



บทที่ 2 การทดลอง

2.1 เครื่องมือ

- 2.1.1 Fourier Transform NMR Spectrometer ACF 200 MHz , Brucker , Switzerland
- 2.1.2 Rotatory Evaporator , Eyela , Japan
- 2.1.3 Eyela Magnetic Stirrer RC-2 , Eyela , Japan
- 2.1.4 CHNO/S Analyser PE2400 Series II , Perkin Elmer , USA.
- 2.1.5 Vacuum-System B-169 , Buchi , Switzerland
- 2.1.6 Buchi 500 Melting Points Apparatus , Buchi , Switzerland
- 2.1.7 Mass Spectrometer (MS) model JMS-DX-300 , Jeol , Japan

2.2 สารเคมี

- 2.2.1 Methylene chloride , Analar grade , J.T. Baker , USA.
- 2.2.2 Hexane , Analar grade , J.T. Baker , USA.
- 2.2.3 Methanol , Absolute , J.T. Baker , USA.
- 2.2.4 Chloroform , Analar grade , J.T. Baker , USA.
- 2.2.5 Acetonitrile , Analar grade , J.T. Baker , USA.
- 2.2.6 Tetrahydrofuran , Analar grade , J.T. Baker , USA.
- 2.2.7 Ether , Analar grade , J.T. Baker , USA.
- 2.2.8 Acetone , Commercial grade , Dow Chemical , USA.
- 2.2.9 Salicylaldehyde , Analar grade , Fluka , Switzerland
- 2.2.10 1,3-diaminopropane , Analar grade , Fluka , Switzerland
- 2.2.11 1,4-diaminobutane , Analar grade , Fluka , Switzerland
- 2.2.12 Sodium hydroxide , Analar grade , Merck , Germany

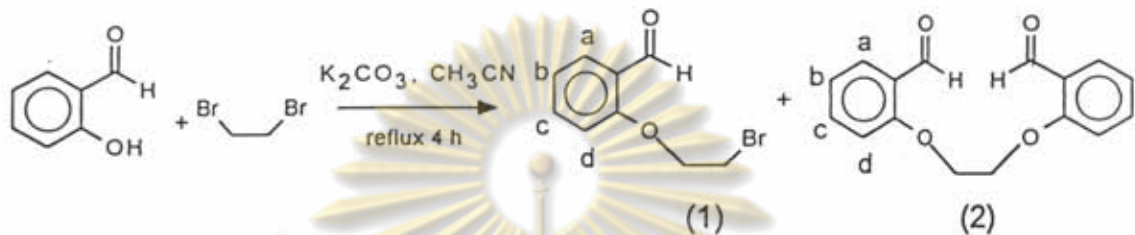
- 2.2.13 Potassium carbonate , Analar grade , Fluka , Switzerland
- 2.2.14 1,2-dibromoethane , Analar grade , Sigma , USA.
- 2.2.15 Sodium borohydride , Analar grade , Fluka , Switzerland
- 2.2.16 Zinc chloride , Analar grade , Fluka , Switzerland
- 2.2.17 Zinc bromide , Analar grade , Sigma , USA
- 2.2.18 Zinc iodide , Analar grade , Fluka , Switzerland
- 2.2.19 Zinc nitrate hexahydrate , Analar grade , Sigma , USA.
- 2.2.20 Zinc sulfate heptahydrate , Analar grade , Sigma , USA.
- 2.2.21 Zinc perchlorate hexahydrate , Analar grade , Fluka , Switzerland
- 2.2.22 Sodium phosphate , Analar grade , Fluka , Switzerland
- 2.2.23 Hydrochloric acid , Analar grade , Merck , Germany
- 2.2.24 Sodium sulfate anhydrous , Analar grade , Fluka , Switzerland
- 2.2.25 Silica gel 7734 , Merck , Germany
- 2.2.26 Sea sand , Fluka , Switzerland
- 2.2.27 Deuterated methanol , Fluka , Switzerland
- 2.2.28 Deuterated chloroform , Fluka , Switzerland



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.3 การสังเคราะห์

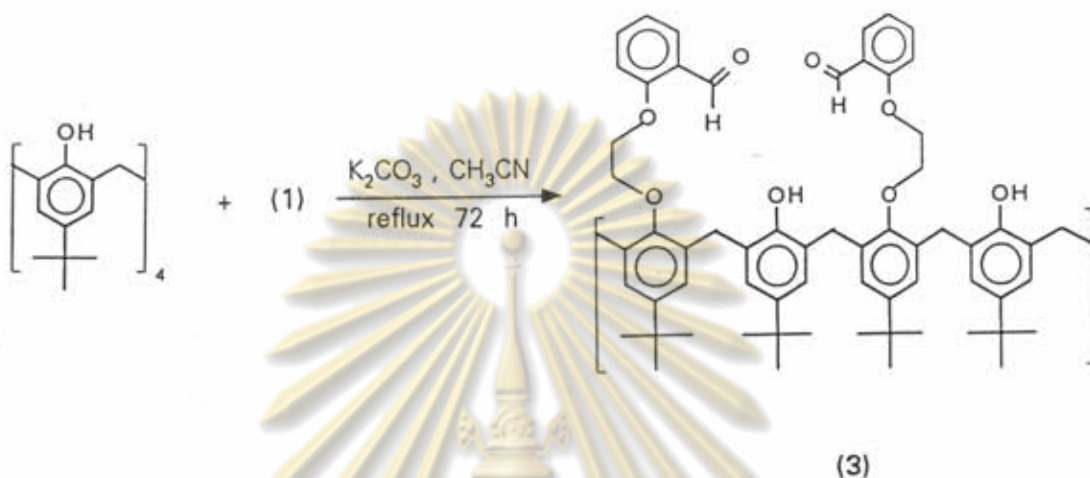
2.3.1 การสังเคราะห์ 2-((2'-bromo)ethoxy)benzaldehyde (1) [26]



บรรจุ acetonitrile (500 mL), salicylaldehyde (25.4 mL, 242.4 mmol) และ potassium carbonate (46.00 g, 334.8 mmol) ลงในขวดก้นกลมขนาด 1 L เติม 1,2-dibromoethane (205.5 mL, 2.2 mol) คนสารละลายตลอดเวลาภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนและทำการ reflux เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วกรอง potassium carbonate ออก ล้างของแข็งด้วย methylene chloride ในปริมาณมาก นำสารละลายที่กรองได้มาระเหยตัวทำละลายออกโดยใช้เครื่อง rotatory evaporator จะได้น้ำมันสีเหลือง 63.17 g นำ residue ที่ได้มาทำการแยกบน silica chromatographic column โดยมี methylene chloride เป็น eluent เก็บสารที่ต้องการ 2-((2'-bromo)ethoxy)benzaldehyde (1) ร่วมกับ salicylaldehyde แล้วทำการตกผลึกสารที่ต้องการด้วย hexane กรองผลึกสีขาวที่ได้และล้างด้วย hexane สารที่ได้มีน้ำหนัก 31.76 g (ผลผลิต 58 %) จุดหลอมเหลว 58 °C นำสารไปศึกษา $^1\text{H-NMR}$ spectrum โดย $^1\text{H-NMR}$ spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 18 และผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum แสดงในตารางที่ 1

