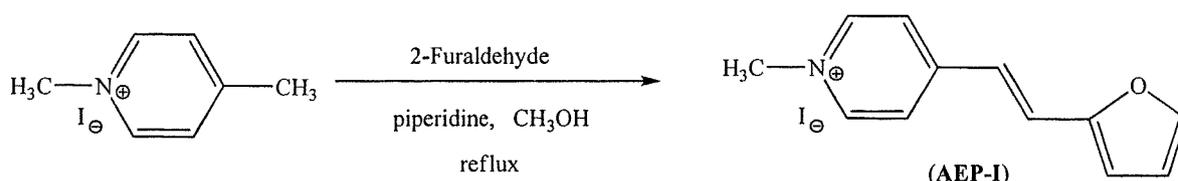
การเตรียม 1,2-Dimethylquinolinium iodide (MQLI) ตาม Scheme 3.2 เพื่อใช้ในการสังเคราะห์ Aryl-ethynylquinolinium



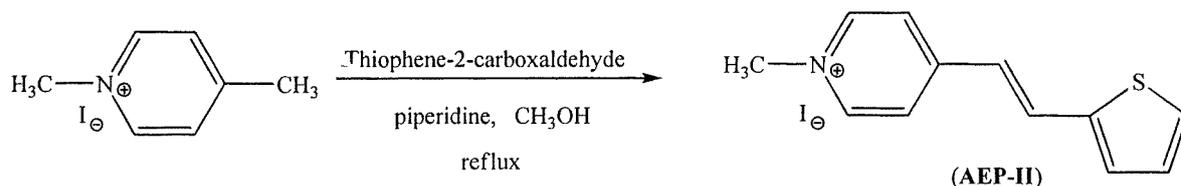
ละลาย quinaldine (0.07 โมล) ในเมทานอลเย็น 10 มิลลิลิตร คนสารละลายที่อุณหภูมิ 5 °C ค่อยๆ เติม methyl iodide (CH₃I) 4.65 มิลลิลิตร (0.07 โมล) ลงในสารละลายช้าๆ คนของผสมที่อุณหภูมิ 5 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นรีฟลักซ์ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เกิดของแข็งสีเหลืองนำขวดปฏิกิริยาไปทำให้เย็นในตู้เย็นเป็นเวลา 1 วัน สารในขวดปฏิกิริยาเกิดเป็นของแข็งหมด กรองตะกอนแบบลดความดันได้ของแข็งสีเหลืองนำไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ของแข็งสีเหลืองของ 1,2-dimethylquinolinium iodide (MQLI)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลือง (14.00 กรัม, 66%) จุดหลอมเหลว 182-184 °C, UV-Vis (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log ϵ): 234.5 (3.47), 316.7 (2.90), FT-IR (KBr) ν (cm⁻¹): 1600-1500 (C=C stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 9.07 (1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 8.55 (1H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 8.39 (1H, *dd*, *J* = 1.5, 8.1 Hz), 8.23 (1H, *dt*, *J* = 1.5, 8.1 Hz), 8.09 (1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.98 (1H, *t*, *J* = 8.1 Hz), 4.57 (3H, *s*), 3.20 (3H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl ethenylpyridinium (AEP-I และ AEP-II) ตาม Scheme 3.3



สำหรับการเตรียมสารประกอบ AEP-I ไม่ได้ผลิตภัณฑ์ตามต้องการ โดยได้เปลี่ยนแปลงเงื่อนไขปฏิกิริยาในการสังเคราะห์หลายเงื่อนไข แต่ได้ผลิตภัณฑ์เป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาล จึงคาดว่าสารน่าจะเกิดการ polymerization และไม่สามารถทำการแยกสารได้

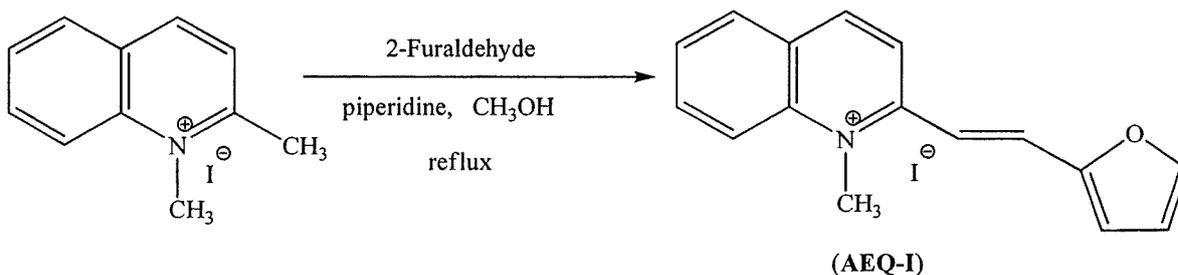


ละลาย 1,4-dimethylpyridinium iodide 2.0 กรัม (8.51 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมดเติมสารละลายของ Thiophene-2-carboxaldehyde 0.78 มิลลิลิตร (8.51 มิลลิโมล) และ piperidine 0.84 มิลลิลิตร (8.51 มิลลิโมล) ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกันได้สารละลายสีเหลืองน้ำตาล ทำการรีฟลักซ์สารผสมภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจนที่

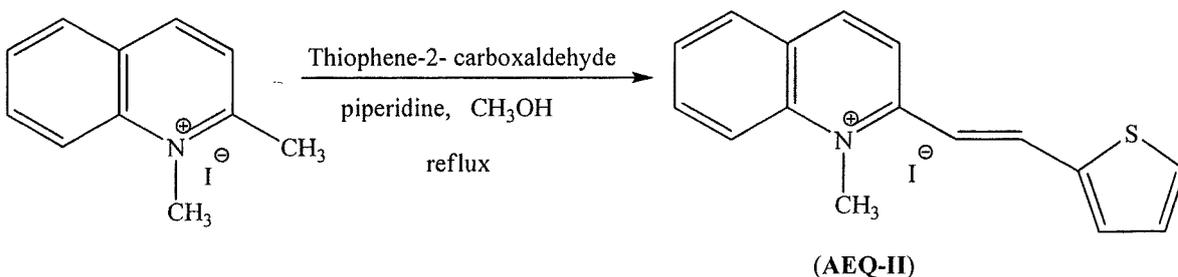
อุณหภูมิ 55-60 °C หลังจากรีฟลักซ์ไปได้ 30 นาที สารละลายเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาล รีฟลักซ์ต่อเป็นเวลา 4 ชั่วโมง นำขวดปฏิกิริยาไปทำต่อให้เย็นในตู้เย็นเป็นเวลา 1 วัน กรองตะกอนแบบลดความดัน ล้างตะกอนด้วยคลอโรฟอร์ม นำตะกอนไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ของแข็งสีเขียวเหลืองของ (AEP-II) (17 กรัม 75%)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลืองอมเขียว (3.17 กรัม, 75%) จุดหลอมเหลว 219-221 °C, UV (CH₃OH) λ_{max} (nm) (log ϵ): 218.6 (4.12), 250.6 (2.51), 389.7 (4.16), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1607 (C=C stretching), 1168 (C-O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.89 (2H, *d*, *J* = 6.9 Hz), 8.10 (2H, *d*, *J* = 6.9 Hz), 8.08 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 7.57 (1H, *d*, *J* = 5.1 Hz), 7.49 (1H, *d*, *J* = 5.1 Hz), 7.16 (1H, *t*, *J* = 5.1 Hz), 7.04 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 4.40 (3H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl ethenylquinolinium (AEQ-I และ AEQ-II) ตาม Scheme 3.4



สำหรับการเตรียมสารประกอบ AEQ-I ไม่ได้ผลิตภัณฑ์ตามต้องการ โดยได้เปลี่ยนแปลงเงื่อนไขปฏิกิริยาในการสังเคราะห์หลายเงื่อนไข แต่ได้ผลิตภัณฑ์เป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาลดำ เช่นเดียวกับกรณีของการสังเคราะห์ AEP-I และไม่สามารถทำการแยกสารได้

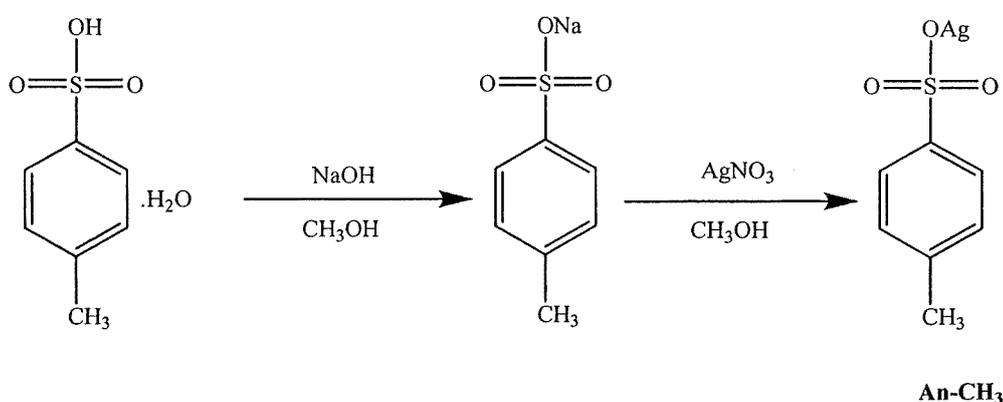


ละลาย 1,2-dimethylquinolinium iodide 2.0 กรัม (7.01 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 40 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมดเติมสารละลายของ thiophene-2-carboxaldehyde 0.64 มิลลิลิตร (7.01

มิลลิโมล) และ piperidine 0.69 มิลลิลิตร (7.01 มิลลิโมล) ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ได้สารละลายสีเหลืองน้ำตาล ทำการรีฟลักซ์สารผสมภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 55-60 °C หลังจากรีฟลักซ์ไปได้ 30 นาที สารละลายเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาล รีฟลักซ์ต่อเป็นเวลา 5 ชั่วโมง นำขวดปฏิกิริยาไปทำต่อให้เย็นในตู้เย็นเป็นเวลา 1 วัน กรองตะกอนแบบลดความดันล้างตะกอนด้วยไดเอทิลอีเทอร์ นำตะกอนไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ของแข็งสีน้ำตาลดำของ (AEQ-II) (1.99 กรัม 75 % mp. 191-192 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาลดำ (1.99 กรัม, 75%) จุดหลอมเหลว 191-192 °C, ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.93 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.49 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.43 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.38 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 8.28 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.19 (1H, *t*, *J* = 9.0 Hz), 7.93 (1H, *t*, *J* = 7.5 Hz), 7.77 (1H, *d*, *J* = 3.3 Hz), 7.74 (1H, *d*, *J* = 5.1 Hz), 7.52 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 7.24 (1H, *d*, *J* = 3.9 Hz), 4.63 (3H, *s*)

การสังเคราะห์ Benzenesulfonate salts (An-X) ตาม Scheme 3.5



flask A : ละลาย p-toluenesulfonic acid monohydrate 2 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน

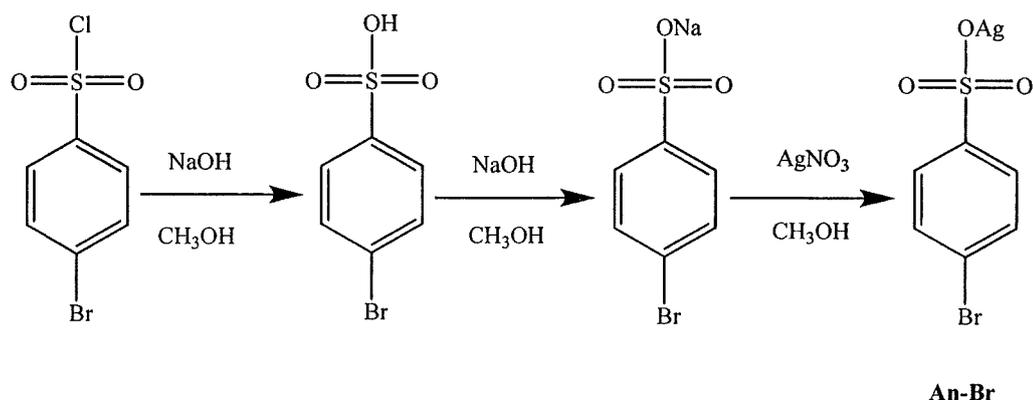
15 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

flask B : ละลาย NaOH 0.42 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 20 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

flask C : ละลาย AgNO₃ 1.78 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 100 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

นำสารละลายใน flask A และ B ผสมกัน ได้ของเหลวใสไม่มีสี จากนั้นเติมสารละลายใน flask C ลงไป มีตะกอนสีดำเกิดขึ้น ทำการกรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรอง ได้สารละลายใสไม่มีสี วางสารละลายไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 วัน มีผลึกสีขาวของ An-CH₃ เกิดขึ้น กรองผลึกแบบลดความดันและนำผลึกไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ผลึกสีขาวของ Silver (I) 4-methylbenzenesulfonate (An-CH₃) (3.07 กรัม 70% mp.260-262 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว (3.07 กรัม, 70%) จุดหลอมเหลว 260-262 °C (decomp.), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 7.74 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 7.17 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 2.38 (3H, *s*)



flask A : ละลาย 4-bromobenzenesulfonyl chloride 2 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 15 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

flask B1 : ละลาย NaOH 0.312 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 15 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

