

บทที่ 2

การทดลอง

2.1 วิธีการทดลอง

2.1.1 ทีแอลซี (TLC, Thin-Layer Chromatography) เตรียมโดยใช้ซิลิกาเจล 60 (silica gel 60) ของบริษัท E. Merck Darmstadt. ltd. เป็นตัวดูดซับ (absorbent) สำหรับเตรียมแผ่นโครมาโต (chromato plate) โดยใช้ตัวดูดซับ 20 กรัม ผสมกับน้ำกลั่น 40 ซม³. เขย่าของผสมให้เข้ากันจนมีลักษณะเป็นสเลอรี (slurry) แล้วเทของผสมที่ได้ลงใน spreader ปรับความหนา 0.25 มม. เคลือบสเลอรีให้เป็นผิวบางบนแผ่นแก้วขนาด 5 X 20 ซม. ทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปอบที่ 110° C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เก็บแผ่นโครมาโตไว้ในภาชนะดูดความชื้น (desiccator) เพื่อสำหรับใช้ทำทีแอลซี

การทำทีแอลซี ทำโดยละลายสารตัวอย่างด้วยตัวทำละลายเอทานอล หรือ คลอโรฟอร์ม ในหลอดทดลอง แล้วใช้หลอดแก้วเล็ก (capillary tube) จุ่มสารละลายตัวอย่าง หยดลงบนแผ่นโครมาโตห่างจากขอบล่างประมาณ 2 ซม. ทิ้งให้แห้งแล้วจุ่มแผ่นโครมาโตลงในภาชนะที่บรรจุคลอโรฟอร์มซึ่งทำให้อิ่มตัวด้วยไอของคลอโรฟอร์มแล้ว ปล่อยให้คลอโรฟอร์มซึมขึ้นไปบนแผ่นโครมาโตจนได้ระดับห่างจากขอบบนประมาณ 2 ซม. นำแผ่นโครมาโตออกจากภาชนะ ทิ้งให้แห้งแล้วนำไปตรวจสอบด้วยแสงอุลตราไวโอเลต (ultraviolet, UV) ความยาวคลื่น 254 นาโนเมตร บริเวณที่มีสารที่ดูดกลืนแสงอุลตราไวโอเลตได้จะเห็นเป็นวงทึบแสง

2.1.2 สารเคมีและเครื่องมือที่ใช้สำหรับวัดสมบัติทางกายภาพของสารประกอบ

2.1.2.1 สารเคมีที่ใช้ส่วนใหญ่เป็นรีเอเจนท์เกรด (reagent grade) ได้แก่ 2,4-dinitrochlorobenzene, aromatic amines, aromatic alcohols, glycols และ เอทานอล เป็นต้น สำหรับสารเคมีที่ไม่ใช่รีเอเจนท์เกรด นำมาทำหับบริสุทธิ์ก่อนใช้โดย การตกผลึก หรือ การกลั่น

2.1.2.2 การวัดจุดหลอมเหลวใช้เครื่อง Fisher John Melting Point Apparatus

2.1.2.3 การวัดอินฟราเรดสเปกตรัม (Infrared Spectra) บันทึกด้วยเครื่องมือ Shimadzu IR-440 Infrared Spectrophotometer สารตัวอย่างที่ใช้ตรวจวัดเตรียมโดยผสมกับโปตัสเซียมโบรไมด์ (KBr) แล้วอัดเป็นเม็ด (Pellet) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 ซม. หนาประมาณ 1 มม.

2.1.2.4 การวัดแมสสเปกตรัม (Mass Spectra) บันทึกด้วยเครื่องมือ JEOL. JMS-DX 300 Mass Spectrometer โดยใช้ electron impact source voltage ที่ใช้ 70 volts current 300 μ A อุณหภูมิ 180 - 220 °C