เก็บสาร 2,2'-(1,2-dioxyethylene)bisbenzaldehyde (2) แล้วระเหยตัวทำละลายออกโดยใช้เครื่อง rotatory evaporator จะได้ของแข็งสีเหลืองหนัก 0.434 g นำสารไปศึกษา $^1\text{H-NMR}$ spectrum โดย $^1\text{H-NMR}$ spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 19 และผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum แสดงในตารางที่ 2

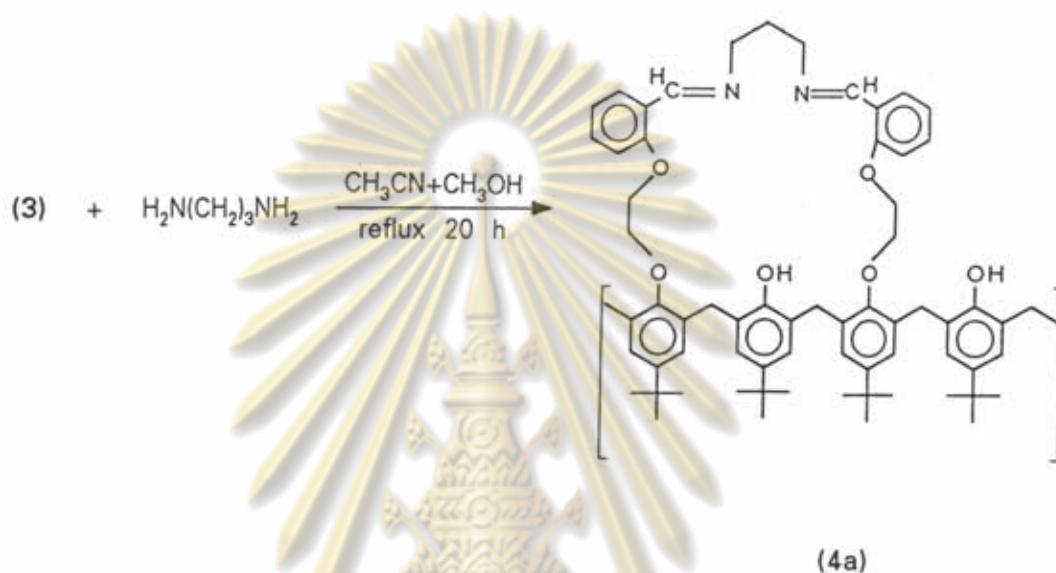
2.3.2 การสังเคราะห์ 25,27-di((2-ethoxy)benzaldehyde)-*p*-*tert*-butylcalix[4]arene (3) [26]



บรรจุ *p*-*tert*-butylcalix[4]arene* (11.70 g , 18.1 mmol) , potassium carbonate (20.00 g , 145.6 mmol) และ acetonitrile 350 mL ลงในขวดก้นกลม 2 คอ ขนาด 1 L เตรียมสารละลาย 2-((2'-bromoethoxy)benzaldehyde (1) (9.33 g , 41.7 mmol) ลงใน acetonitrile 150 mL แล้วหยดสารละลายอย่างช้า ๆ ลงในสารละลายที่อยู่ในขวดก้นกลมด้วย adding funnel ทำการ reflux สารละลายผสมภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนเป็นเวลา 72 ชั่วโมง กรอง potassium carbonate และล้างของแข็งด้วยตัวทำละลายผสม acetone : methylene chloride 1:1 โดยปริมาตร นำสารละลายที่กรองได้มาระเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่อง rotatory evaporator และเมื่อเติม methanol จะได้ 25,27-di((2-ethoxy)benzaldehyde)-*p*-*tert*-butylcalix[4]arene (3) เป็นตะกอนขาวหนัก 8.04 g (ผลผลิต 47 %) จุดหลอมเหลว 201-202 °C นำสารไปศึกษา ¹H-NMR spectrum โดย ¹H-NMR spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 20 และผลการวิเคราะห์ ¹H-NMR spectrum แสดงในตารางที่ 3

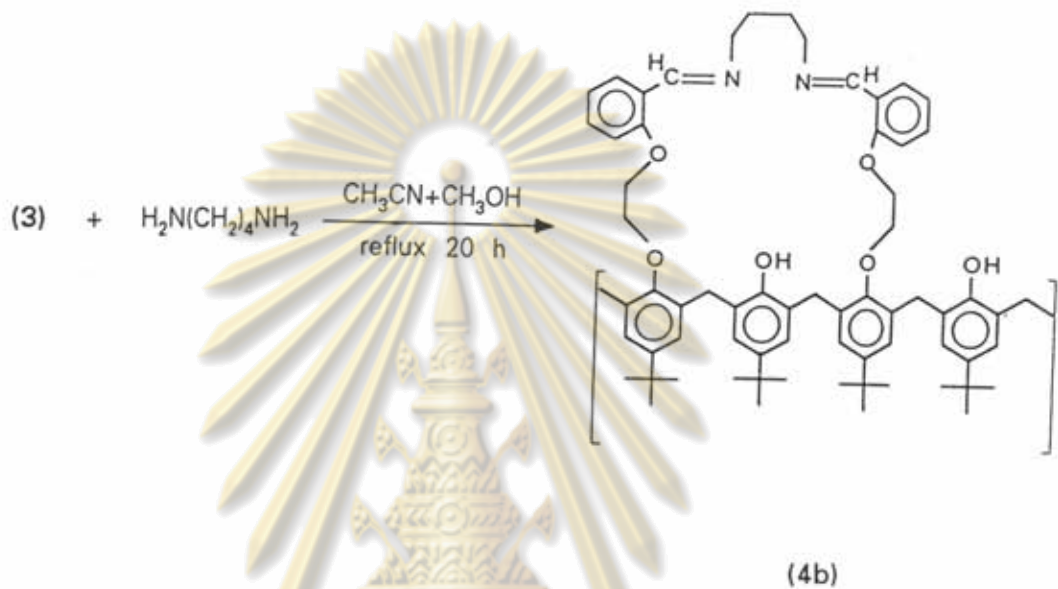
* ได้รับจาก Dr. Jacques Vicens , University Louis Pasteur ประเทศฝรั่งเศส

2.3.3 การสังเคราะห์ 25,27-((2,2'-diethoxy)benzaldehyde)propylenediimine-*p*-*tert*-butylcalix[4]arene (4a) [27]