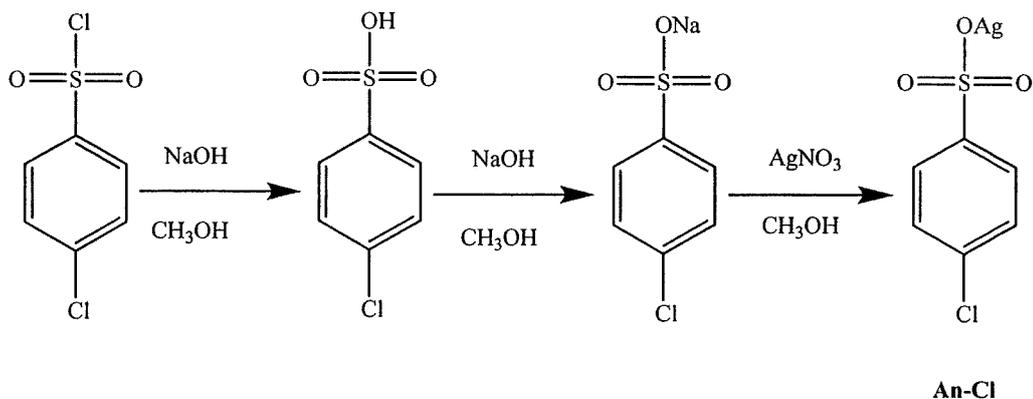
flask B2 : ละลาย NaOH 0.312 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 15 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

flask C : ละลาย AgNO₃ 1.324 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 15 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

นำสารละลายใน flask A และ B1 ผสมกันมีตะกอนสีขาวเกิดขึ้น เติมน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง ตะกอนจะละลายหมด จากนั้นนำไปสกัดด้วย CH₂Cl₂ 3 ครั้ง ครั้งละ 15 มิลลิลิตร นำส่วนที่สกัดด้วย CH₂Cl₂ ไปเติม Na₂SO₄ anhydrous เพื่อดูดน้ำออกและกรอง Na₂SO₄ anhydrous ออกโดยใช้กรวยกรอง นำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ตะกอนสีขาวของสาร (1)

ละลายสาร (1) ด้วยเมทานอลร้อน 25 มิลลิลิตร เติมสารละลายใน flask B2 และ C ลงในสารละลายตามลำดับมีตะกอนสีดำเกิดขึ้น ทำการกรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรองได้สารละลายใสไม่มีสี วางสารละลายไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 วันมีผลึกสีขาวของ **An-Br** เกิดขึ้น กรองผลึกแบบลดความดันและนำผลึกไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ผลึกสีขาวของ Silver (I) 4-bromobenzenesulfonate (**An-Br**) (0.71 กรัม 18% mp. 219-221 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว (0.71 กรัม, 18%) จุดหลอมเหลว 219-221 °C decomposed, ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 7.81 (2H, *d*, *J* = 8.4), 7.34 (2H, *d*, *J* = 8.4 Hz)



flask A : ละลาย 4-chlorobenzenesulfonyl chloride 2 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 20 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

flask B1 : ละลาย NaOH 0.388 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 20 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

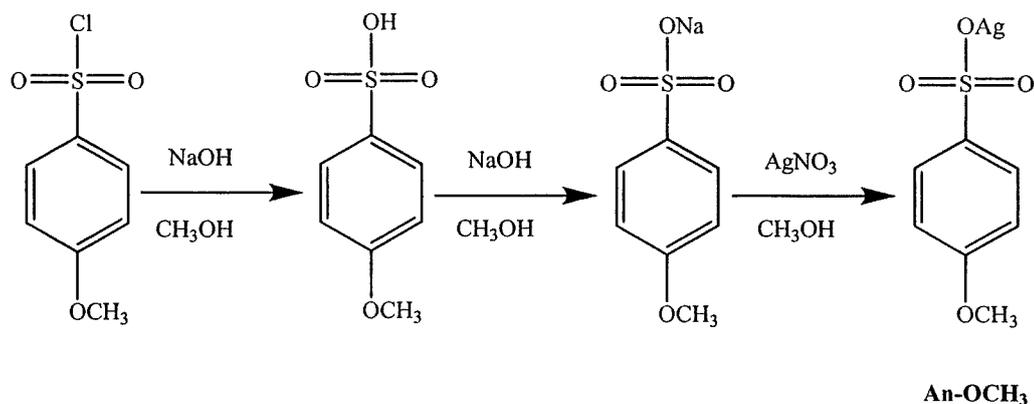
flask B2 : ละลาย NaOH 0.388 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 20 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

flask C : ละลาย AgNO_3 1.613 กรัม (2.0 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 20 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

นำสารละลายใน flask A และ B1 ผสมกันมีตะกอนสีขาวเกิดขึ้น เติมน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง ตะกอนจะละลายหมด จากนั้นนำไปสกัดด้วย CH_2Cl_2 3 ครั้ง ครั้งละ 15 มิลลิลิตร นำส่วนที่สกัดด้วย CH_2Cl_2 ไปเติม Na_2SO_4 anhydrous เพื่อดูดน้ำออกและกรอง Na_2SO_4 anhydrous ออกโดยใช้กรวยกรอง นำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ตะกอนสีขาวของสาร (1)

ละลายสาร (1) ด้วยเมทานอลร้อน 25 มิลลิลิตร เติมสารละลายใน flask B2 และ C ลงในสารละลายตามลำดับมีตะกอนสีดำเกิดขึ้น ทำการกรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรองได้สารละลายใสไม่มีสี วางสารละลายไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 วันมีผลึกสีขาวของ **An-Cl** เกิดขึ้น กรองผลึกแบบลดความดันและนำผลึกไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ผลึกสีขาวของ Silver (I) 4-chlorobenzenesulfonate (**An-Cl**) (1.40 กรัม 33% mp.220-222 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว (1.40 กรัม, 33%) จุดหลอมเหลว 220-222 °C (decomp.), $^1\text{H NMR}$ ($\text{CDCl}_3 + \text{DMSO}-d_6$) (δ ppm) (300 MHz): 7.76 (2H, d, $J = 7.8$), 7.50 (2H, d, $J = 7.8$ Hz)



flask A : ละลาย 4-methoxybenzenesulfonyl chloride 2 กรัม (9.7 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 15 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

flask B1 : ละลาย NaOH 0.388 กรัม (9.7 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 15 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

flask B2 : ละลาย NaOH 0.388 กรัม (9.7 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 15 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

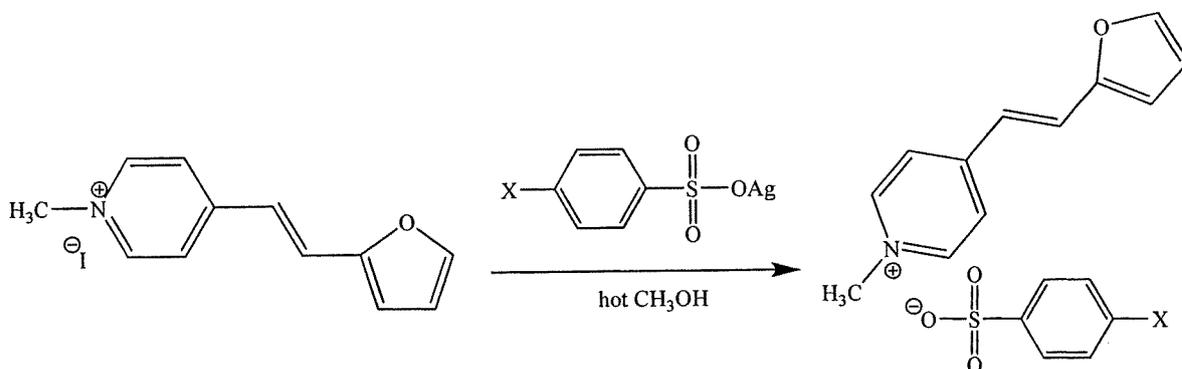
flask C : ละลาย AgNO₃ 1.648 กรัม (9.7 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 75 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด

นำสารละลายใน flask A และ B1 ผสมกันมีตะกอนสีขาวเกิดขึ้น เติมน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง ตะกอนจะละลายหมด จากนั้นนำไปสกัดด้วย CH₂Cl₂ 3 ครั้ง ครั้งละ 15 มิลลิลิตร นำส่วนที่สกัดด้วย CH₂Cl₂ ไปเติม Na₂SO₄ anhydrous เพื่อดูดน้ำออกและกรอง Na₂SO₄ anhydrous ออกโดยใช้กรวยกรอง นำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ตะกอนสีขาวของสาร (1)

ละลายสาร (1) ด้วยเมทานอลร้อน 25 มิลลิลิตร เติมสารละลายใน flask B2 และ C ลงในสารละลายตามลำดับมีตะกอนสีดำเกิดขึ้น ทำการกรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรองได้สารละลายใสไม่มีสี วางสารละลายไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 วันมีผลึกสีขาวของ An-OCH₃ เกิดขึ้น กรองผลึกแบบลดความดันและนำผลึกไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ผลึกสีขาวของ Silver (I) 4-methoxybenzenesulfonate (An-OCH₃) (2.57 กรัม 59% mp. 243-245 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว (2.57 กรัม, 59%) จุดหลอมเหลว 243-245 °C (decomp.), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 7.78 (2H, d, J = 8.7), 6.86 (2H, d, J = 8.7 Hz), 3.82 (3H, s)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium benzenesulfonates (AEP-An) ตาม Scheme 3.6

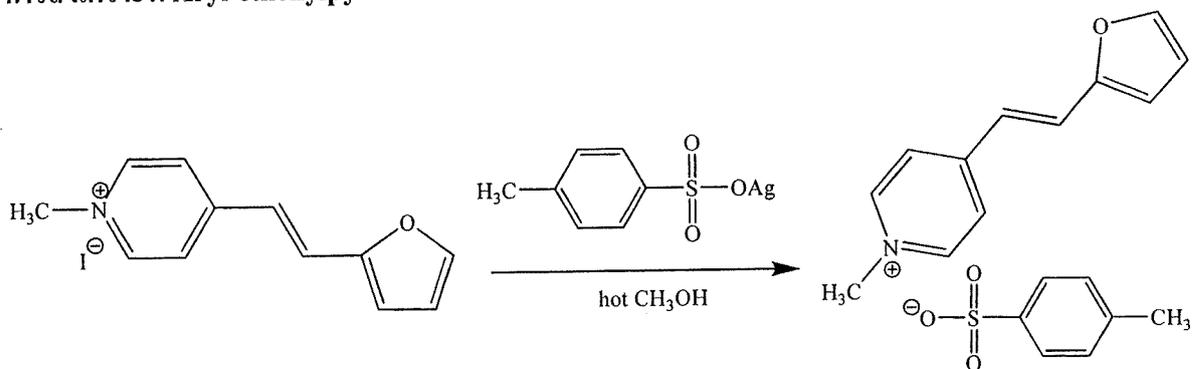


เมื่อ X = CH₃ (AEP-I-An-Me) หรือ PAC-1
 Br (AEP-I-An-Br) หรือ PAC-2
 Cl (AEP-I-An-Cl) หรือ PAC-3
 และ OCH₃ (AEP-I-An-OMe) หรือ PAC-4



สำหรับการเตรียมสารประกอบ PAC-1- PAC-4 เนื่องจากไม่สามารถเตรียม AEP-I ซึ่งเป็นสารตั้งต้นในการเตรียม PAC-1 ได้ จึงไม่สามารถทำการสังเคราะห์ PAC-1- PAC-4 ได้

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium benzenesulfonates (PAC 5)



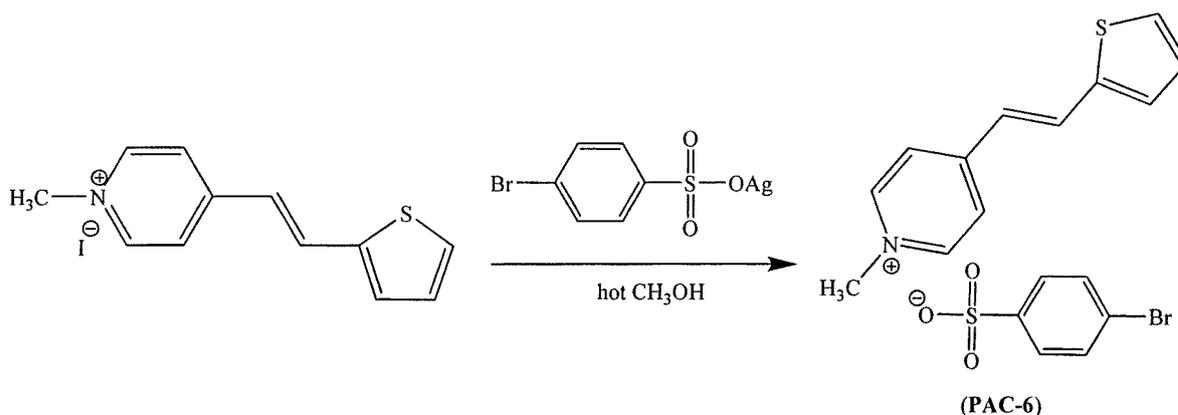
flask A: ละลาย An-CH₃ 0.084 กรัม (0.30 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 20 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมดได้สารละลายใส ไม่มีสี

flask B : ละลาย AEP-II 0.100 กรัม (0.30 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด ได้สารละลายสีน้ำตาล