2.1.2.5 การวัดโปรตอน และ คาร์บอน นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัม (^1H & ^{13}C nuclear magnetic resonance spectra) บันทึกด้วยเครื่องมือ JEOL. JNM-FX 90Q Fourier Transform NMR Spectrometer สารตัวอย่างที่ใช้ตรวจวัดเตรียมโดยละลายในสารละลายคลอโรฟอร์ม-ดี (CDCl_3) หรือสารละลายผสมระหว่างคลอโรฟอร์ม-ดี กับ ไดเมทิลซัลฟอกไซด์-ดี₆ (DMSO-d_6) ใช้ Tetramethylsilane (TMS) เป็น internal standard และใช้ Deuterium oxide (D_2O) ในการทำ D_2O exchange ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่ใช้สำหรับการวัดคาร์บอนสเปกตรัมประมาณ 0.12 - 0.25 โมลาร์ และประมาณ 0.01 - 0.05 โมลาร์ สำหรับการวัดโปรตอนสเปกตรัม อุณหภูมิที่ใช้ในการตรวจวัดประมาณ 25 - 30 °C



การวัดโปรตอนเอนเอมอาร์สเปกตรา ตรวจวัดที่สภาวะดังนี้

Observed frequency	89.55	MHz
Obset frequency	54.3 - 54.8	KHz
Spectral width	1000 - 1200	Hz
Resolution	0.2 - 0.3	Hz
Pulse width	30 μ s , 60°	pulse angle
Pulse repetition	5	sec.
No. of pulses	16 - 160	pulses
Mode of irradiation	Non decoupling	
Sample concentration	0.01 - 0.05	M.

การวัดคาร์บอน-13 เอนเอมอาร์สเปกตรา ตรวจวัดที่สภาวะดังนี้

Observed frequency	22.50	MHz
Obset frequency	32.85 - 33.05	KHz
Irradiated frequency	89.55	MHz
Spectral width	4000 - 4500	Hz
Resolution	0.9 - 1.2	Hz
Pulse width	12 μ s , 45°	pulse angle
Pulse repetition	3	sec.
No. of pulses	2000 - 10000	pulses
Mode of irradiation :	Complete decoupling	
	Off resonance decoupling	
	Gated non decoupling with NOE	
	Gated decoupling without NOE	
Sample concentration	0.12 - 0.25	M.

2.2 วิธีการสังเคราะห์สารประกอบ 2,4-dinitrodiphenylamines (I) - (VIII)

การสังเคราะห์สารประกอบ 2,4-dinitrodiphenylamines เตรียมตามวิธีของ Vogel (1) เตรียมโดยละลาย 2,4-dinitrochlorobenzene ประมาณ 1 - 2 กรัม (0.005 - 0.010 โมล) ในเอทานอล (95 % V/V) 30 - 40 ซม³. ในบีกเกอร์ (beaker) ขนาด 100 ซม³. แล้วจึงค่อย ๆ เติมสารประกอบ aromatic amines ประมาณ 1 - 2 กรัม (0.01 - 0.02 โมล) ลงไป ก้อนและคนของผสมที่ได้บน steam bath ประมาณ 20 - 30 นาที เมื่อทิ้งไว้ให้เย็นจะมีตะกอนเกิดขึ้น กรองตะกอนนั้นแล้วนำไปทำหับบริสุทธิ์โดยการตกผลึกใหม่ด้วยสารละลายเอทานอล 100 - 150 ซม³.

2.2.1 การสังเคราะห์สารประกอบ 2,4-dinitrophenylamine (I)

เตรียมตามวิธีใน 2.2 โดยใช้ 2,4-dinitrochlorobenzene 1.02 กรัม (0.005 โมล) ทำปฏิกิริยากับ aniline 0.93 กรัม (0.01 โมล) ในสารละลายเอทานอล 95 % 30 ซม³. จะได้สารประกอบ 2,4-dinitrodiphenylamine 1.23 กรัม (95 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็นผลึกรูปเข็มสีส้ม จุดหลอมเหลว 157 - 158 °C (lit. 33, 156 - 157 °C) ค่า Rf = 0.67 (CHCl₃)

2.2.2 การสังเคราะห์สารประกอบ 2'-methyl-2,4-dinitrodiphenylamine (II)

เตรียมตามวิธีใน 2.2 โดยใช้ 2,4-dinitrochlorobenzene 2.03 กรัม (0.01 โมล) ทำปฏิกิริยากับ o-Toluidine 2 ซม³. (0.02 โมล) ในสารละลายเอทานอล 95 % 40 ซม³. จะได้สารประกอบ 2'-methyl-2,4-dinitrodiphenylamine 2.25 กรัม (83 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็นผลึกรูปเข็มสีส้ม หลอมเหลวที่อุณหภูมิ 120 - 121 °C (lit. 33, 120 °C) ค่า Rf = 0.66 (CHCl₃)