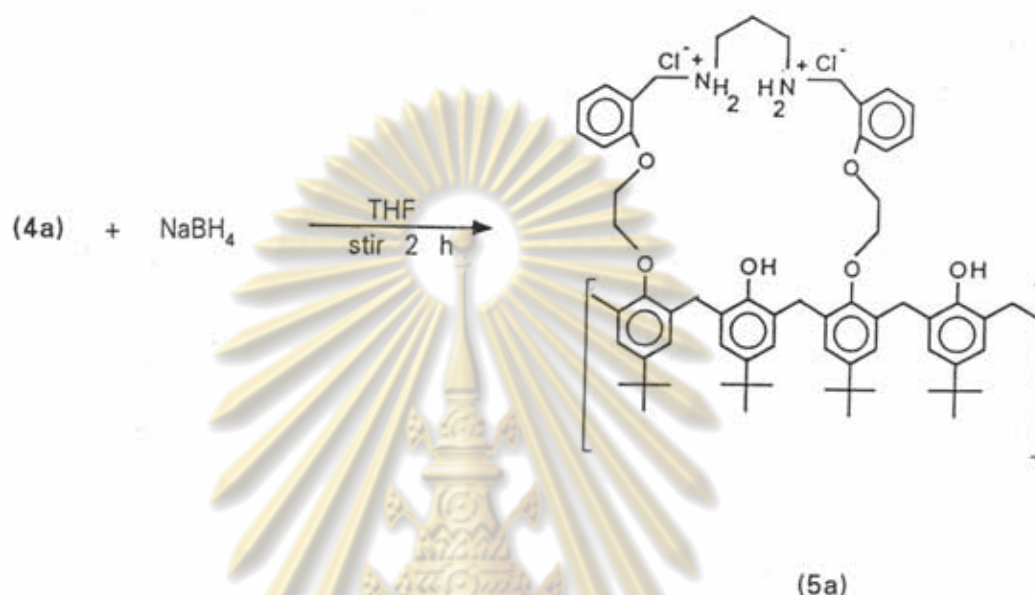
บรรจุ 25,27-di((2-ethoxy)benzaldehyde)-*p*-*tert*-butylcalix[4]arene (3) (2.88 g , 3.05 mmol) และ acetonitrile 250 mL ลงในขวดก้นกลม 2 คอ ขนาด 500 mL เมื่อของแข็งละลายหมด เติมสารละลายของ 1,3-diaminopropane (0.28 mL , 3.4 mmol) ใน methanol 50 mL อย่างช้า ๆ โดยใช้ adding funnel ทำการ reflux สารละลายผสมภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนเป็นเวลา 20 ชั่วโมง จะได้ตะกอนสีขาวเกิดขึ้น กรองตะกอนแล้วล้างด้วย methanol ได้ตะกอนสีขาวหนัก 2.52 g (ผลผลิต 84 %) จุดหลอมเหลว 300 °C (สลายตัว) นำสารไปศึกษา $^1\text{H-NMR}$ spectrum โดย $^1\text{H-NMR}$ spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 21 และผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum แสดงในตารางที่ 4

2.3.4 การสังเคราะห์ 25,27-((2,2'-diethoxy)benzaldehyde)butylenediimine-*p-tert*-butylcalix[4]arene (4b) [27]



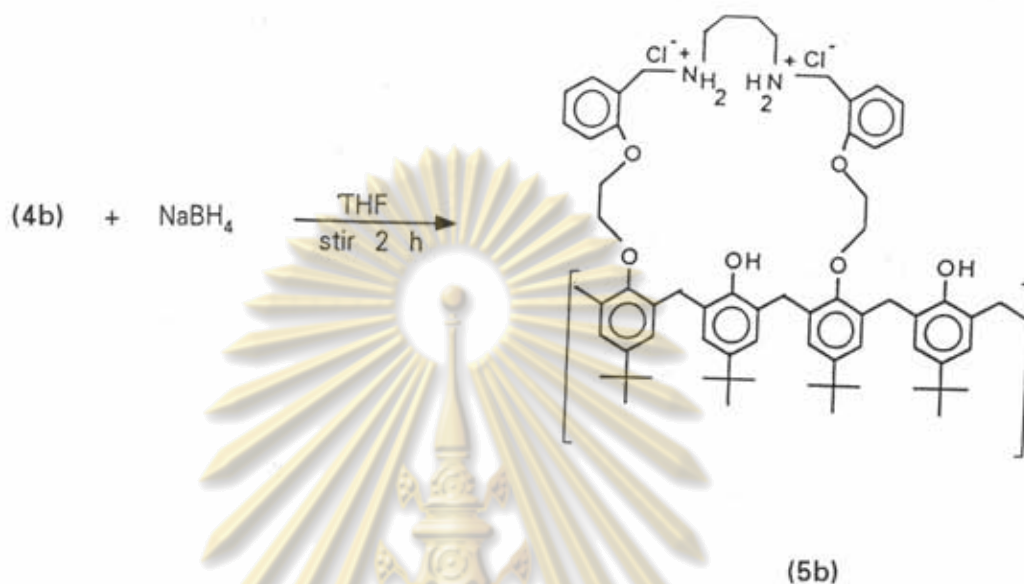
ปรรจุ 25,27-di((2-ethoxy)benzaldehyde)-*p-tert*-butylcalix[4]arene (3) (2.88 g , 3.05 mmol) และ acetonitrile 250 mL ลงในขวดก้นกลม 2 คอ ขนาด 500 mL เมื่อของแข็งละลายหมด เติมสารละลายของ 1,4-diaminobutane (0.34 mL , 3.4 mmol) ใน methanol 50 mL อย่างช้า ๆ โดยใช้ adding funnel ทำการ reflux สารละลายผสมภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนเป็นเวลา 20 ชั่วโมง จะได้ตะกอนสีขาวเกิดขึ้น กรองตะกอนแล้วล้างด้วย methanol ได้ตะกอนสีขาวหนัก 2.68 g (ผลผลิต 88 %) จุดหลอมเหลว 289 °C (สลายตัว) นำสารไปศึกษา $^1\text{H-NMR}$ spectrum โดย $^1\text{H-NMR}$ spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 22 และผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum แสดงในตารางที่ 5

2.3.5 การสังเคราะห์ 25,27-N,N'-di-((2-ethoxy)benzyl) propylenediamine
-*p*-*tert*-butylcalix[4]arene.2HCl (5a) [25]



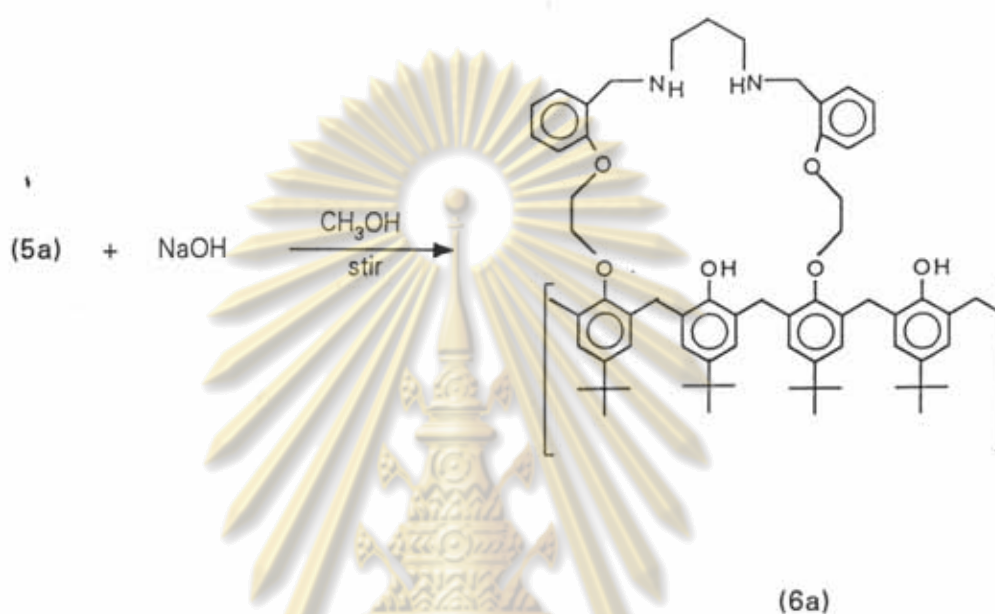
เตรียมสารละลาย 25,27-((2,2'-diethoxy)benzaldehyde)propylenediimine-*p*-*tert*-butylcalix[4]arene(4a) (2.00 g , 2.04 mmole) ใน tetrahydrofuran 200 mL เมื่อของแข็งละลายหมดเติม sodium borohydride (1.17 g , 40.72 mmol) ลงในสารละลาย คนสารละลายตลอดเวลาภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำลาย sodium borohydride ที่มากเกินไปพอด้วยการเติมน้ำในปริมาณมากจนกระทั่งไม่เกิดฟองก๊าซอีกต่อไป นำสารละลายไประเหยให้แห้งด้วยเครื่อง rotatory evaporator นำของแข็งที่ได้ไปละลายใน methylene chloride แล้วทำการสกัดด้วยน้ำ จนกระทั่งชั้นน้ำไม่เป็นเบสต่อกระดาษลิตมัส นำชั้น methylene chloride มาดู่น้ำออกด้วย sodium sulfate anhydrous นำสารละลายที่กรองได้มาระเหยตัวทำละลายออกจนแห้งด้วยเครื่อง rotatory evaporator เตรียมสารละลาย HCl ใน methanol (0.74 % V/V) ลงในของแข็งที่ได้จนกระทั่ง pH ของสารละลายเท่ากับ 1 นำสารละลายไปกรองของแข็งที่ได้ จะได้ของแข็งสีขาวหนัก 2.17 g (ผลผลิต 95 %) จุดหลอมเหลว 277 °C (สลายตัว) นำสารไปศึกษา ¹H-NMR spectrum โดย ¹H-NMR spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 23 และผลการวิเคราะห์ ¹H-NMR spectrum แสดงในตารางที่ 6