นำสารละลายใน flask A และ B มาผสมกันมีตะกอนสีเหลืองของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอนออก โดยใช้กรวยกรองและนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ของแข็งสีน้ำตาลของ PAC-5 (0.08 กรัม 75% mp. 232-234 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาล (0.08 กรัม, 75%) จุดหลอมเหลว 232-234 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log ϵ): 220.9 (4.04), 251.4 (3.58), 379.2 (3.95), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1523, (C=C stretching), 1186 (S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.72 (2H, *d*, *J* = 6.9 Hz), 7.94 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 7.93 (2H, *d*, *J* = 6.9 Hz), 7.59 (2H, *d*, *J* = 8.4 Hz), 7.49 (1H, *d*, *J* = 5.1 Hz), 7.37 (1H, *d*, *J* = 5.1 Hz), δ 7.04 (1H, *t*, *J* = 5.1 Hz), 7.01 (2H, *d*, *J* = 8.4 Hz), 6.91 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 4.22 (3H, *s*), 3.95 (3H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium benzenesulfonates (PAC 6)



flask A: ละลาย An-Br 0.089 กรัม (0.3 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 60 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมดได้สารละลายใส ไม่มีสี

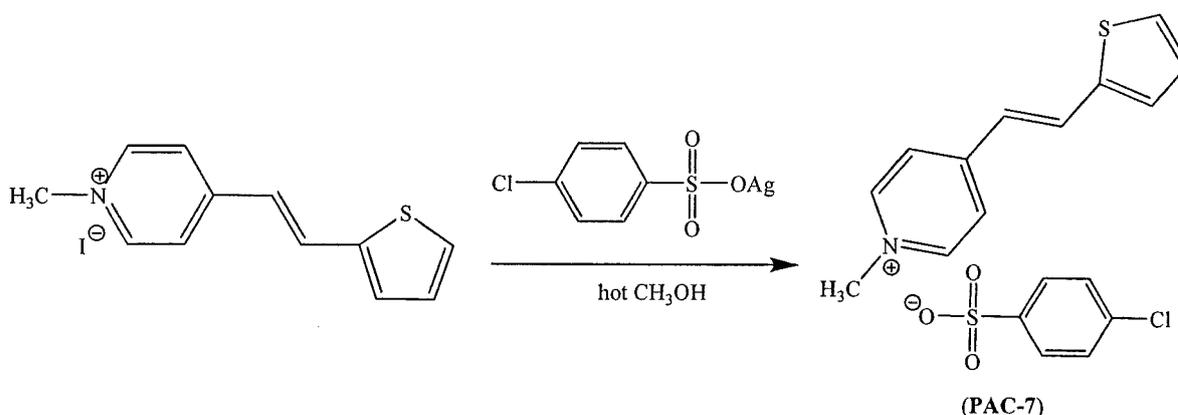
flask B : ละลาย AEP-II 0.100 กรัม (0.3 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด ได้สารละลายสีน้ำตาลเข้ม

นำสารละลายใน flask A และ B มาผสมกันมีตะกอนสีเหลืองของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอนออก โดยใช้กรวยกรองและนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ของแข็งสีน้ำตาลของ PAC-6 (0.10 กรัม 70% mp. 231-233 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาล (0.10 กรัม, 70%) จุดหลอมเหลว 231-233 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log ϵ): 222.3 (4.26), 258.0 (3.62), 381.8 (2.34), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1577 (C=C stretching), 1208 (S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.82 (2H, *J* = 6.9 Hz), 8.15

(2H, $J = 6.9$ Hz), 8.14 (1H, d , $J = 15.6$ Hz), 7.62 (1H, d , $J = 5.1$ Hz), 7.62 (2H, d , $J = 8.4$ Hz), 7.43 (2H, d , $J = 8.4$ Hz), 7.43 (1H, d , $J = 5.1$ Hz), 7.16 (1H, t , $J = 5.1$ Hz), 7.10 (1H, d , $J = 15.6$ Hz), 4.29 (3H, s)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium benzenesulfonates (PAC 7)



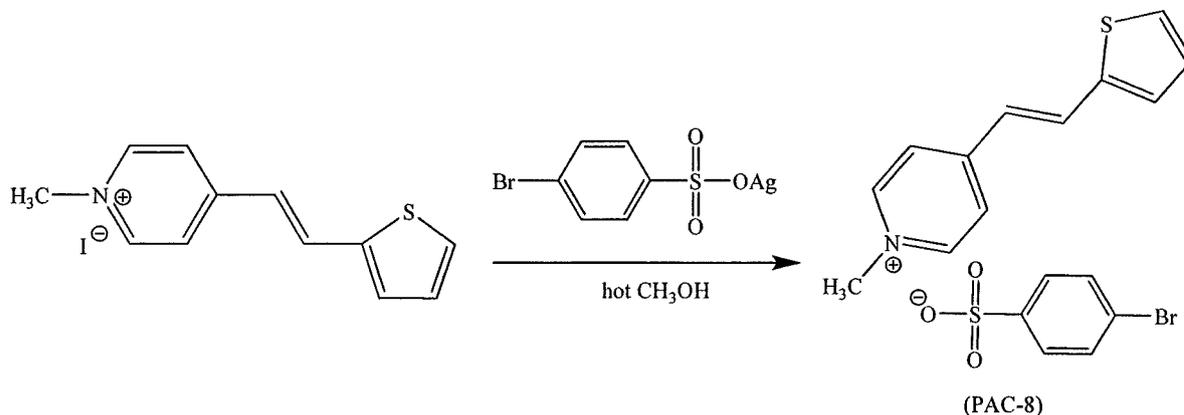
flask A: ละลาย **An-Cl** 0.089 กรัม (0.30 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลาย
หมด ได้สารละลายใส ไม่มีสี

flask B : ละลาย **AEP-II** 1.000 กรัม (0.30 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลาย
หมด ได้สารละลายสีน้ำตาลเข้ม

นำสารละลายใน flask A และ B มาผสมกันมีตะกอนสีเหลืองของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอนออก
โดยใช้กรวยกรองและนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ของแข็งสีน้ำตาลของ **PAC-7** (0.11
กรัม 90% mp.230-232 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาล (0.11 กรัม, 90%) จุดหลอมเหลว 230-232 °C, UV (CH₃OH)
 λ_{\max} (nm) (log \mathcal{E}): 220.9 (4.35), 251.4 (3.02) 379.2 (3.42), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1523 (C=C stretching),
1210 (S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.79 (2H, $J = 6.9$ Hz), 8.02
(1H, d , $J = 15.6$ Hz), 8.01 (2H, d , $J = 6.9$ Hz), 7.79 (2H, d , $J = 8.4$ Hz), 7.58 (1H, d , $J = 5.1$ Hz), 7.47
(1H, d , $J = 5.1$ Hz), 7.30 (2H, d , $J = 8.4$ Hz), 7.14 (1H, t , $J = 5.1$ Hz), 6.99 (1H, d , $J = 15.6$ Hz), 4.34
(3H, s)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium benzenesulfonates (PAC 8)



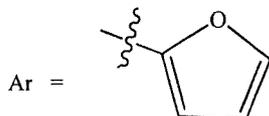
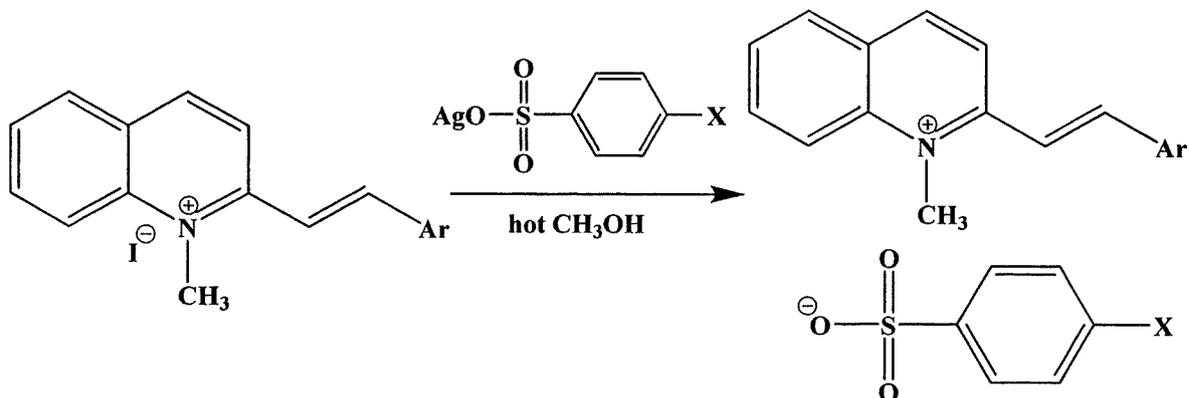
flask A : ละลาย **An-OCH₃** 0.088 กรัม (0.3 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 30 มิลลิลิตร คนจนสารละลาย
หมด ได้สารละลายใส ไม่มีสี

flask B : ละลาย **AEP-II** 0.100 กรัม (0.3 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลาย
หมด ได้สารละลายสีน้ำตาลเข้ม

นำสารละลายใน flask A และ B มาผสมกันมีตะกอนสีเหลืองของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอนออก
โดยใช้กรวยกรองและนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ของแข็งสีเหลืองของ **PAC-8** (0.11
กรัม 87% mp.234-236 °C)

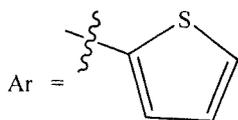
ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลือง (0.11 กรัม, 87%) จุดหลอมเหลว 234-236 °C, UV (CH₃OH)
 λ_{max} (nm) (log \mathcal{E}): 230.2 (2.83), 381.1 (3.58), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1590 (C=C stretching), 1188 (S=O
stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.82 (2H, *d*, *J* = 6.9 Hz), 8.01 (1H, *d*, *J*
= 15.6 Hz), 7.98 (2H, *d*, *J* = 6.9 Hz), 7.77 (2H, *d*, *J* = 8.4 Hz), 7.57 (1H, *d*, *J* = 5.1 Hz), 7.46 (1H, *d*, *J* =
5.1 Hz), 7.16 (1H, *t*, *J* = 5.1 Hz), 6.99 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 6.81 (2H, *d*, *J* = 8.4 Hz), 4.43 (3H, *s*), 3.79
(3H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylquinolinium benzenesulfonates (AEQ-An) ตาม scheme 3.7



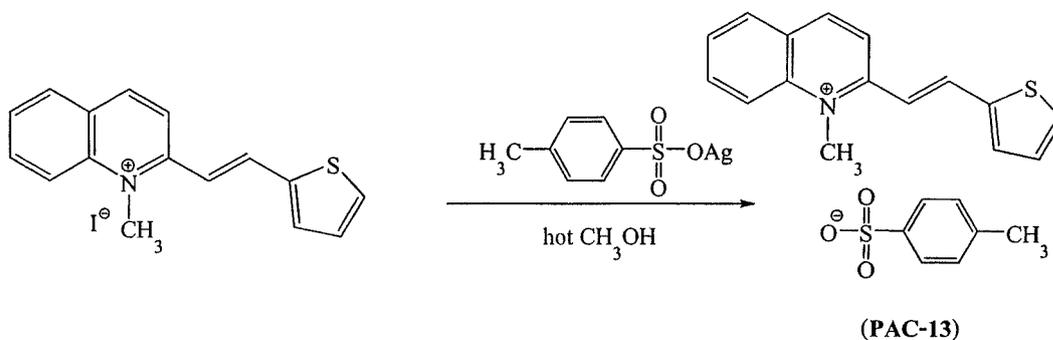
และ X = CH₃ (AEQ-I-An-Me) หรือ PAC-9
 Br (AEQ-I-An-Br) หรือ PAC-10
 Cl (AEQ-I-An-Cl) หรือ PAC-11
 และ OCH₃ (AEQ-I-An-OMe) หรือ PAC-12

สำหรับการเตรียมสารประกอบ PAC-9 - PAC-12 เนื่องจากไม่สามารถเตรียม AEQ-I ซึ่งเป็นสารตั้งต้นในการเตรียม PAC-9 - PAC-12 ได้ จึงไม่สามารถทำการสังเคราะห์ PAC-9 - PAC-12 ได้



และ X = CH₃ (AEQ-II-An-Me) หรือ PAC-13
 Br (AEQ-II-An-Br) หรือ PAC-14
 Cl (AEQ-II-An-Cl) หรือ PAC-15
 และ OCH₃ (AEQ-II-An-OMe) หรือ PAC-16

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylquinolinium benzenesulfonates (PAC-13)



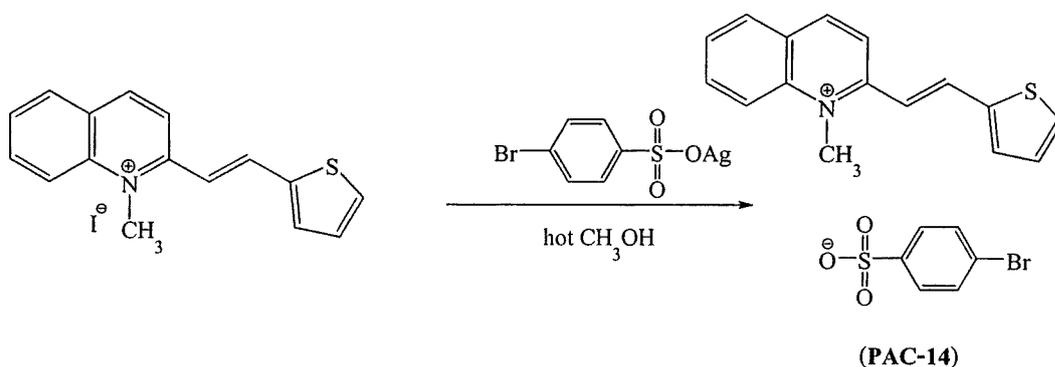
flask A : ละลาย **An-CH₃** 0.084 กรัม (0.3 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 30 มิลลิลิตร คนจนสารละลาย
หมด ได้สารละลายใส ไม่มีสี

flask B : ละลาย **AEQ-II** 0.114 กรัม (0.3 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลาย
หมด ได้สารละลายสีน้ำตาลเข้ม