2.2.3 การสังเคราะห์สารประกอบ 4'-methyl-2,4-dinitrodiphenylamine (III)

เตรียมตามวิธีใน 2.2 โดยใช้ 2,4-dinitrochlorobenzene

2.03 กรัม (0.01 โมล) ทำปฏิกิริยากับ p-Toluidine 2.14 กรัม (0.02 โมล) ในเอทานอล 95 % 40 ซม³. จะได้สารประกอบ 4'-methyl-2,4-dinitrodiphenylamine 2.36 กรัม (86 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็นผลึกรูปเข็มสีแสด จุดหลอมเหลว 134 - 135 °C (lit. 1, 137 °C) ค่า Rf = 0.65 (CHCl₃)

2.2.4 การสังเคราะห์สารประกอบ 4'-ethyl-2,4-dinitrodiphenylamine (IV)

เตรียมตามวิธีใน 2.2 โดยใช้ 2,4-dinitrochlorobenzene 1.02 กรัม (0.005 โมล) ทำปฏิกิริยากับ 4-ethyl-aniline 1.22 กรัม (0.01 โมล) ในเอทานอล 95 % 30 ซม³. จะได้สารประกอบ 4'-ethyl-2,4-dinitrodiphenylamine 1.10 กรัม (77 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็นผลึกรูปเข็มสีแดง จุดหลอมเหลว 82 - 83 °C ค่า Rf = 0.66 (CHCl₃)

2.2.5 การสังเคราะห์สารประกอบ 4'-methoxy-2,4-dinitrodiphenylamine (V)

เตรียมทำนองเดียวกับ 2.2 โดยใช้ 2,4-dinitrochlorobenzene 1.02 กรัม (0.005 โมล) ทำปฏิกิริยากับ p-anisidine 1.23 กรัม (0.01 โมล) ในตัวทำละลายเอทานอล 95 % 30 ซม³. คนของผสมที่อุณหภูมิห้อง ประมาณ 10 นาที แล้วนำไปอุ่นบน steam bath 15 นาที ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จะมีตะกอนสีแดงเกิดขึ้น กรองตะกอนนั้นแล้วนำไปตกผลึกใหม่ในเอทานอล 95 % 100 ซม³. ได้สารประกอบ 4'-methoxy-2,4-dinitrodiphenylamine 1.30 กรัม (90 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็นผลึกรูปเข็มสีแดงเข้ม มีจุดหลอมเหลวที่ 139 - 140 °C (lit. 11, 141 °C) ค่า Rf = 0.65 (CHCl₃)

2.2.6 การสังเคราะห์สารประกอบ 2'-methoxy-2,4-dinitrodiphenylamine (VI)

เตรียมตามวิธีใน 2.2.5 โดยใช้ 2,4-dinitrochlorobenzene 1.02 กรัม (0.005 โมล) ทำปฏิกิริยากับ o-anisidine 1.23 กรัม (0.01 โมล)

ในค้ำทำละลายเอธานอล 95 % 30 ซม³. จะได้สารประกอบ 2'-methoxy-2,4-dinitrodiphenylamine 1.33 กรัม (92 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะ เป็นผลึกรูปเข็มสีแดง ส้ม มีจุดหลอมเหลวที่ 165 °C (lit. 11, 165 - 166 °C) มีค่า Rf = 0.68 (CHCl₃)

2.2.7 การสังเคราะห์สารประกอบ 4'-bromo-2,4-dinitrodiphenylamine (VII)

เตรียมตามวิธีใน 2.2 โดยใช้ 2,4-dinitrochlorobenzene 1.02 กรัม (0.005 โมล) ทำปฏิกิริยากับ 4-bromoaniline 1.72 กรัม (0.01 โมล) ในเอธานอล 95 % 30 ซม³. จะได้สารประกอบ 4'-bromo-2,4-dinitrodiphenylamine 1.64 กรัม (97 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะ เป็นผลึกรูปเข็มสีส้ม มีจุดหลอมเหลวที่ 154 °C (lit. 33, 152 - 153 °C) ค่า Rf = 0.70 (CHCl₃)