2.3.6 การสังเคราะห์ 25,27-N,N'-di-((2-ethoxy)benzyl)butylenediamine
-*p*-*tert*-butylcalix[4]arene.2HCl (5b)



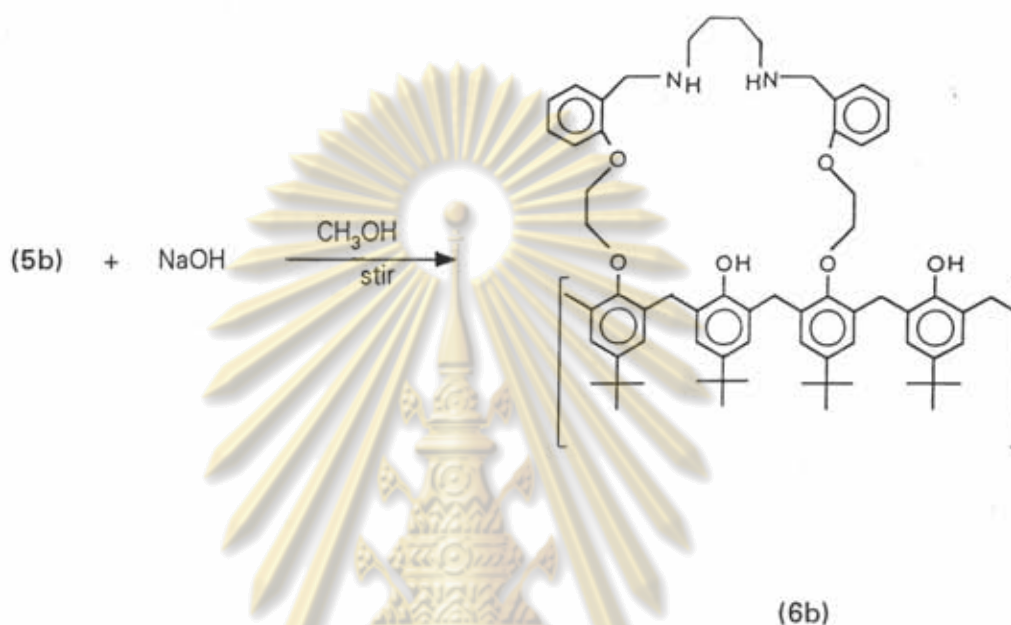
เตรียมสารละลาย 25,27-((2,2'-diethoxy)benzaldehyde)butylenediimine-*p*-*tert*-butyl calix[4]arene (4b) (2.00 g , 2.00 mmole) ใน tetrahydrofuran 200 mL เมื่อของแข็งละลายหมดเติม sodium borohydride (1.56 g , 40.00 mmol) ลงในสารละลาย คนสารละลายตลอดเวลาภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำลาย sodium borohydride ที่มากเกินไปด้วยการเติมน้ำในปริมาณมากจนกระทั่งไม่เกิดฟองก๊าซอีกต่อไป นำสารละลายไประเหยให้แห้งด้วยเครื่อง rotatory evaporator นำของแข็งที่ได้ไปละลายใน methylene chloride แล้วทำการสกัดด้วยน้ำ จนกระทั่งชั้นน้ำไม่เป็นเบสต่อกระดาษลิตมัส นำชั้น methylene chloride มาดู่น้ำออกด้วย sodium sulfate anhydrous นำสารละลายที่กรองได้มาระเหยตัวทำละลายออกจนแห้งด้วยเครื่อง rotatory evaporator เติมสารละลาย HCl ใน methanol (0.74 % V/V) ลงในของแข็งที่ได้จนกระทั่ง pH ของสารละลายเท่ากับ 1 นำสารละลายไปกรองของแข็งที่ได้จะได้ของแข็งสีขาวหนัก 1.73 g (ผลผลิต 81 %) จุดหลอมเหลว 225 °C (สลายตัว) นำสารไปศึกษา $^1\text{H-NMR}$ spectrum และ mass spectrum โดย $^1\text{H-NMR}$ spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 24 และผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum แสดงในตารางที่ 7 mass spectrum แสดงในรูปที่ 25 Anal. Calcd for $\text{C}_{66}\text{H}_{84}\text{O}_6\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$ (1074) : C , 73.74 ; H , 8.01 ; N , 2.61 Found : C , 73.68 ; H , 8.16 ; N , 2.49

2.3.7 การสังเคราะห์ 25,27-N,N'-di-((2-ethoxy)benzyl)propylenediamine
-*p*-*tert*-butylcalix[4]arene (6a) [25]



เตรียมสารละลาย 25,27-N,N'-di-((2-ethoxy)benzyl)propylenediamine-*p*-*tert*-butylcalix [4]arene.2HCl (5a) (0.75 g , 0.65 mmole) ใน methanol 25 mL เมื่อของแข็งละลายหมด เติมสารละลาย sodium hydroxide (0.06 g , 1.5 mmole) ใน methanol 50 mL ลงในสารละลายอย่างช้า ๆ พร้อมทั้งคนสารละลายตลอดเวลา จนกระทั่ง pH ของสารละลายเท่ากับ 10 นำสารละลายไประเหยให้แห้งด้วยเครื่อง rotatory evaporator นำของแข็งที่ได้ไปละลายใน methylene chloride แล้วทำการสกัดด้วยน้ำ นำชั้น methylene chloride มาดูดนํ้าออกด้วย sodium sulfate anhydrous นำสารละลายที่กรองได้มาตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ methylene chloride และ methanol จะได้ของแข็งสีขาวหนัก 0.43 g (ผลผลิต 67 %) จุดหลอมเหลว 280-281 °C (สลายตัว) นำสารไปศึกษา $^1\text{H-NMR}$ spectrum โดย $^1\text{H-NMR}$ spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 26 และผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum แสดงในตารางที่ 8