นำสารละลายใน flask A และ B มาผสมกันมีตะกอนสีดำของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอนออกโดย
ใช้กรวยกรองและนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ของแข็งสีน้ำตาลของ **PAC-13** (0.12
กรัม 71% mp.200-202 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาล (0.12 กรัม, 71%) จุดหลอมเหลว 200-202 °C, UV (CH₃OH)
 λ_{\max} (nm) (log ϵ): 205.1 (9.83), 226.2 (10.97), 270.5 (2.61), 310.3 (1.92), 401.0 (4.27), IR (KBr)
V(cm⁻¹): 1600, (C=C stretching), 1220 (S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300
MHz): 8.40 (1H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 7.97 (1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.93 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 7.85 (1H, *d*, *J* = 15.6
Hz), 7.78 (1H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 7.66 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.42 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.28 (1H, *d*, *J* = 8.7
Hz), 7.25 (1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.19 (2H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.03 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 6.74 (1H, *t*, *J* = 8.7
Hz), 6.60 (2H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 4.10 (3H, *s*), 1.85 (3H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylquinolinium benzenesulfonates (PAC-14)



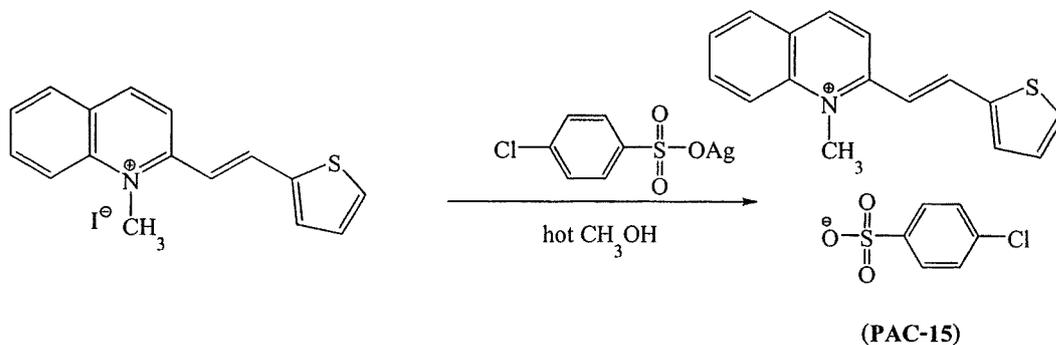
flask A: ละลาย **An-Br** 0.103 กรัม (0.3 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 30 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด
ได้สารละลายใส ไม่มีสี

flask B : ละลาย **AEQ-II** 0.114 กรัม (0.3 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลาย
หมด ได้สารละลายสีน้ำตาลเข้ม

นำสารละลายใน flask A และ B มาผสมกันมีตะกอนสีดำของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรองและนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ของแข็งสีน้ำตาลเข้มของ **PAC-14** (0.18 กรัม 95% mp. 256-258 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาลเข้ม (0.18 กรัม, 95%) จุดหลอมเหลว 256-258 °C, UV (CH₃OH)
 λ_{\max} (nm) (log ϵ): 204.4 (11.8), 222.9 (12.70), 287.1 (2.76), 313.6 (2.21), 405.0 (4.75), IR (KBr)
V(cm⁻¹): 1605, (C=C stretching), 1210 (S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300
MHz): 9.30 (1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 8.55 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 8.53 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 8.40 (1H, *d*, *J* = 15.6
Hz), 8.30 (1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 8.16 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.97 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.82 (1H, *d*, *J* = 8.4
Hz), 7.75 (1H, *d*, *J* = 8.4 Hz), 7.60 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.58 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 7.45 (2H, *d*, *J* = 9.0
Hz), 7.25 (2H, *t*, *J* = 8.4 Hz), 4.52 (3H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylquinolinium benzenesulfonates (PAC-15)



flask A: ละลาย **An-Cl** 0.090 กรัม (0.3 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 30 มิลลิลิตร คนจน

สารละลายหมด ได้สารละลายใส ไม่มีสี

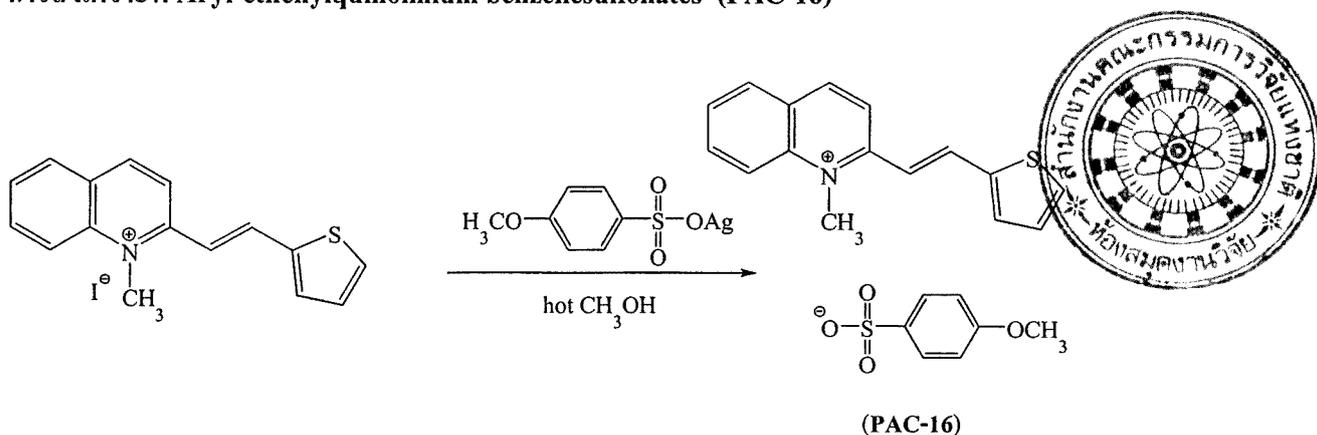
flask B : ละลาย **AEQ-II** 0.114 กรัม (0.3 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลาย

หมด ได้สารละลายสีน้ำตาลเข้ม

นำสารละลายใน flask A และ B มาผสมกันมีตะกอนสีดำของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรองและนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ของแข็งสีน้ำตาลเข้มของ **PAC-15** (0.15 กรัม 83%mp.230-232 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาลเข้ม (0.15 กรัม, 83%) จุดหลอมเหลว 230-232 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log ϵ): 220.9 (9.47), 242.1 (11.02), 285.1 (2.73), 311.6 (2.58), 406.3 (3.65), IR (KBr) ν (cm⁻¹): 1600, (C=C stretching), 1230 (S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 9.00 (1H, *d*, *J* = 8.4 Hz), 8.54 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 8.50 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 8.40 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 8.32 (1H, *d*, *J* = 8.4 Hz), 8.16 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.98 (1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.97 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.80 (1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.60 (2H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 7.59 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 7.37 (2H, *t*, *J* = 8.1 Hz), 7.35 (1H, *t*, *J* = 8.7 Hz), 4.50 (3H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylquinolinium benzenesulfonates (PAC-16)



flask A: ละลาย An-OCH₃ 0.089 กรัม (0.3 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 30 มิลลิลิตร คนจน

สารละลายหมด ได้สารละลายใส ไม่มีสี

flask B : ละลาย AEP-II 0.114 กรัม (0.3 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลาย

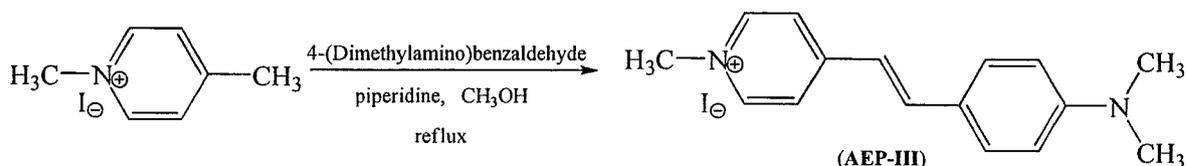
หมด ได้สารละลายสีน้ำตาลเข้ม

นำสารละลายใน flask A และ B มาผสมกันมีตะกอนสีดำของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรองและนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ของแข็งสีน้ำตาลของ PAC-16 (0.15 กรัม 88% mp.218-220 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาล (0.15 กรัม, 88%) จุดหลอมเหลว 218-220 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log ϵ): 203.1 (9.39), 228.2 (10.70), 276.5 (2.52), 312.3 (1.74), 405.0 (3.61), IR (KBr) V(cm⁻¹): 1600, (C=C stretching), 1200 (S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-d₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.92 (1H, *d*, *J* = 8.4 Hz), 8.50 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 8.40 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 8.38 (1H, *d*, *J* = 15.9 Hz), 8.25 (1H, *d*, *J* = 8.4 Hz), 8.15 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.90 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.76 (1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.75 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 7.70 (1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.55 (1H, *d*, *J* = 15.9 Hz), 7.23 (1H, *t*, *J* = 8.7 Hz), 6.80 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 4.60 (3H, *s*), 3.80 (3H, *s*)

จากการสังเคราะห์สารตามแผนการสังเคราะห์ดัง scheme 3.3 และ scheme 3.4 ไม่สามารถเตรียมสาร AEP-I และ AEQ-I ได้ แสดงว่า 2-furaldehyde ไม่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาเพื่อให้เกิดสาร AEP-I และ AEQ-I ผู้วิจัยจึงได้ทำวิจัยเพิ่มเติมโดยการสังเคราะห์สาร AEP-III และ AEQ-III โดยในส่วนของอัลดีไฮด์เลือกใช้ 4-(dimethylamino)benzaldehyde ได้ผลดังนี้

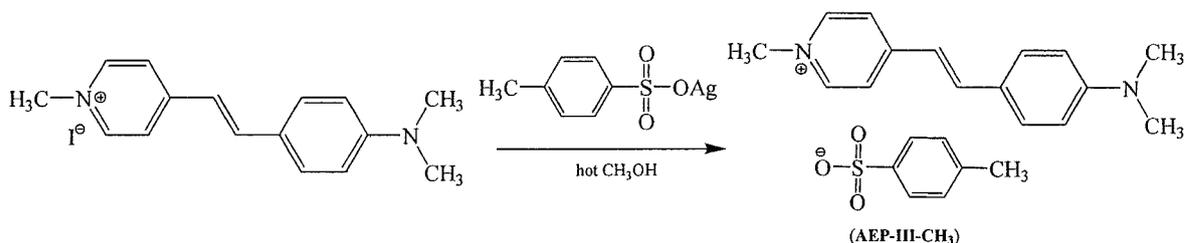
การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium benzenesulfonates (AEP-III-X)



ละลาย 1,4-dimethylpyridinium iodide 2.00 กรัม (8.51 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 5 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด เติมสารละลายของ 4-dimethylaminobenzaldehyde 1.27 กรัม (8.51 มิลลิโมล) และ piperidine 0.84 มิลลิลิตร (8.51 มิลลิโมล) ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ได้สารละลายสีแดงเข้ม ทำการรีฟลักซ์สารผสมภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 55-60 °C ทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง มีตะกอนสีแดงเข้มเกิดขึ้น นำขวดปฏิกิริยาไปทำให้เย็นในตู้เย็นเป็นเวลา 2 วัน กรองตะกอนแบบลดความดัน ล้างตะกอนด้วยคลอโรฟอร์ม นำตะกอนไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ของแข็งสีน้ำตาลอ่อนของ (E)-4-(4-(dimethylamino)styryl)-1-methylpyridinium iodide (AEP-III) (3.11 กรัม 99% m.p. 155-157 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาลอ่อน (3.11 กรัม, 99%) จุดหลอมเหลว 155-157 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log \mathcal{E}): 203.7 (5.49), 271.2 (6.42), 474.5 (5.70), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1579 (C=C stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.64 (2H, *d*, *J* = 6.2 Hz), 7.97 (2H, *d*, *J* = 6.2 Hz), 7.82 (1H, *d*, *J* = 15.9 Hz), 7.54 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.05 (1H, *d*, *J* = 15.9 Hz), 6.69 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 4.19 (3H, *s*), 3.02 (6H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium benzenesulfonates (AEP-III-CH₃)



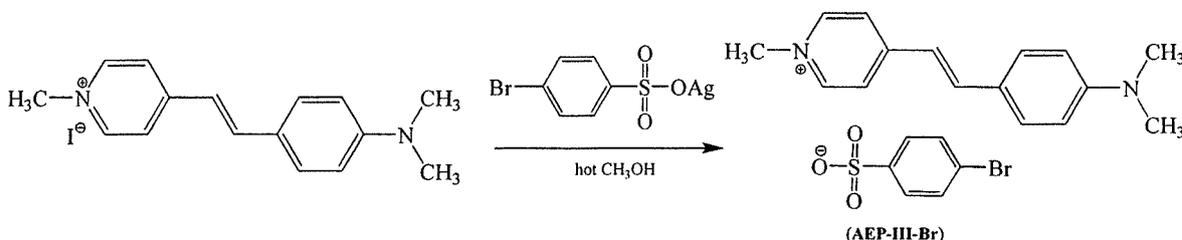
flask A : ละลาย An-CH₃ 0.15 กรัม (0.55 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 20 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด ได้สารละลายใสไม่มีสี

flask B : ละลาย **AEP-III** 0.20 กรัม (0.55 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 25 มิลลิลิตร คนจน สารละลาย
หมด ได้สารละลายสีแดง