2.2.8 การสังเคราะห์สารประกอบ 4'-chloro-2,4-dinitrodiphenylamine (VIII)

เตรียมตามวิธีใน 2.2 โดยใช้ 2,4-dinitrochlorobenzene ทำปฏิกิริยากับ 4-chloroaniline* 1.28 กรัม (0.01 โมล) จะได้สารประกอบ

* 4-chloroaniline เตรียมขึ้นจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ของ 4-chloro-N-acetylaniline (1) โดยใช้ 4-chloro-N-acetylaniline 7.13 กรัม (0.042 โมล) ละลายในเอธานอล 20 ซม³. ในขวดก้นกลมขนาด 100 ซม³. แล้วนำไปรีฟลักซ์ (reflux) บน steam bath ขณะรีฟลักซ์ค่อย ๆ เติมกรดเกลือ เข้มข้นลงไปทีละน้อยจนครบ 11 ซม³. จากนั้นรีฟลักซ์ต่อไปอีก 1 ชั่วโมง แล้วเติมน้ำกลั่น 75 ซม³. นำของผสมที่ได้ไปกลั่นแยกเอาของเหลว (ethylacetate, เอธานอล และ น้ำ) ออกประมาณ 50 ซม³. ส่วนที่เหลือจากการกลั่นเทลงในน้ำแข็งจำนวน 50 กรัม เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 % จนสารละลายมีสภาพเป็นด่าง จะเกิดตะกอนของ 4-chloroaniline กรองตะกอนที่ได้แล้วนำไปตกผลึกใหม่ด้วยเอธานอลเจือจางด้วยน้ำ 10 % จำนวน 150 ซม³. จะได้ผลึกของ 4-chloroaniline สีน้ำตาลอ่อน 3.75 กรัม (70 %) มีจุดหลอมเหลว 70-72 °C

4'-chloro-2,4-dinitrodiphenylamine 1.14 กรัม (78 %) สารประกอบที่ได้ มีลักษณะ เป็นผลึกรูป เข็มสีส้ม มีจุดหลอมเหลว 165°C (lit. 33, 165°C) มีค่า $R_f = 0.70$ (CHCl_3)

2.2.9 การสังเคราะห์สารประกอบ 2',4',2,4-tetranitrodiphenylamine (IX)

เตรียมได้จากปฏิกิริยาไนเตรชัน (nitration) ของ 2,4-dinitrodiphenylamine (I) การทำปฏิกิริยาไนเตรชันนี้ทำตามวิธีของ Ungaro, Haj และ Smid (32) เตรียมโดยละลาย 2,4-dinitrodiphenylamine (I) ซึ่งสังเคราะห์ได้จาก 2.1.1 จำนวน 1.3 กรัม (0.005 โมล) ด้วยคลอโรฟอร์ม จำนวน 20 ซม³. โดยใช้ขวดกลมก้นแบน ขนาด 250 ซม³. ใช้ magnetic stirrer กวนของผสมอยู่ตลอดเวลา เติม glacial acetic acid จำนวน 40 ซม³. แล้วค่อย ๆ เติมน้ำละลายผสมของกรดไนตริก เข้มข้นจำนวน 2 ซม³. กับ glacial acetic acid จำนวน 6 ซม³. ที่ละหยดภายในเวลา 10 นาที กวนของผสมที่ได้ต่อไปอีก 1 ชั่วโมง แล้วนำไปพักชั้นบน steam bath นาน 3 ชั่วโมง ตรวจสอบของผสมนี้ด้วย ทีแอลซี วัดค่า R_f ได้ 2 ค่าแห่ง คือ 0.66 และ 0.54 (CHCl_3) เมื่อเปรียบเทียบค่า R_f ของของผสม กับ ค่า R_f ของสารตั้งต้น (สารประกอบ (I)) พบว่า ค่า $R_f = 0.66$ คือ ค่า R_f ของสารประกอบ (I) แสดงว่าปฏิกิริยายังเกิดไม่สมบูรณ์ นำของผสมไปพักชั้นต่อไปอีก 3 ชั่วโมง ปล่อยให้ของผสมเย็นลงที่อุณหภูมิห้อง แล้วเทของผสมนี้ลงในน้ำ 30 ซม³. พร้อมทั้งกวนตลอดเวลา ประมาณ 10 นาที นำของผสมที่ได้ใส่ในกรวยแยก ขนาด 250 ซม³. แยกเอาส่วนของชั้นคลอโรฟอร์มออก ส่วนชั้นน้ำนำไปสกัดด้วยคลอโรฟอร์ม ครั้งละ 20 ซม³. 5 ครั้ง นำชั้นคลอโรฟอร์มทั้งหมดรวมกัน แล้วนำไประเหยคลอโรฟอร์มออกโดยใช้ steam bath จะได้ตะกอนสีเหลืองตกผลึกแยกออกมา กรองเอาส่วนของตะกอนไว้ แล้วนำไปตกผลึกใหม่อีกครั้งโดยใช้สารละลายผสมระหว่าง คลอโรฟอร์ม กับ อะซิโตน ในอัตราส่วน 3:1 จำนวน 100 ซม³. จะได้ผลึกสีเข้มของสารประกอบ 2',4',2,4-tetranitrodiphenylamine จำนวน 0.81 กรัม (46 %) มีจุดหลอมเหลวที่ $189 - 190^{\circ}\text{C}$ มีค่า $R_f = 0.54$ (CHCl_3)