2.3.8 การสังเคราะห์ 25,27-N,N'-di-((2-ethoxy)benzyl)butylenediamine
-*p*-*tert*-butylcalix[4]arene (6b)



เตรียมสารละลาย 25,27-N,N'-di-((2-ethoxy)benzyl)butylenediamine-*p*-*tert*-butylcalix [4]arene.2HCl (5b) (2.00 g , 2.0 mmole) ใน methanol 25 mL เมื่อของแข็งละลายหมด เติมสารละลาย sodium hydroxide (0.16 g , 4.0 mmole) ใน methanol 50 mL ลงในสารละลายอย่างช้า ๆ พร้อมทั้งคนสารละลายตลอดเวลา จนกระทั่ง pH ของสารละลายเท่ากับ 10 นำสารละลายไประเหยให้แห้งด้วยเครื่อง rotatory evaporator นำของแข็งที่ได้ไปละลายใน methylene chloride แล้วทำการสกัดด้วยน้ำ นำชั้น methylene chloride มาดูตน้ำออกด้วย sodium sulfate anhydrous นำสารละลายที่กรองได้มาตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ methylene chloride และ methanol จะได้ของแข็งสีขาวหนัก 1.12 g (ผลผลิต 59 %) จุดหลอมเหลว 248 °C (สลายตัว) นำสารไปศึกษา ¹H-NMR spectrum และ mass spectrum โดย ¹H-NMR spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 27 และผลการวิเคราะห์ ¹H-NMR spectrum แสดงในตารางที่ 7 mass spectrum แสดงในรูปที่ 28 Anal. Calcd for C₆₆H₈₄O₆N₂ (1001) : C , 79.16 ; H , 8.45 ; N , 2.80 Found : C , 79.60 ; H , 8.31 ; N , 2.60

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสาร (1)

Chemical shift (ppm)	Multiplicity	Number of protons	Assignment
10.47	singlet	1 H	CHO
7.85	doublet	1 H	H _a
7.55	triplet	1 H	H _b
7.07	triplet	1 H	H _c
6.96	doublet	1 H	H _d
4.42	triplet	2 H	OCH ₂ CH ₂ Br
3.70	triplet	2 H	OCH ₂ CH ₂ Br

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสาร (2)

Chemical shift (ppm)	Multiplicity	Number of protons	Assignment
10.45	singlet	2 H	CHO
7.86	doublet of doublet	2 H	H_a
7.59	triplet	2 H	H_b
7.10	triplet	2 H	H_c
7.07	doublet	2 H	H_d
4.53	singlet	4 H	$\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3 ผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสาร (3)

Chemical shift (ppm)	Multiplicity	Number of protons	Assignment
10.47	singlet	2 H	CHO
7.81	doublet	2 H	H_a
7.53-7.49	multiplet	2 H	H_b
7.44	singlet	2 H	ArOH
6.98-6.93	multiplet	4 H	H_c, H_d
6.99	singlet	4 H	HOArH
6.84	singlet	4 H	ROArH
4.40-4.37	multiplet	8 H	$\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$
4.28, 3.28	2 doublets	8 H	AB system $\text{ArCH}_A\text{H}_B\text{Ar}$ $J = 13.0 \text{ Hz}$
1.23	singlet	18 H	$\text{HOAr-t-C}_4\text{H}_9$
0.99	singlet	18 H	$\text{ROAr-t-C}_4\text{H}_9$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสาร (4a)

Chemical shift (ppm)	Multiplicity	Number of protons	Assignment
8.73	singlet	2 H	CHN
7.83	doublet	2 H	H_a
7.26-7.18	multiplet	2 H	H_b
7.06	singlet	4 H	HOArH
6.80-6.62	multiplet	10 H	H_c, H_d ROArH และ ArOH
4.44, 3.27	2 doublets	8 H	AB system $\text{ArCH}_A\text{H}_B\text{Ar}$ $J = 13.0 \text{ Hz}$
4.27	singlet (broad)	8 H	$\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$
3.24	singlet	4 H	NCH_2CH_2
1.88	multiplet	2 H	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$
1.30	singlet	18 H	HOAr-t- C_4H_9
0.87	singlet	18 H	ROAr-t- C_4H_9

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสาร (4b)

Chemical shift (ppm)	Multiplicity	Number of protons	Assignment
8.81	singlet	2 H	CHN
7.90	doublet of doublet	2 H	H_a
7.29	triplet	2 H	H_b
7.03	singlet	4 H	HOArH
6.96	triplet	2 H	H_c
6.83	doublet	2 H	H_d
6.62	singlet	4 H	ROArH
6.47	singlet	2 H	ArOH
4.44 , 3.22	2 doublets	8 H	AB system $\text{ArCH}_A\text{H}_B\text{Ar}$ $J = 13.0 \text{ Hz}$
4.33	singlet (broad)	8 H	$\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$
3.15	multiplet	4 H	NCH_2CH_2
1.47	multiplet	4 H	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$
1.29	singlet	18 H	HOAr- <i>t</i> - C_4H_9
0.83	singlet	18 H	ROAr- <i>t</i> - C_4H_9

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 6 ผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสาร (5a)

Chemical shift (ppm)	Multiplicity	Number of protons	Assignment
9.80	singlet (broad)	4 H	NH
7.39-7.29 และ 6.93-6.83	multiplet	8 H	H_a , H_b , H_c และ H_d
6.98	singlet	4 H	HOArH
6.76	singlet	2 H	ArOH
6.71	singlet	4 H	ROArH
4.63	singlet (broad)	4 H	Ar-CH ₂ -NH-
4.36, 3.22	2 doublets	8 H	AB system ArCH _A H _B Ar J = 13.0 Hz
4.22	singlet (broad)	8 H	OCH ₂ CH ₂ O
3.69	singlet (broad)	4 H	NCH ₂ CH ₂
2.83	singlet (broad)	2 H	CH ₂ CH ₂ CH ₂
1.24	singlet	18 H	HOAr-t-C ₄ H ₉
0.86	singlet	18 H	ROAr-t-C ₄ H ₉

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 7 ผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสาร (5b)

Chemical shift (ppm)	Multiplicity	Number of protons	Assignment
9.13	singlet (broad)	4 H	NH
7.40	doublet	2 H	H_a
7.23-7.17	multiplet	2 H	H_b
6.97	singlet	4 H	HOArH
6.87-6.74	multiplet	4 H	H_c และ H_d
6.78	singlet	2 H	ArOH
6.68	singlet	4 H	ROArH
4.60	singlet (broad)	4 H	Ar- CH_2 -NH-
4.32 , 3.15	2 doublets	8 H	AB system Ar CH_AH_B Ar J = 13.0 Hz
4.18	singlet (broad)	8 H	O $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}$
3.18	singlet	4 H	N CH_2CH_2
2.26	singlet (broad)	4 H	CH $_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$
1.23	singlet	18 H	HOAr-t-C $_4\text{H}_9$
0.85	singlet	18 H	ROAr-t-C $_4\text{H}_9$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 8 ผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสาร (6a)