นำสารละลายใน flask A และ flask B มาผสมกันมีตะกอนสีน้ำตาลของ AgI เกิดขึ้น กรอง
ตะกอนออกโดยใช้กรวยกรอง และนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ของแข็งสีส้มของ
AEP-III-CH₃ (0.20 กรัม 86% m.p.126-127 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีส้ม (0.20 กรัม, 86%) จุดหลอมเหลว 126-127 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max}
(nm) (log \mathcal{E}): 204.4 (5.01), 267.9 (5.44), 473.8 (5.04), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1587 (C=C stretching), 1370
(S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.65 (2H, *d*, *J* = 6.8 Hz), 7.94
(2H, *d*, *J* = 6.8 Hz), 7.77 (1H, *d*, *J* = 15.8 Hz), 7.65 (2H, *d*, *J* = 7.9 Hz), 7.56 (2H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 7.11
(2H, *d*, *J* = 7.9 Hz), 7.02 (1H, *d*, *J* = 15.8 Hz), 6.73 (2H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 4.24 (3H, *s*), 3.07 (6H, *s*), 2.33
(3H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium benzenesulfonates (**AEP-III-Br**)



flask A : ละลาย **An-Br** 0.19 กรัม (0.55 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 50 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด
ได้สารละลายใสไม่มีสี

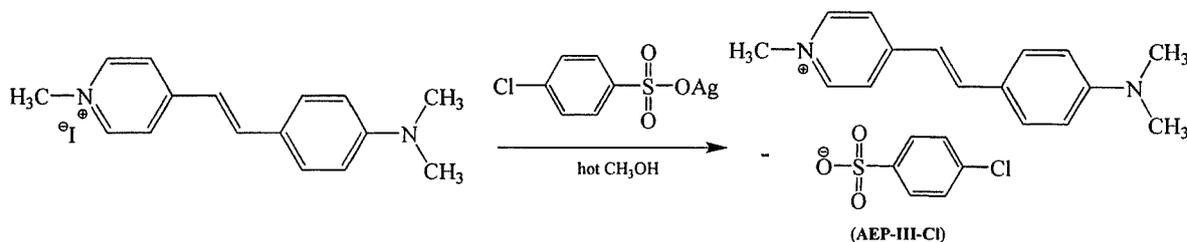
flask B : ละลาย **AEP-III** 0.20 กรัม (0.55 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 25 มิลลิลิตร คนจนสารละลาย
หมด ได้สารละลายสีแดง

นำสารละลายใน flask A และ flask B มาผสมกันมีตะกอนสีน้ำตาลของ AgI เกิดขึ้น กรอง
ตะกอนออกโดยใช้กรวยกรอง และนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ของแข็งสีแดงเข้มของ
AEP-III-Br (0.22 กรัม 84% m.p.263-264 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีแดงเข้ม (0.22 กรัม, 84%) จุดหลอมเหลว 263-264 °C, UV (CH₃OH)
 λ_{\max} (nm) (log \mathcal{E}): 202.4 (5.22), 225.6 (5.51), 270.6 (5.90), 475.2 (5.26), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1578 (C=C
stretching), 1375 (S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.67 (2H, *d*,
J = 6.6 Hz), 8.02 (2H, *d*, *J* = 6.6 Hz), 7.86 (1H, *d*, *J* = 16.4 Hz), 7.60 (2H, *d*, *J* = 2.1 Hz), 7.58 (2H, *d*,

$J = 2.1$ Hz), 7.48 (2H, d , $J = 8.7$ Hz), 7.12 (1H, d , $J = 16.4$ Hz), 6.75 (2H, d , $J = 8.7$ Hz), 4.20 (3H, s), 3.05 (6H, s)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium benzenesulfonates (AEP-III-Cl)



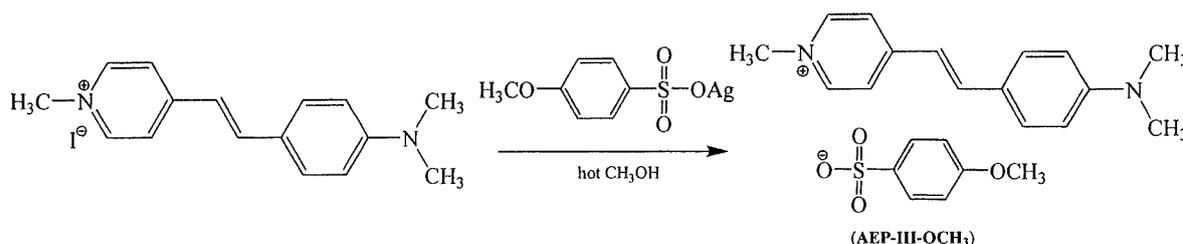
flask A : ละลาย An-Cl 0.16 กรัม (0.55 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 20 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด ได้สารละลายใสไม่มีสี

flask B : ละลาย AEP-III 0.20 กรัม (0.55 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 25 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด ได้สารละลายสีแดง

นำสารละลายใน flask A และ flask B มาผสมกันมีตะกอนสีน้ำตาลของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรอง และนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ของแข็งสีแดงของ AEP-III-Cl (0.22 กรัม 92% m.p.171-172 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีแดง (0.22 กรัม, 92%) จุดหลอมเหลว 171-172 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log \mathcal{E}): 203.1 (5.57), 273.9 (7.10), 472.5 (5.78), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1589 (C=C stretching), 1384 (S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.66 (2H, d , $J = 6.8$ Hz), 7.97 (2H, d , $J = 6.8$ Hz), 7.81 (1H, d , $J = 15.9$ Hz), 7.73 (2H, d , $J = 8.4$ Hz), 7.58 (2H, d , $J = 9.0$ Hz), 7.32 (2H, d , $J = 8.4$ Hz), 7.05 (1H, d , $J = 15.9$ Hz), 6.73 (2H, d , $J = 9.0$ Hz), 4.25 (3H, s), 3.07 (6H, s)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium benzenesulfonates (AEP-III-OCH₃)



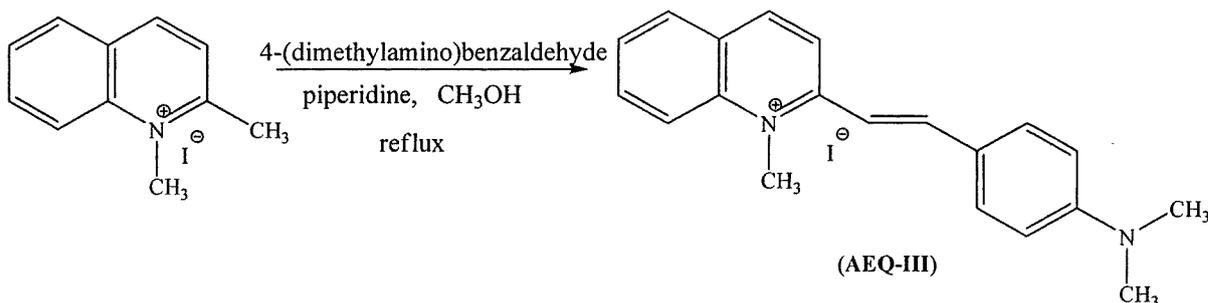
flask A : ละลาย **An-OCH₃** 0.16 กรัม (0.55 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 20 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด ได้สารละลายใสไม่มีสี

flask B : ละลาย **AEP-III** 0.20 กรัม (0.55 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 25 มิลลิลิตร คนจน สารละลายหมด ได้สารละลายสีแดง

นำสารละลายใน flask A และ flask B มาผสมกันมีตะกอนสีน้ำตาลของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรอง และนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกได้ของแข็งสีแดงของ **AEP-III-OCH₃** (0.20 กรัม 86% m.p.198-200 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีแดง (0.20 กรัม, 86%) จุดหลอมเหลว 198-200 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log ϵ): 203.1 (5.28), 225.6 (5.43), 269.9 (5.81), 473.8 (5.26), IR (KBr) ν (cm⁻¹): 1577 (C=C stretching), 1375 (S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.67 (2H, *J* = 6.9 Hz), 8.02 (2H, *J* = 6.9 Hz), 7.87 (1H, *d*, *J* = 16.2 Hz), 7.59 (2H, *d*, *J* = 8.9 Hz), 7.58 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.12 (1H, *d*, *J* = 16.2 Hz), 6.83 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 6.75 (2H, *t*, *J* = 8.9 Hz), 4.19 (3H, *s*), 3.76 (3H, *s*), 3.04 (6H, *s*)

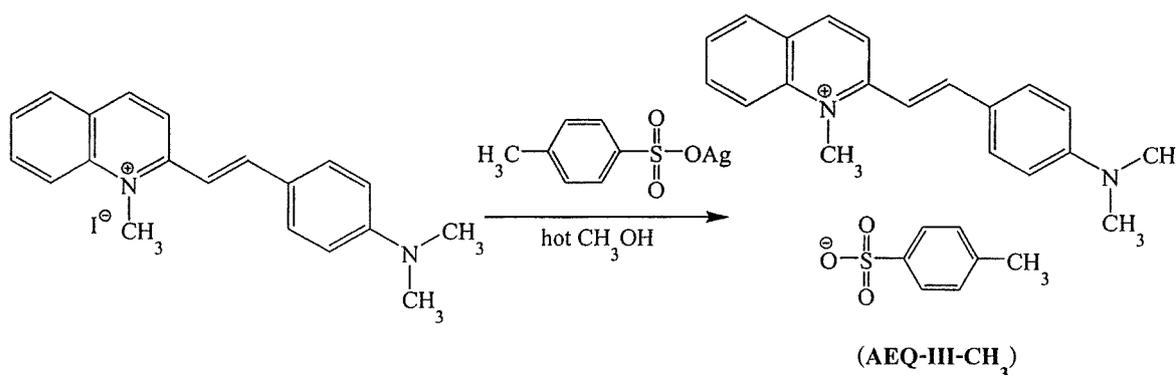
การสังเคราะห์ Aryl-ethenylquinolinium benzenesulfonates (AEQ-III-X)



ละลาย 1,2-dimethylquinolinium iodide 2.00 กรัม (7.01 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอล 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด เติมสารละลายของ 4-(Dimethylamino)benzaldehyde 1.04 กรัม และ piperidine 0.69 มิลลิลิตร ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ได้สารละลายสีแดง ทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 6 ชั่วโมง นำขวดปฏิกิริยาไปทำให้เย็นในตู้เย็นเป็นเวลา 3 วัน กรองตะกอนแบบลดความดัน ล้างตะกอนด้วยเมทานอลนำตะกอนไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ของแข็งสีดำนอง (*E*)-2-(4-(dimethylamino)styryl)-1-methylquinolinium iodide (**AEQ-III**) (2.60 กรัม 89% mp 218-219°C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีดำ (1.81 กรัม, 89%) จุดหลอมเหลว 218-219 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log \mathcal{E}): 205.3 (4.12), 221.9 (2.51), 280.9 (3.16), 326.8 (4.02), 521.13 (4.89), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1600 (C=C stretching), 1280 (C-N stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.70 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.40 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.31 (1H, *d*, *J* = 7.5 Hz), 8.14 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 8.05 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 8.01 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.80 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.78 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.50 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 6.80 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 4.50 (3H, *s*), 3.15 (6H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylquinolinium benzenesulfonates (AEQ-III-CH₃)



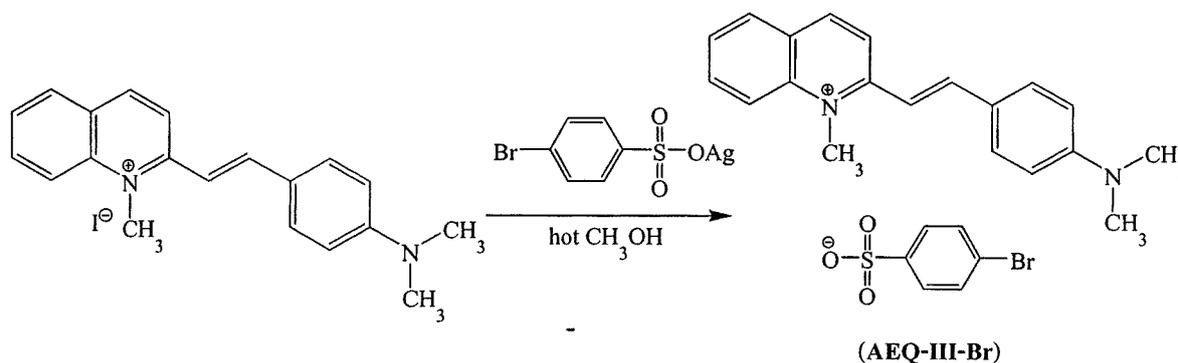
Flask A : ละลาย An-CH₃ 0.06 กรัม (0.24 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 25 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด ได้สารละลายใสไม่มีสี

Flask B : ละลาย AEQ-III 0.10 กรัม (0.24 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 40 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด ได้สารละลายสีชมพู