2.3 วิธีการสังเคราะห์สารประกอบ 2,4-dinitrophenylamines (X) - (XIII)

การสังเคราะห์สารประกอบ 2,4-dinitrophenylamines เตรียมตามวิธีของ Vogel (1) เตรียมโดยละลาย 2,4-dinitrochlorobenzene 1.02 กรัม (0.005 โมล) ด้วยเอทานอล 95 % จำนวน 50 ซม³. ในขวดก้นกลม ขนาด 250 ซม³. คนของผสมด้วย magnetic stirrer แล้วค่อย ๆ เติม aromatic amines ได้แก่ naphthylamines, 2-aminopyridine หรือ benzylamine จำนวน 1.0 - 1.5 กรัม (0.005 โมล) แล้วนำของผสมที่ได้ไปรีฟลักซ์บน steam bath ประมาณ 2 ชั่วโมง เมื่อทิ้งให้เย็นจะมีตะกอนเกิดขึ้น กรองตะกอนที่ได้แล้วนำไปทำให้บริสุทธิ์โดยการตกผลึกใหม่ด้วยเอทานอล 95 % จำนวน 100 - 200 ซม³.

2.3.1 การสังเคราะห์สารประกอบ N-2,4-dinitrophenyl-2'-aminopyridine (X)

เตรียมตามวิธีใน 2.3 โดยใช้ 2,4-dinitrochlorobenzene 1.02 กรัม (0.005 โมล) ทำปฏิกิริยากับ 2-aminopyridine 0.94 กรัม (0.01 โมล) จะได้สารประกอบ N-2,4-dinitrophenyl-2'-aminopyridine 0.72 กรัม (56 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็นผลึกสีส้ม มีจุดหลอมเหลว 155 - 156 °C มีค่า Rf = 0.63 (CHCl₃)

2.3.2 การสังเคราะห์สารประกอบ N-2,4-dinitrophenyl-1'-naphthylamine (XI)

เตรียมตามวิธีใน 2.3 โดยใช้ 2,4-dinitrochlorobenzene 1.02 กรัม (0.005 โมล) ทำปฏิกิริยากับ 1-naphthylamine 1.46 กรัม (0.01 โมล) จะได้สารประกอบ N-2,4-dinitrophenyl-1'-naphthylamine 1.17 กรัม (76 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็นผลึกสีส้ม มีจุดหลอมเหลว 192 °C (lit. 33, 190.5 °C) มีค่า Rf = 0.72 (CHCl₃)

2.3.3 การสังเคราะห์สารประกอบ N-2,4-dinitrophenyl-2'-naphthylamine (XII)

เตรียมตามวิธีใน 2.3 โดยใช้ 2,4-dinitrochlorobenzene 1.02 กรัม (0.005 โมล) ทำปฏิกิริยากับ 2-naphthylamine 1.46 กรัม (0.01 โมล) จะได้สารประกอบ N-2,4-dinitrophenyl-2'-naphthylamine 1.27 กรัม (82 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะ เป็นผลึกสีส้ม มีจุดหลอมเหลว 170 °C (lit. 33, 169.5 °C) มีค่า $R_f = 0.63$ (CHCl_3)