Chemical shift (ppm)	Multiplicity	Number of protons	Assignment
7.24-7.16	multiplet	4 H	H_a และ H_b
7.02	singlet	4 H	HOArH
6.89	triplet	2 H	H_c
6.79	doublet	2 H	H_d
6.65	singlet	4 H	ROArH
6.34	singlet	2 H	NH
4.40 , 4.22	2 singlets	8 H	$\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$
4.35 , 3.24	2 doublets	8 H	AB system $\text{ArCH}_A\text{H}_B\text{Ar}$ $J = 13.2 \text{ Hz}$
3.83	singlet	4 H	$\text{Ar-CH}_2\text{-NH-}$
2.50	triplet	4 H	NCH_2CH_2
1.42	multiplet	2 H	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$
1.28	singlet	18 H	$\text{HOAr-}t\text{-C}_4\text{H}_9$
0.84	singlet	18 H	$\text{ROAr-}t\text{-C}_4\text{H}_9$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 9 ผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสาร (6b)

Chemical shift (ppm)	Multiplicity	Number of protons	Assignment
7.30-7.17	multiplet	4 H	H_a และ H_b
7.03	singlet	4 H	HOArH
6.92	triplet	2 H	H_c
6.82	doublet	2 H	H_d
6.73	singlet	4 H	ROArH
4.39 , 4.31	2 singlets (broad)	8 H	$\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$
4.39 , 3.27	2 doublets	8 H	AB system $\text{ArCH}_A\text{H}_B\text{Ar}$ $J = 13.0 \text{ Hz}$
3.82	singlet	4 H	$\text{Ar-CH}_2\text{-NH-}$
2.43	triplet	4 H	NCH_2CH_2
1.27	multiplet	4 H	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$
1.27	singlet	18 H	$\text{HOAr-t-C}_4\text{H}_9$
0.91	singlet	18 H	$\text{ROAr-t-C}_4\text{H}_9$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.4 การศึกษา Host-Guest Chemistry ของ 25,27-N,N'-di-((2-ethoxy) benzyl) propylenediamine-*p*-*tert*-butylcalix[4]arene (6a)

2.4.1 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง ZnCl₂ กับ Ligand (6a)

เตรียมสารละลาย 0.1 M ZnCl₂ ใน CD₃OD โดยละลาย ZnCl₂ 0.0270 g (0.20 mmol) ใน CD₃OD 2 mL และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน CDCl₃ โดยละลาย Ligand (6a) 0.1234 g (0.125 mmol) ใน CDCl₃ 2.5 mL จากนั้นผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 10 จากนั้นนำสารที่ได้ไปศึกษา ¹H-NMR spectrum โดย ¹H-NMR spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 29-39

ตารางที่ 10 แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.1 M ZnCl₂ ใน CD₃OD และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน CDCl₃

Mole ratio (M:L)	0:1	0.2:1	0.4:1	0.6:1	0.8:1	1.0:1
0.1 M ZnCl ₂ (mL)	0	0.02	0.04	0.06	0.08	0.1
0.05 M Ligand (6a) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD ₃ OD (mL)	0.3	0.28	0.26	0.24	0.22	0.2

ตารางที่ 10 (ต่อ) แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.1 M ZnCl₂ ใน CD₃OD และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน CDCl₃

Mole ratio (M:L)	1.2:1	1.5:1	2.0:1	2.5:1	3.0:1
0.1 M ZnCl ₂ (mL)	0.12	0.15	0.2	0.25	0.3
0.05 M Ligand (6a) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD ₃ OD (mL)	0.18	0.15	0.1	0.05	0

2.4.2 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง ZnBr_2 กับ Ligand (6a)

เตรียมสารละลาย 0.1 M ZnBr_2 ใน CD_3OD โดยละลาย ZnBr_2 0.0450 g (0.20 mmol) ใน CD_3OD 2 mL และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน CDCl_3 โดยละลาย Ligand (6a) 0.1234 g (0.125 mmol) ใน CDCl_3 2.5 mL จากนั้นผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 11 จากนั้นนำสารที่ได้ไปศึกษา $^1\text{H-NMR}$ spectrum โดย $^1\text{H-NMR}$ spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 40-50

ตารางที่ 11 แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.1 M ZnBr_2 ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน CDCl_3

Mole ratio (M:L)	0:1	0.2:1	0.4:1	0.6:1	0.8:1	1.0:1
0.1 M ZnBr_2 (mL)	0	0.02	0.04	0.06	0.08	0.1
0.05 M Ligand (6a) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.3	0.28	0.26	0.24	0.22	0.2

ตารางที่ 11 (ต่อ) แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.1 M ZnBr_2 ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน CDCl_3

Mole ratio (M:L)	1.2:1	1.5:1	2.0:1	2.5:1	3.0:1
0.1 M ZnBr_2 (mL)	0.12	0.15	0.2	0.25	0.3
0.05 M Ligand (6a) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.18	0.15	0.1	0.05	0

2.4.3 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง ZnI_2 กับ Ligand (6a)

เตรียมสารละลาย 0.1 M ZnI_2 ใน CD_3OD โดยละลาย ZnI_2 0.0638 g (0.20 mmol) ใน CD_3OD 2 mL และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน $CDCl_3$ โดยละลาย Ligand (6a) 0.1234 g (0.125 mmol) ใน $CDCl_3$ 2.5 mL จากนั้นผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 12 จากนั้นนำสารที่ได้ไปศึกษา ^1H-NMR spectrum โดย ^1H-NMR spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 51-61

ตารางที่ 12 แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.1 M ZnI_2 ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน $CDCl_3$

Mole ratio (M:L)	0:1	0.2:1	0.4:1	0.6:1	0.8:1	1.0:1
0.1 M ZnI_2 (mL)	0	0.02	0.04	0.06	0.08	0.1
0.05 M Ligand (6a) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.3	0.28	0.26	0.24	0.22	0.2

ตารางที่ 12 (ต่อ) แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.1 M ZnI_2 ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน $CDCl_3$

Mole ratio (M:L)	1.2:1	1.5:1	2.0:1	2.5:1	3.0:1
0.1 M ZnI_2 (mL)	0.12	0.15	0.2	0.25	0.3
0.05 M Ligand (6a) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.18	0.15	0.1	0.05	0

2.4.4 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ กับ Ligand (6a)

เตรียมสารละลาย 0.1 M $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ใน CD_3OD โดยละลาย $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ 0.0595 g (0.20 mmol) ใน CD_3OD 2 mL และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน $CDCl_3$ โดยละลาย Ligand (6a) 0.1234 g (0.125 mmol) ใน $CDCl_3$ 2.5 mL จากนั้นผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 13 จากนั้นนำสารที่ได้ไปศึกษา ^1H-NMR spectrum โดย ^1H-NMR spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 62-75 และศึกษา ^1H-NMR spectrum ของสารละลายผสมจนกระทั่งไม่สังเกตพบการเปลี่ยนแปลงของ ^1H-NMR spectrum อีกต่อไป (3 วัน) ^1H-NMR spectrum ที่ได้แสดงดังรูปที่ 76-89

ตารางที่ 13 แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.1 M $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน $CDCl_3$

Mole ratio (M:L)	0:1	0.2:1	0.4:1	0.6:1	0.8:1	1.0:1
0.1 M $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (mL)	0	0.02	0.04	0.06	0.08	0.1
0.05 M Ligand (6a) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.3	0.28	0.26	0.24	0.22	0.2