นำสารละลายใน flask A และ flask B มาผสมกันมีตะกอนสีดำของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรอง และนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกจนเกือบหมดจะได้ของแข็งสีขาวของ AEQ-III-CH₃ (0.06 กรัม 57% mp 284-285 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว (0.06 กรัม, 57%) จุดหลอมเหลว 284-285 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log \mathcal{E}): 328.6 (4.26), 521.1 (3.62), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1567 (C=C stretching), 1167 (S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.71 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.42 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.35 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 8.35 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 8.12 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 8.00 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 7.80 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.73 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.60 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 7.55 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 7.10 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 6.80 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 4.50 (3H, *s*), 3.15 (6H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylquinolinium benzenesulfonates (AEQ-III-Br)



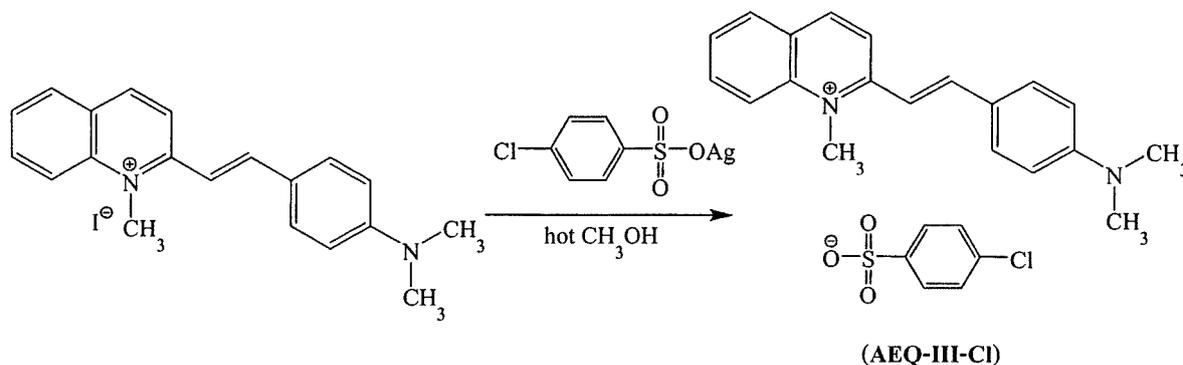
Flask A : ละลาย **An-Br** 0.08 กรัม (0.24 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 25 มิลลิลิตร คนจนสารละลาย
หมด ได้สารละลายใส ไม่มีสี

Flask B : ละลาย **AEQ-III** 0.10 กรัม (0.24 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 40 มิลลิลิตร คนจนสารละลาย
หมด ได้สารละลายสีชมพู

นำสารละลายใน flask A และ flask B มาผสมกันมีตะกอนสีน้ำตาลแดงของ AgI เกิดขึ้น กรอง
ตะกอนออกโดยใช้กรวยกรอง และนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกจนเกือบหมดจะได้
ของแข็งสีดำของ **AEQ-III-Br** (0.07 กรัม 59% mp 282-283°C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีดำ (0.07 กรัม, 59%) จุดหลอมเหลว 282-283 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max}
(nm) (log ϵ): 289.5 (4.52), 328.1 (3.14), 522.3 (2.72), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1570 (C=C stretching), 1190
(S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.70 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.41
(1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.37 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 8.14 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 8.05 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 8.01
(1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.88 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.82 (2H, *d*, *J* = 7.5 Hz), 7.72 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 7.63
(2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 6.95 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 6.80 (2H, *d*, *J* = 7.5 Hz), 4.52 (3H, *s*), 2.50 (6H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylquinolinium benzenesulfonates (AEQ-III-Cl)



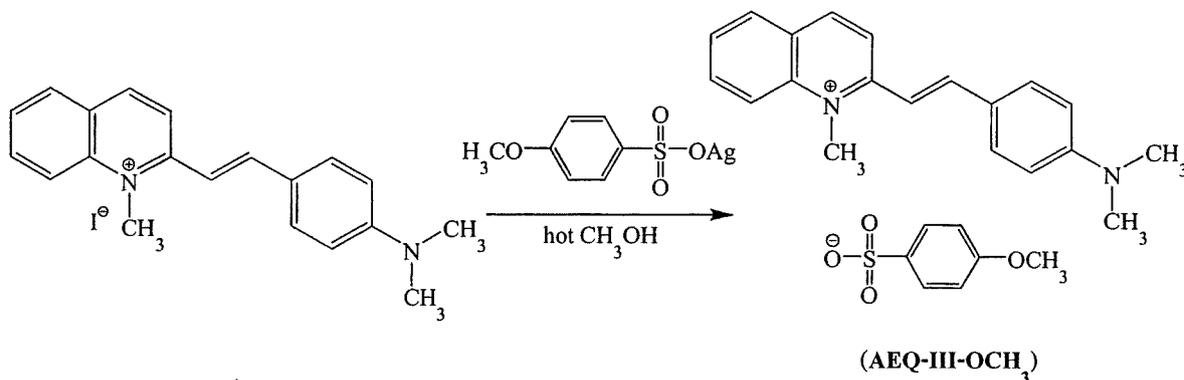
Flask A : ละลาย An-Cl 0.08 กรัม (0.24 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 20 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด ได้สารละลายใสไม่มีสี

Flask B : ละลาย AEQ-III 0.10 กรัม (0.24 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 50 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด ได้สารละลายสีชมพู

นำสารละลายใน flask A และ flask B มาผสมกันมีตะกอน ของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรอง และนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกจนเกือบหมดจะได้ของแข็งสีแดงของ AEQ-III-Cl (0.06 กรัม 54% mp 284-285°C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีแดง (0.06 กรัม, 54%) จุดหลอมเหลว 284-285 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log ϵ): 289.5 (4.38), 326.9 (3.76), 522.8 (2.36), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1571 (C=C stretching), 1164 (S=O stretching), ¹H NMR(CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.90 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.46 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.40 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 8.35 (1H, *d*, *J* = 7.8 Hz), 8.12 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 8.09 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 7.91 (1H, *t*, *J* = 7.8 Hz), 7.88 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.63 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 7.50 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 7.30 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 7.05 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 4.50 (3H, *s*), 3.12 (6H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylquinolinium benzenesulfonates (AEQ-III-OCH₃)



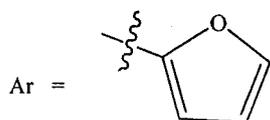
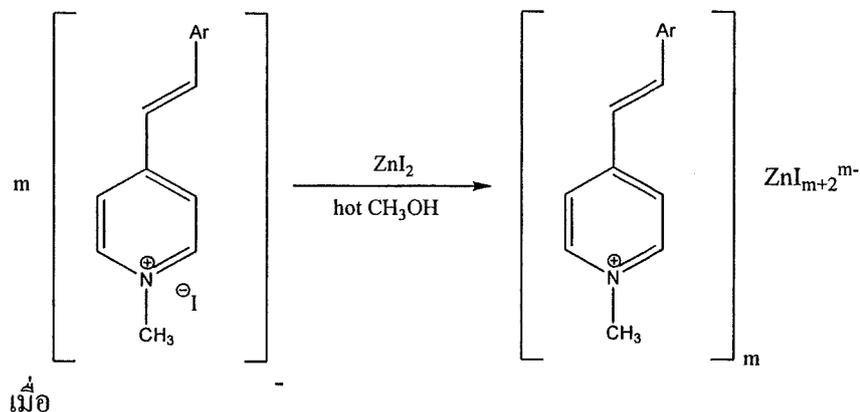
Flask A : ละลาย An-OCH₃ 0.07 กรัม (0.24 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 20 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด ได้สารละลายใสไม่มีสี

Flask B : ละลาย AEQ-III 0.10 กรัม (0.24 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอลร้อน 40 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด ได้สารละลายสี

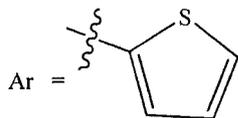
นำสารละลายใน flask A และ flask B มาผสมกันมีตะกอนสีดำของ AgI เกิดขึ้น กรองตะกอนออกโดยใช้กรวยกรอง และนำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกจนเกือบหมดจะได้ของแข็งสีเขียวของ AEQ-III-OCH₃ (0.09 กรัม 81% mp 279-281 °C)

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเขียว (0.09 กรัม, 81%) จุดหลอมเหลว 279-281 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log ϵ): 254.6 (3.24), 521.7 (4.52), IR (KBr) ν (cm⁻¹): 1568 (C=C stretching), 1163 (S=O stretching), ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.70 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.41 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.31 (1H, *d*, *J* = 7.9 Hz), 8.16 (1H, *d*, *J* = 7.9 Hz), 8.09 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 7.99 (1H, *t*, *J* = 7.9 Hz), 7.81 (1H, *t*, *J* = 7.9 Hz), 7.76 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.69 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 7.50 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 6.81 (2H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 6.80 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 4.50 (3H, *s*), 3.13 (6H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium zinc iodide (AEP-ZnI) ตาม scheme 3.8



AEP-I-ZnI หรือ PAC-17

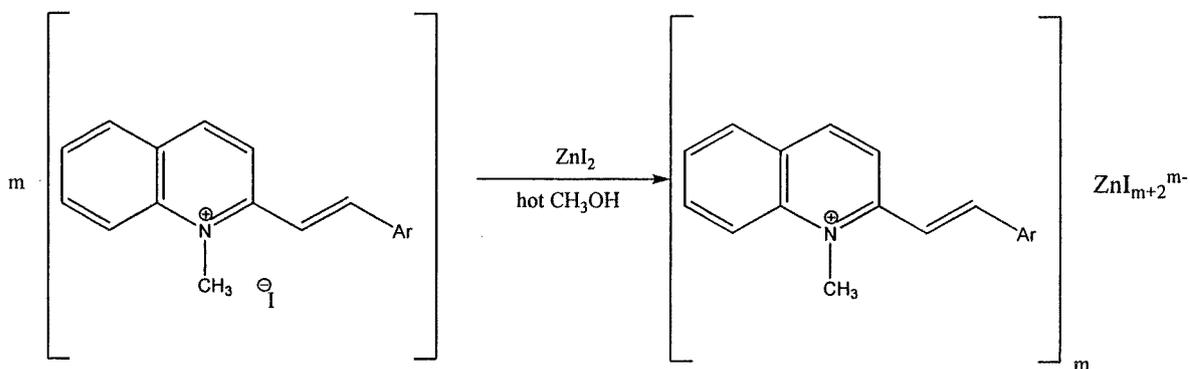


AEP-II-ZnI หรือ PAC-18

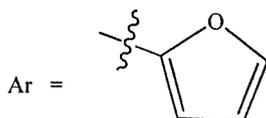
สำหรับการเตรียมสารประกอบ PAC-17 และ PAC-18 เนื่องจากไม่สามารถเตรียม AEP-I ซึ่งเป็นสารตั้งต้นในการเตรียม PAC-17 จึงไม่สามารถทำการสังเคราะห์ PAC-17

สำหรับ PAC-18 ไม่สามารถสังเคราะห์ได้แม้ว่าจะเปลี่ยนเงื่อนไขของปฏิกิริยาหลายสถานะแล้วก็ตาม

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium zinc iodide (AEQ-ZnI) ตาม scheme 3.9

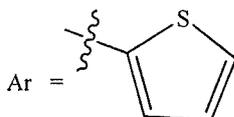


เมื่อ



AEQ-I-ZnI หรือ PAC-19

และ

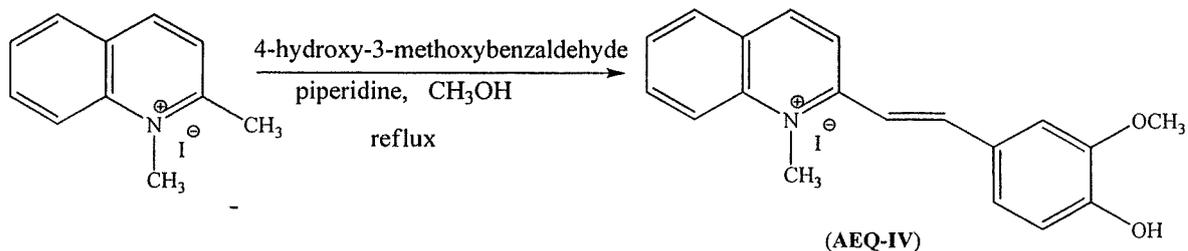


AEQ-II-ZnI หรือ PAC-20

สำหรับการเตรียมสารประกอบ PAC-19 และ PAC-20 เนื่องจากไม่สามารถเตรียม AEQ-I ซึ่งเป็นสารตั้งต้นในการเตรียม PAC-19 จึงไม่สามารถทำการสังเคราะห์ PAC-19 ได้

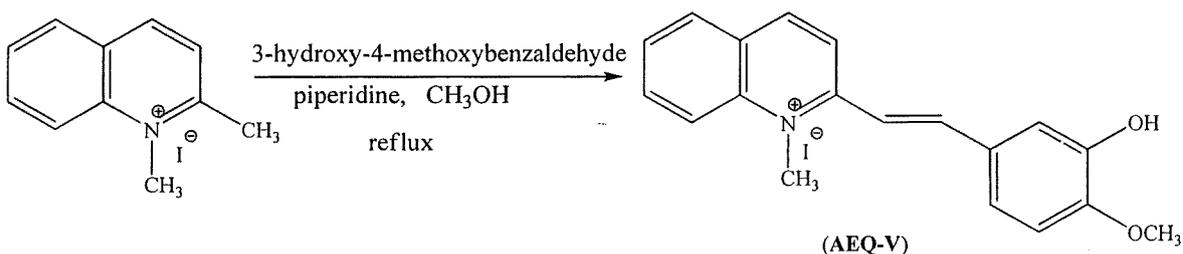
สำหรับ PAC-20 ไม่สามารถสังเคราะห์ได้แม้ว่าจะเปลี่ยนเงื่อนไขของปฏิกิริยาหลายสถานะแล้วก็ตาม

จากการสังเคราะห์สารตามแผนการสังเคราะห์ดัง scheme 13.8 และ scheme 13.9 ไม่สามารถเตรียมสาร PAC-17, PAC-18, PAC-19 และ PAC-20 ได้ แสดงว่า สารทั้งสี่สารไม่เหมาะสมที่จะเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับโลหะ Zn(II) ผู้วิจัยจึงได้ทำวิจัยเพิ่มเติมโดยการสังเคราะห์สาร AEQ-IV, AEQ-V, AEQ-VI และ AEQ-VII เพื่อทำการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนกับ Zn(II) ได้ผลดังนี้



ละลาย 1,2-dimethylquinolinium iodide 2.98 กรัม (10.05 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอล 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด เติมสารละลายของ vanillin 1.60 กรัม และ piperidine 1.00 มิลลิลิตร ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำขวดปฏิกิริยาไปทำให้เย็นในตู้เย็นเป็นเวลา 2 วัน กรองตะกอนแบบลดความดัน ล้างตะกอนด้วยไดเอทิลอีเทอร์ นำตะกอนไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ของแข็งสีแดงเข้มของ 4-[(*E*)-2-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)ethenyl]-1-methylquinolinium iodide (AEQ-IV) (2.87 กรัม 68% mp 248-250°C).