ตารางที่ 13 (ต่อ) แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.1 M $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน $CDCl_3$

Mole ratio (M:L)	1.2:1	1.5:1	2.0:1	2.5:1	3.0:1
0.1 M $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (mL)	0.12	0.15	0.2	0.25	0.3
0.05 M Ligand (6a) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.18	0.15	0.1	0.05	0

2.4.5 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ กับ Ligand (6a)

เตรียมสารละลาย 0.1 M $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ใน CD_3OD โดยละลาย $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.0575 g (0.20 mmol) ใน CD_3OD 2 mL และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน CDCl_3 โดยละลาย Ligand (6a) 0.1234 g (0.125 mmol) ใน CDCl_3 2.5 mL จากนั้นผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 14 จากนั้นนำสารที่ได้ไปศึกษา $^1\text{H-NMR}$ spectrum โดย $^1\text{H-NMR}$ spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 90-100

ตารางที่ 14 แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.1 M $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน CDCl_3

Mole ratio (M:L)	0:1	0.2:1	0.4:1	0.6:1	0.8:1	1.0:1
0.1 M $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (mL)	0	0.02	0.04	0.06	0.08	0.1
0.05 M Ligand (6a) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.3	0.28	0.26	0.24	0.22	0.2

ตารางที่ 14 (ต่อ) แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.1 M $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6a) 0.05 M ใน CDCl_3

Mole ratio (M:L)	1.2:1	1.5:1	2.0:1	2.5:1	3.0:1
0.1 M $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (mL)	0.12	0.15	0.2	0.25	0.3
0.05 M Ligand (6a) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.18	0.15	0.1	0.05	0

2.4.6 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง $Zn_3(PO_4)_2$ กับ Ligand (6a)

เตรียมสารละลาย Ligand (6a) 0.02 M โดยละลาย Ligand (6a) 0.1185 g (0.12 mmol) ใน $CHCl_3$ 6 mL จากนั้นเติม $Zn_3(PO_4)_2$ ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 15 คนสารละลายตลอดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง กรองตะกอนออก แล้วนำสารละลายจากการกรองไประเหยตัวทำละลายให้แห้ง จากนั้นนำสารที่ได้ไปศึกษา ^1H-NMR spectrum โดย ^1H-NMR spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 101-111

ตารางที่ 15 แสดงอัตราส่วนการผสม $Zn_3(PO_4)_2$ และสารละลาย Ligand (6a) 0.02 M ใน $CHCl_3$

Mole ratio (M:L)	0:1	0.2:1	0.4:1	0.6:1	0.8:1	1.0:1
$Zn_3(PO_4)_2$ (g)	0	0.0008	0.0015	0.0023	0.0031	0.0039
0.02 M Ligand (6a) (mL)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5

ตารางที่ 15 (ต่อ) แสดงอัตราส่วนการผสม $Zn_3(PO_4)_2$ และสารละลาย Ligand (6a) 0.02 M ใน $CHCl_3$

Mole ratio (M:L)	1.2:1	1.5:1	2.0:1	2.5:1	3.0:1
$Zn_3(PO_4)_2$ (g)	0.0046	0.0058	0.0077	0.0096	0.0116
0.02 M Ligand (6a) (mL)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.5 การศึกษา Host-guest Chemistry ของ 25,27-N,N'-di-((2-ethoxy) benzyl) butylenediamine-*p*-*tert*-butylcalix[4]arene (6b)

2.5.1 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง ZnCl₂ กับ Ligand (6b)

เตรียมสารละลาย 0.2 M ZnCl₂ ใน CD₃OD โดยละลาย ZnCl₂ 0.0541 g (0.40 mmol) ใน CD₃OD 2 mL และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน CDCl₃ โดยละลาย Ligand (6b) 0.1502 g (0.15 mmol) ใน CDCl₃ 3 mL จากนั้นผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 16 จากนั้นนำสารที่ได้ไปศึกษา ¹H-NMR spectrum โดย ¹H-NMR spectrum ที่ได้แสดงในรูปแบบที่ 112-125 และศึกษา ¹H-NMR spectrum ของสารละลายผสม จนกระทั่งไม่สังเกตพบการเปลี่ยนแปลงของ ¹H-NMR spectrum อีกต่อไป (35 วัน) ¹H-NMR spectrum ที่ได้แสดงดังรูปที่ 126-139

ตารางที่ 16 แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.2 M ZnCl₂ ใน CD₃OD และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน CDCl₃

Mole ratio (M:L)	0:1	0.2:1	0.4:1	0.6:1	0.8:1	1.0:1	1.2:1
0.1 M ZnCl ₂ (mL)	0	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06
0.05 M Ligand (6b) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD ₃ OD (mL)	0.3	0.29	0.28	0.27	0.26	0.25	0.24

ตารางที่ 16 (ต่อ) แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.2 M ZnCl₂ ใน CD₃OD และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน CDCl₃

Mole ratio (M:L)	1.5:1	2.0:1	2.5:1	3.0:1	4.0:1	5.0:1	6.0:1
0.1 M ZnCl ₂ (mL)	0.075	0.1	0.125	0.15	0.2	0.25	0.3
0.05 M Ligand (6b) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD ₃ OD (mL)	0.125	0.1	0.075	0.15	0.1	0.05	0

2.5.2 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง ZnBr_2 กับ Ligand (6b)

เตรียมสารละลาย 0.2 M ZnBr_2 ใน CD_3OD โดยละลาย ZnBr_2 0.1021 g (0.40 mmol) ใน CD_3OD 2 mL และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน CDCl_3 โดยละลาย Ligand (6b) 0.1502 g (0.15 mmol) ใน CDCl_3 3 mL จากนั้นผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 17 จากนั้นนำสารที่ได้ไปศึกษา $^1\text{H-NMR}$ spectrum โดย $^1\text{H-NMR}$ spectrum ที่ได้แสดงในรูปแบบที่ 140-153 และศึกษา $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสารละลายผสม จนกระทั่งไม่สังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงของ $^1\text{H-NMR}$ spectrum อีกต่อไป (32 วัน) $^1\text{H-NMR}$ spectrum ที่ได้แสดงดังรูปที่ 154-167

ตารางที่ 17 แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.2 M ZnBr_2 ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน CDCl_3

Mole ratio (M:L)	0:1	0.2:1	0.4:1	0.6:1	0.8:1	1.0:1	1.2:1
0.1 M ZnBr_2 (mL)	0	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06
0.05 M Ligand (6b) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.3	0.29	0.28	0.27	0.26	0.25	0.24

ตารางที่ 17 (ต่อ) แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.2 M ZnBr_2 ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน CDCl_3

Mole ratio (M:L)	1.5:1	2.0:1	2.5:1	3.0:1	4.0:1	5.0:1	6.0:1
0.1 M ZnBr_2 (mL)	0.075	0.1	0.125	0.15	0.2	0.25	0.3
0.05 M Ligand (6b) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.125	0.1	0.075	0.15	0.1	0.05	0

2.5.3 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง ZnI_2 กับ Ligand (6b)