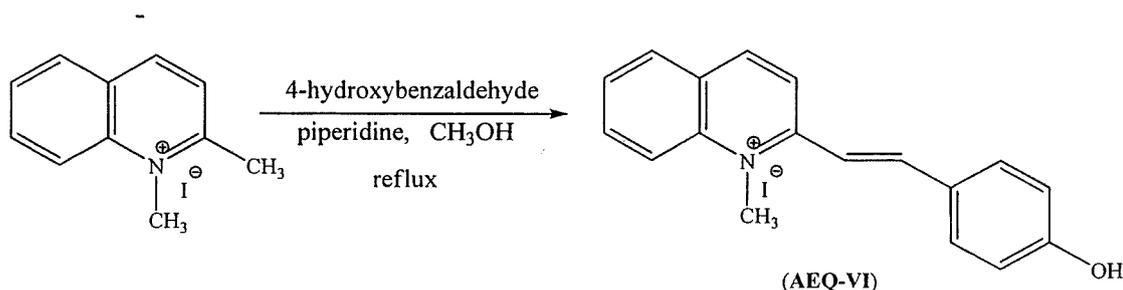
ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีแดงเข้ม ¹H NMR (CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 10.02 (1H, *s*), 8.94 (1H, *d*, *J* = 9.0), 8.53 (1H, *d*, *J* = 9.0), 8.50 (1H, *d*, *J* = 7.5), 8.30 (1H, *dd*, *J* = 1.2, 7.5 Hz), 8.17 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 8.15 (1H, *dt*, *J* = 1.2, 7.5 Hz), 7.90 (1H, *t*, *J* = 7.5 Hz), 7.73 (1H, *d*, *J* = 15.6 Hz), 7.58 (1H, *d*, *J* = 1.8 Hz), 7.41 (1H, *dd*, *J* = 1.8, 8.1 Hz), 6.93 (1H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 4.62 (3H, *s*), 3.95 (3H, *s*)



ละลาย 1,2-dimethylquinolinium iodide 2.98 กรัม (10.05 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอล 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด เติมสารละลายของ isovanillin 1.60 กรัม และ piperidine 1.00 มิลลิลิตร ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำขวดปฏิกิริยาไปทำให้เย็นในตู้เย็นเป็นเวลา 2 วัน กรองตะกอนแบบลดความดัน ล้างตะกอนด้วยไดเอทิล

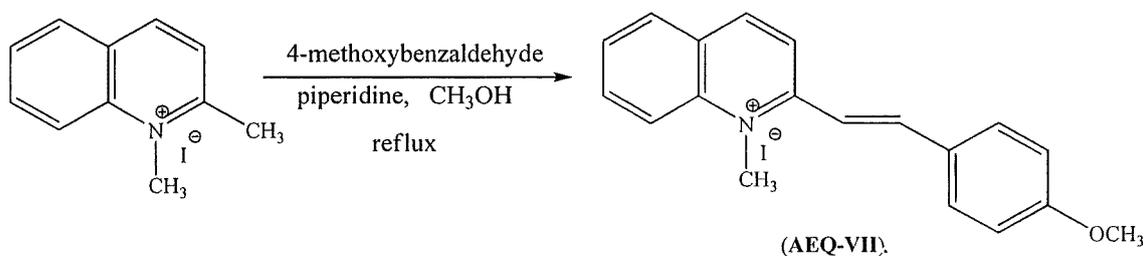
อีเทอร์ นำตะกอนไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ของแข็งน้ำตาล-แดงของ 4-[(*E*)-2-(3-hydroxy-4-methoxyphenyl)ethenyl]-1-methylquinolinium iodide (AEQ-V) (2.70 g 64% mp 218-220°C).

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาล-แดง $^1\text{H NMR}$ ($\text{CDCl}_3 + \text{DMSO-}d_6$) (δ ppm) (300 MHz): 9.52 (1H, *s*), 8.95 (1H, *d*, $J = 9.0$ Hz), 8.52 (1H, *d*, $J = 9.0$ Hz), 8.49 (1H, *d*, $J = 7.5$ Hz), 8.32 (1H, *d*, $J = 7.5$ Hz), 8.18 (1H, *dt*, $J = 1.5, 7.5$ Hz), 8.09 (1H, *d*, $J = 15.9$ Hz), 7.93 (1H, *t*, $J = 7.5$ Hz), 7.69 (1H, *d*, $J = 15.9$ Hz), 7.49 (1H, *d*, $J = 2.1$ Hz), 7.41 (1H, *br d*, $J = 8.4$ Hz), 7.36 (1H, *d*, $J = 8.4$ Hz), 4.65 (3H, *s*), 3.95 (3H, *s*)



ละลาย 1,2-dimethylquinolinium iodide 2.00 กรัม (7.01 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอล 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด เติมสารละลายของ 4-hydroxybenzaldehyde 0.86 กรัม และ piperidine 0.69 มิลลิลิตร ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำขวดปฏิกิริยาไปทำให้เย็นในตู้เย็นเป็นเวลา 2 วัน กรองตะกอนแบบลดความดัน ล้างตะกอนด้วยไดเอทิลอีเทอร์ นำตะกอนไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ของแข็งน้ำตาลของ 4-[(*E*)-2-(4-hydroxyphenyl)ethenyl]-1-methylquinolinium iodide (AEQ-VI) (1.99 กรัม 73% mp 192-194°C).

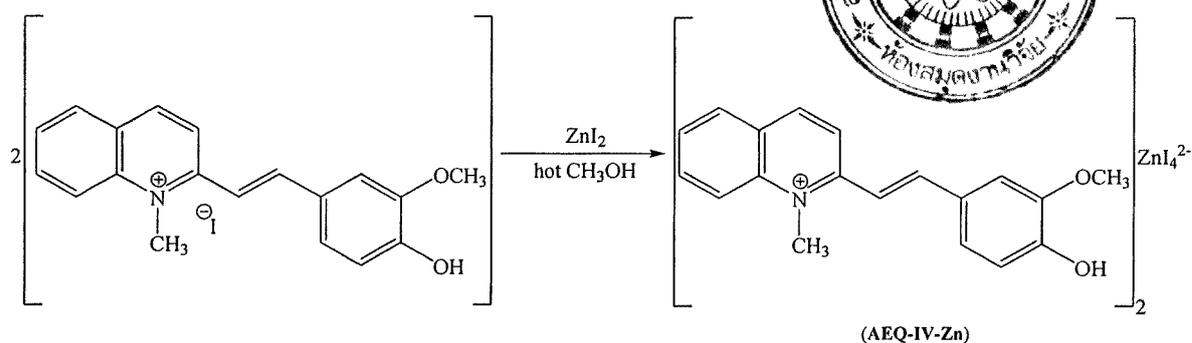
ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาล $^1\text{H NMR}$ ($\text{CDCl}_3 + \text{DMSO-}d_6$) (δ ppm) (300 MHz): 9.64 (1H, *s*), 8.47 (1H, *d*, $J = 9.0$ Hz), 8.22 (1H, *d*, $J = 9.0$ Hz), 8.15 (1H, *d*, $J = 8.4$ Hz), 8.05 (1H, *br d*, $J = 8.1$ Hz), 8.01 (1H, *ddd*, $J = 1.5, 7.2, 8.4$ Hz), 7.98 (1H, *d*, $J = 15.3$ Hz), 7.72 (1H, *dd*, $J = 7.2, 8.1$ Hz), 7.68 (2H, *d*, $J = 9.0$ Hz), 7.02 (1H, *d*, $J = 15.3$ Hz), 6.72 (2H, *d*, $J = 9.0$ Hz), 4.35 (3H, *s*)



ละลาย 1,2-dimethylquinolinium iodide 1.00 กรัม (3.51 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอล 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด เติมสารละลายของ 4-methoxybenzaldehyde 0.43 กรัม และ piperidine 0.35 มิลลิลิตร ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 7 ชั่วโมง นำขวดปฏิกิริยาไปทำให้เย็นในตู้เย็นเป็นเวลา 2 วัน กรองตะกอนแบบลดความดัน ล้างตะกอนด้วยไดเอทิลอีเทอร์ นำตะกอนไปทำให้แห้งโดยใช้ vacuum ได้ของแข็งน้ำตาลของ 4-[(E)-2-(4-hydroxyphenyl)ethenyl]-1-methylquinolinium iodide (AEQ-VII) (1.03 กรัม 73% mp 192-194°C).

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาล $^1\text{H NMR}$ ($\text{CDCl}_3 + \text{DMSO-}d_6$) (δ ppm) (300 MHz): 8.91 (1H, *d*, $J = 9.0$ Hz), 8.47 (1H, *d*, $J = 9.0$ Hz), 8.42 (1H, *d*, $J = 8.1$ Hz), 8.27 (1H, *br d*, $J = 8.1$ Hz), 8.17 (1H, *dt*, $J = 1.5, 8.1$ Hz), 8.10 (1H, *d*, $J = 15.6$ Hz), 7.92 (1H, *t*, $J = 8.1$ Hz), 7.90 (2H, *d*, $J = 8.7$ Hz), 7.72 (1H, *d*, $J = 15.6$ Hz), 7.04 (2H, *d*, $J = 8.7$ Hz), 4.62 (3H, *s*), 3.91 (3H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium zinc iodide (AEQ-IV-Zn)

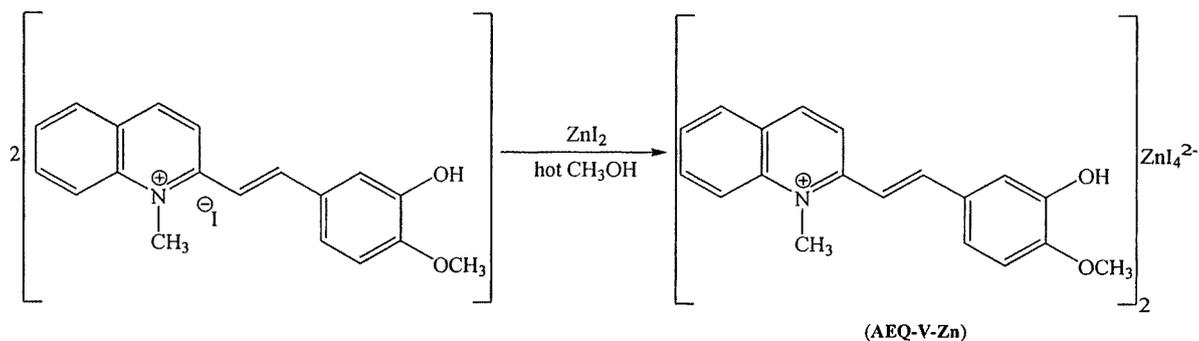


ละลาย AEQ-IV 0.40 กรัม (0.80 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอล 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด เติมสารละลายของ zinc(II) iodide 0.15 กรัม (0.40 มิลลิโมล) ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกันเวลา 1 ชั่วโมง นำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายให้แห้งโดยใช้ evaporator ได้ของแข็งน้ำตาลของ (AEQ-IV-Zn) (0.14 กรัม 40% mp 225-226°C).