เตรียมสารละลาย 0.2 M ZnI_2 ใน CD_3OD โดยละลาย ZnI_2 0.1277 g (0.40 mmol) ใน CD_3OD 2 mL และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน $CDCl_3$ โดยละลาย Ligand (6b) 0.1502 g (0.15 mmol) ใน $CDCl_3$ 3 mL จากนั้นผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 18 จากนั้นนำสารที่ได้ไปศึกษา ^1H-NMR spectrum โดย ^1H-NMR spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 168-181 และศึกษา ^1H-NMR spectrum ของสารละลายผสม จนกระทั่งไม่สังเกตพบการเปลี่ยนแปลงของ ^1H-NMR spectrum อีกต่อไป (3 วัน) ^1H-NMR spectrum ที่ได้แสดงดังรูปที่ 182-195

ตารางที่ 18 แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.2 M ZnI_2 ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน $CDCl_3$

Mole ratio (M:L)	0:1	0.2:1	0.4:1	0.6:1	0.8:1	1.0:1	1.2:1
0.1 M ZnI_2 (mL)	0	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06
0.05 M Ligand (6b) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.3	0.29	0.28	0.27	0.26	0.25	0.24

ตารางที่ 18 (ต่อ) แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.2 M ZnI_2 ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน $CDCl_3$

Mole ratio (M:L)	1.5:1	2.0:1	2.5:1	3.0:1	4.0:1	5.0:1	6.0:1
0.1 M ZnI_2 (mL)	0.075	0.1	0.125	0.15	0.2	0.25	0.3
0.05 M Ligand (6b) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.125	0.1	0.075	0.15	0.1	0.05	0

2.5.4 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ กับ Ligand (6b)

เตรียมสารละลาย 0.2 M $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ใน CD_3OD โดยละลาย $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ 0.1190 g (0.40 mmol) ใน CD_3OD 2 mL และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน $CDCl_3$ โดยละลาย Ligand (6b) 0.1502 g (0.15 mmol) ใน $CDCl_3$ 3 mL จากนั้นผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 19 จากนั้นนำสารที่ได้ไปศึกษา ^1H-NMR spectrum โดย ^1H-NMR spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 196-209 และศึกษา ^1H-NMR spectrum ของสารละลายผสมจนกระทั่งไม่สังเกตพบการเปลี่ยนแปลงของ ^1H-NMR spectrum อีกต่อไป (4 วัน) ^1H-NMR spectrum ที่ได้แสดงดังรูปที่ 210-223

ตารางที่ 19 แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.2 M $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน $CDCl_3$

Mole ratio (M:L)	0:1	0.2:1	0.4:1	0.6:1	0.8:1	1.0:1	1.2:1
0.1 M $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (mL)	0	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06
0.05 M Ligand (6b) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.3	0.29	0.28	0.27	0.26	0.25	0.24

ตารางที่ 19 (ต่อ) แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.2 M $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน $CDCl_3$

Mole ratio (M:L)	1.5:1	2.0:1	2.5:1	3.0:1	4.0:1	5.0:1	6.0:1
0.1 M $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (mL)	0.075	0.1	0.125	0.15	0.2	0.25	0.3
0.05 M Ligand (6b) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.125	0.1	0.075	0.15	0.1	0.05	0

2.5.5 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ กับ Ligand (6b)

เตรียมสารละลาย 0.2 M $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ใน CD_3OD โดยละลาย $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.1489 g (0.40 mmol) ใน CD_3OD 2 mL และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน CDCl_3 โดยละลาย Ligand (6b) 0.1502 g (0.15 mmol) ใน CDCl_3 3 mL จากนั้นผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 20 จากนั้นนำสารที่ได้ไปศึกษา $^1\text{H-NMR}$ spectrum โดย $^1\text{H-NMR}$ spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 224-234

ตารางที่ 20 แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.2 M $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน CDCl_3

Mole ratio (M:L)	0:1	0.2:1	0.4:1	0.6:1	0.8:1	1.0:1
0.1 M $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (mL)	0	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05
0.05 M Ligand (6b) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.3	0.29	0.28	0.27	0.26	0.25

ตารางที่ 20 (ต่อ) แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.2 M $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน CDCl_3

Mole ratio (M:L)	1.2:1	1.5:1	2.0:1	2.5:1	3.0:1
0.1 M $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (mL)	0.06	0.075	0.1	0.125	0.15
0.05 M Ligand (6b) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.24	0.125	0.1	0.075	0.15

2.5.6 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง $Zn_3(PO_4)_2$ กับ Ligand (6b)

เตรียมสารละลาย Ligand (6b) 0.02 M โดยละลาย Ligand (6b) 0.1602 g (0.16 mmol) ใน $CHCl_3$ 8 mL จากนั้นเติม $Zn_3(PO_4)_2$ ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 21 คนสารละลายตลอดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง กรองตะกอนออก แล้วนำสารละลายจากการกรองไประเหยตัวทำละลายให้แห้ง จากนั้นนำสารที่ได้ไปศึกษา ^1H-NMR spectrum โดย ^1H-NMR spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 235-248

ตารางที่ 21 แสดงอัตราส่วนการผสม $Zn_3(PO_4)_2$ และสารละลาย Ligand (6b) 0.02 M ใน $CDCl_3$

Mole ratio (M:L)	0:1	0.2:1	0.4:1	0.6:1	0.8:1	1.0:1	1.2:1
$Zn_3(PO_4)_2$ (g)	0	0.0008	0.0015	0.0023	0.0031	0.0039	0.0046
0.02 M Ligand (6b) (mL)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5

ตารางที่ 21 (ต่อ) แสดงอัตราส่วนการผสม $Zn_3(PO_4)_2$ และสารละลาย Ligand (6b) 0.02 M ใน $CDCl_3$

Mole ratio (M:L)	1.5:1	2.0:1	2.5:1	3.0:1	4.0:1	5.0:1	6.0:1
$Zn_3(PO_4)_2$ (g)	0.0058	0.0077	0.0096	0.0116	0.0154	0.0193	0.0232
0.02 M Ligand (6b) (mL)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.5.5 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง $\text{Zn}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ กับ Ligand (6b)

เตรียมสารละลาย 0.2 M $\text{Zn}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ใน CD_3OD โดยละลาย $\text{Zn}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.1489 g (0.40 mmol) ใน CD_3OD 2 mL และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน CDCl_3 โดยละลาย Ligand (6b) 0.1502 g (0.15 mmol) ใน CDCl_3 3 mL จากนั้นผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 20 จากนั้นนำสารที่ได้ไปศึกษา $^1\text{H-NMR}$ spectrum โดย $^1\text{H-NMR}$ spectrum ที่ได้แสดงในรูปที่ 249-262

ตารางที่ 22 แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.2 M $\text{Zn}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน CDCl_3

Mole ratio (M:L)	0:1	0.2:1	0.4:1	0.6:1	0.8:1	1.0:1
0.1 M $\text{Zn}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (mL)	0	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05
0.05 M Ligand (6b) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.3	0.29	0.28	0.27	0.26	0.25

ตารางที่ 20 (ต่อ) แสดงอัตราส่วนการผสมสารละลาย 0.2 M $\text{Zn}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ใน CD_3OD และสารละลาย Ligand (6b) 0.05 M ใน CDCl_3

Mole ratio (M:L)	1.2:1	1.5:1	2.0:1	2.5:1	3.0:1
0.1 M $\text{Zn}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (mL)	0.06	0.075	0.1	0.125	0.15
0.05 M Ligand (6b) (mL)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
CD_3OD (mL)	0.24	0.125	0.1	0.075	0.15