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาล (0.14 กรัม, 40%) จุดหลอมเหลว 225-226 °C, UV (CH_3OH) λ_{max} (nm) ($\log \mathcal{E}$): 217.3 (4.87), 311.6 (3.83), 440.9 (5.04), 561.8 (4.60), IR (KBr) $\text{V}(\text{cm}^{-1})$: 3437 (O-H stretching), 1579 (C=C stretching), $^1\text{H NMR}$ ($\text{CDCl}_3 + \text{DMSO-}d_6$) (δ ppm) (300 MHz): 9.87 (1H, *s*), 8.89 (1H, *d*, $J = 9.0$ Hz), 8.48 (1H, *d*, $J = 9.0$ Hz), 8.45 (1H, *d*, $J = 7.5$ Hz), 8.27 (1H, *dd*, $J = 1.2, 7.5$ Hz), 8.14 (1H, *dt*, $J = 1.2, 7.5$ Hz), 7.92 (1H, *d*, $J = 15.9$ Hz), 7.90 (1H, *t*, $J = 7.5$ Hz), 7.70 (1H, *d*,

$J = 15.9$ Hz), 7.52 (1H, *d*, $J = 1.8$ Hz), 7.39 (1H, *dd*, $J = 1.8, 8.1$ Hz), 6.95 (1H, *d*, $J = 8.1$ Hz), 4.62 (3H, *s*), 4.00 (3H, *s*)

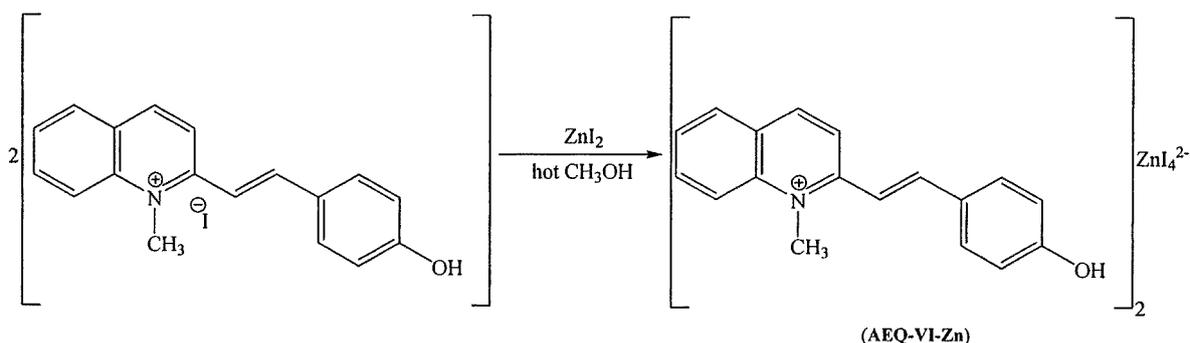
การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium zinc iodide (AEQ-V-Zn)



ละลาย AEQ-V 0.40 กรัม (0.80 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอล 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมดเติมสารละลายของ zinc(II) iodide 0.15 กรัม (0.40 มิลลิโมล) ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกันเวลา 1 ชั่วโมง นำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายให้แห้งโดยใช้ evaporator ได้ของแข็งน้ำตาลของ (AEQ-V-Zn) (0.14 กรัม 40% mp 220-221°C).

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งน้ำตาล (0.14 กรัม, 40%) จุดหลอมเหลว 220-221 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) ($\log \epsilon$): 218.2 (5.24), 305.4 (4.51), 430.9 (4.99), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3436 (O-H stretching), 1585 (C=C stretching), 1221 (C-O stretching), ¹H NMR(CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 9.31 (1H, *s*), 8.97 (1H, *d*, $J = 9.0$ Hz), 8.54 (1H, *d*, $J = 9.0$ Hz), 8.50 (1H, *d*, $J = 7.5$ Hz), 8.31 (1H, *d*, $J = 7.5$ Hz), 8.15 (1H, *dt*, $J = 1.5, 7.5$ Hz), 8.11 (1H, *d*, $J = 15.9$ Hz), 7.91 (1H, *t*, $J = 7.5$ Hz), 7.70 (1H, *d*, $J = 15.9$ Hz), 7.47 (1H, *d*, $J = 2.1$ Hz), 7.41 (1H, *br d*, $J = 8.4$ Hz), 7.04 (1H, *d*, $J = 8.4$ Hz), 4.57 (3H, *s*), 3.92 (3H, *s*)

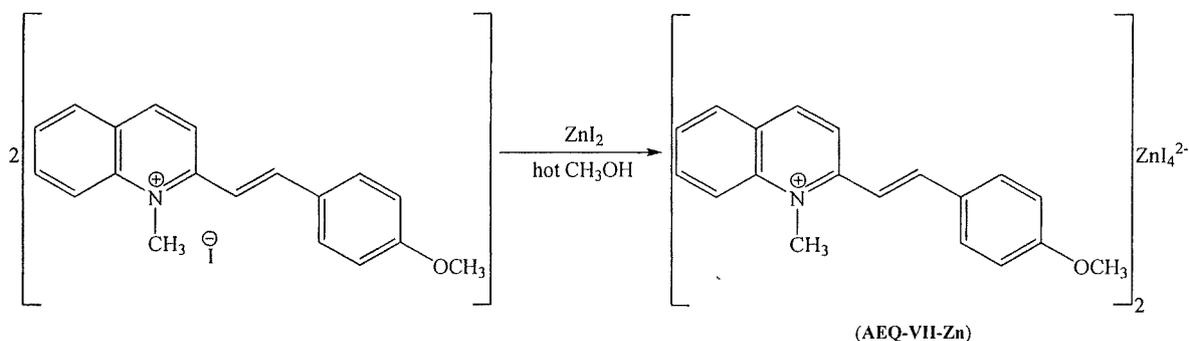
การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium zinc iodide (AEQ-VI-Zn)



ละลาย **AEQ-VI** 0.60 กรัม (1.54 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอล 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด เติมสารละลายของ zinc(II) iodide 0.25 กรัม (0.77 มิลลิโมล) ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกันเวลา 1 ชั่วโมง นำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายให้แห้งโดยใช้ evaporator ได้ของแข็งแดงเข้มของ (**AEQ-VI-Zn**) (0.37 กรัม 43% mp 234-236°C).

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีแดงเข้ม (0.37 กรัม, 43%) จุดหลอมเหลว 234-236 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log \mathcal{E}): 220.9 (3.38), 260.6 (3.02), 312.2 (2.79), 426.8 (3.32), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3421 (O-H stretching), 1586 (C=C stretching), ¹H NMR(CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 9.68 (1H, *s*), 8.86 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.46 (1H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 8.41 (1H, *d*, *J* = 8.1 Hz), 8.25 (1H, *br d*, *J* = 8.1 Hz), 8.12 (1H, *dt*, *J* = 1.5, 8.1 Hz), 8.10 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 7.87 (1H, *t*, *J* = 8.1 Hz), 7.78 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 7.64 (1H, *d*, *J* = 15.3 Hz), 6.92 (2H, *d*, *J* = 9.0 Hz), 4.48 (3H, *s*)

การสังเคราะห์ Aryl-ethenylpyridinium zinc iodide (AEQ-VII-Zn)

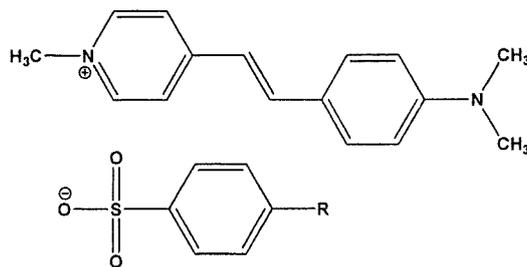


ละลาย **AEQ-VII** 0.60 กรัม (1.48 มิลลิโมล) ด้วยเมทานอล 10 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมด เติมสารละลายของ zinc(II) iodide 0.24 กรัม (0.74 มิลลิโมล) ลงในสารละลายข้างต้นตามลำดับ คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกันเวลา 1 ชั่วโมง นำสารละลายที่ได้ไประเหยตัวทำละลายให้แห้งโดยใช้ evaporator ได้ของแข็งสีน้ำตาลของ (**AEQ-VII-Zn**) (0.40 กรัม 73% mp 229-231 °C).

ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาล (0.40 กรัม, 73%) จุดหลอมเหลว 229-231 °C, UV (CH₃OH) λ_{\max} (nm) (log \mathcal{E}): 219.1 (3.92), 2.49.2 (3.73), 407.2 (3.68), IR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 1581 (C=C stretching), 1220 (C-O stretching), ¹H NMR(CDCl₃ + DMSO-*d*₆) (δ ppm) (300 MHz): 8.97 (1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 8.53 (1H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 8.51 (1H, *d*, *J* = 7.2 Hz), 8.32 (1H, *d*, *J* = 7.2 Hz), 8.25-8.14 (1H, *m*), 8.20 (1H, *d*, *J* = 15.9 Hz), 8.02-7.90 (1H, *m*), 7.95 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 7.79 (1H, *d*, *J* = 15.9 Hz), 7.08 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz), 4.57 (3H, *s*), 3.59 (3H, *s*)

เนื่องจากสารที่สังเคราะห์ได้ตกผลึกใน centrosymmetric space group ซึ่งไม่แสดงสมบัติ second order non linear optical ตามที่คาดหมายไว้ เพื่อให้เกิดประโยชน์ต่องานวิจัย จากการตรวจสอบเอกสารเพิ่มเติมพบว่า สารอนุพันธ์ pyridinium และ quinolinium ที่มีหมู่แทนที่เป็น amino และ thiophene หลายชนิดแสดงฤทธิ์ทางชีวภาพที่น่าสนใจ ดังนั้นผู้วิจัยจึงได้นำสารอนุพันธ์ pyridinium และ quinolinium ที่มีหมู่แทนที่เป็น amino และหมู่ thiophene ที่สังเคราะห์ได้ไปทดสอบฤทธิ์ด้านเชื้อแบคทีเรีย และพบว่าสำหรับสารประกอบที่มีหมู่แทนที่ thiophene คือสาร **AEP-II** และ **PAC5 – PAC8** ไม่ออกฤทธิ์ด้านเชื้อแบคทีเรีย ในขณะที่สาร **AEQ-II** และ **PAC13 – PAC16** แสดงฤทธิ์ด้านเชื้อแบคทีเรียต่ำมาก

สำหรับสารประกอบที่มีหมู่แทนที่ เป็น dimethylamino (**AEP-III-X** และ **AEQ-III-X**) แสดงฤทธิ์ด้านเชื้อแบคทีเรียที่น่าสนใจ ดังตารางที่ 1 และตารางที่ 2



AEP-III = (*E*)-4-(4-(dimethylamino)styryl)-1-methylpyridinium iodide

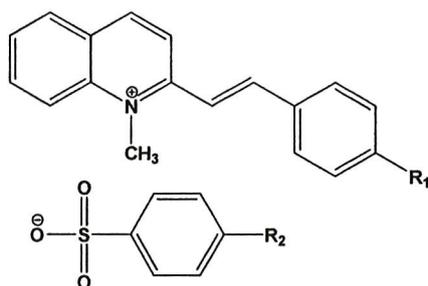
ตารางที่ 1ฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียของสาร AEP-III-X

Compound	MIC ($\mu\text{g/ml}$)							
	Gram-positive bacteria					Gram-negative bacteria		
	MRSA*	<i>S. aureus</i>	<i>B. subtilis</i>	VRE**	<i>E. faecalis</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>S. typhi</i>	<i>S. sonnei</i>
AEP-III-CH ₃	18.75	-	-	-	-	300	-	-
AEP-III-Br	37.5	-	-	-	-	-	-	-
AEP-III-Cl	18.75	-	300	300	300	150	-	-
AEP-III-OCH ₃	18.75	-	300	300	300	150	-	-
BZK	9.37	<2.34	150	9.37	9.37	300	9.37	-
Vancomycin	<2.34	4.68	2.34	2.34	<2.34	2.34	4.68	4.68

- No activity was observed up to 300 $\mu\text{g/mL}$.

* Methicillin-Resistant *S. aureus* ATCC 43300

** Vancomycin-Resistant *E. faecalis* ATCC 51299



AEQ-III = (*E*)-2-(4-(dimethylamino)styryl)-1-methylquinolinium iodide

ตารางที่ 2ฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียของสาร AEQ-III-X

Compound	MIC ($\mu\text{g/ml}$)							
	Gram-positive bacteria					Gram-negative bacteria		
	MRSA	<i>S.</i>	<i>B.</i>	VRE**	<i>E.</i>	<i>P.</i>	<i>S.</i>	<i>S.</i>
	*	<i>aureus</i>	<i>subtilis</i>		<i>faecalis</i>	<i>aeruginosa</i>	<i>typhi</i>	<i>sonnei</i>
AEQ-III-CH ₃	2.34	2.34	2.34	2.34	2.34	300	300	2.34
AEQ-III-Br	2.34	2.34	2.34	2.34	2.34	300	300	2.34
AEQ-III-Cl	2.34	2.34	2.34	2.34	2.34	300	300	2.34
AEQ-III-OCH ₃	2.34	-	75	150	150	-	-	150
BZK	9.37	<2.34	150	9.37	9.37	300	9.37	-
Vancomycin	<2.34	9.37	2.34	2.34	9.375	2.34	2.34	2.34

- No activity was observed up to 300 $\mu\text{g/mL}$.

* Methicillin-Resistant *S. aureus* ATCC 43300

** Vancomycin-Resistant *E. faecalis* ATCC 51299

Bacteria strains

Gram-positive bacteria

- *Bacillus subtilis*
- *Enterococcus faecalis*
- *Staphylococcus aureus*
- Methicillin-Resistant *Staphylococcus aureus*
- Vancomycin-Resistant *Enterococcus faecalis*

Gram-negative bacteria

- *Pseudomonas aeruginosa*
- *Salmonella typhi*
- *Shigella sonnei*