2.3.4 การสังเคราะห์สารประกอบ N-2,4-dinitrophenylbenzylamine (XIII)

เตรียมตามวิธีใน 2.3 โดยใช้ 2,4-dinitrochlorobenzene 1.02 กรัม (0.005 โมล) ทำปฏิกิริยากับ benzylamine จำนวน 1 ซม.³. (0.01 โมล) จะได้สารประกอบ N-2,4-dinitrophenylbenzylamine 1.20 กรัม (88 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะ เป็นผลึกสีเหลืองเข้ม มีจุดหลอมเหลว 115 °C (lit. 11, 115 - 116 °C) มีค่า $R_f = 0.61$ (CHCl_3)

2.4 การสังเคราะห์สารประกอบ 2,4-dinitrophenyl aryl ethers (XIV)-(XVI)

เตรียมตามวิธีของ Raiford, L.C. และ James C. Colbert (34) โดยละลายโปตัสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) 0.85 กรัม (0.015 โมล) กับ เอทานอล 95 % 100 ซม.³. ในขวดก้นกลม ขนาด 500 ซม.³. จะได้สารละลาย ethanolic hydroxide แล้วเติมสารประกอบฟีนอล (phenol) o-cresol หรือ 4-nitrophenol จำนวน 1.40 - 1.70 กรัม (0.010 - 0.016 โมล) ลงไป กวนของผสมประมาณ 10 นาที ที่อุณหภูมิห้อง แล้วเติม 2,4-dinitrochlorobenzene จำนวน 1 - 2 กรัม (0.005 - 0.010 โมล) นำไปรีฟลักซ์บน steam bath ประมาณ 2 ชั่วโมง จะเกิดตะกอนสีขาวของเกลือโปตัสเซียมคลอไรด์ กรองตะกอนออกขณะร้อน ทิ้งให้สารละลายเย็นลงที่อุณหภูมิห้องจะมีตะกอนสีเหลืองอ่อนเกิดขึ้น กรอง แล้วนำไปทำที่บริสุทธิ์โดยการตกผลึกใน เอทานอล 100 - 200 ซม.³.

2.4.1 การสังเคราะห์สารประกอบ 2,4-dinitrodiphenyl ether (XIV)

เตรียมตามวิธีใน 2.4 โดยใช้ฟีนอล 1.50 กรัม (0.016 โมล) ทำปฏิกิริยากับสารละลาย ethanolic potassium hydroxide จำนวน 100 ซม³. และ 2,4-dinitrochlorobenzene 2.02 กรัม (0.01 โมล) ได้สารประกอบ 2,4-dinitrodiphenyl ether 2.40 กรัม (90 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็นผลึกรูปเข็มสีเหลืองอ่อน มีจุดหลอมเหลว 70 - 71 °C (lit. 34, 71 °C) มีค่า Rf = 0.76 (CHCl₃)

2.4.2 การสังเคราะห์สารประกอบ 2'-methyl-2,4-dinitrodiphenyl ether (XV)

เตรียมตามวิธีใน 2.4 โดยใช้ o-cresol 1.73 กรัม (0.016 โมล) ทำปฏิกิริยากับสารละลาย ethanolic potassium hydroxide จำนวน 100 ซม³. และ 2,4-dinitrochlorobenzene 2.02 กรัม (0.01 โมล) ได้สารประกอบ 2'-methyl-2,4-dinitrodiphenyl ether 2.30 กรัม (84 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็นผลึกสีเหลืองอ่อน มีจุดหลอมเหลว 85 °C มีค่า Rf = 0.82 (CHCl₃)

2.4.3 การสังเคราะห์สารประกอบ 4'-nitro-2,4-dinitrodiphenyl ether (XVI)

เตรียมทำนองเดียวกับ 2.4 โดยใช้ 4-nitrophenol 1.39 กรัม (0.01 โมล) ทำปฏิกิริยากับสารละลาย ethanolic potassium hydroxide (KOH 0.425 กรัม, 0.0075 โมล, ละลายในเอทานอล 95 % จำนวน 100 ซม³.) และ 2,4-dinitrochlorobenzene 1.02 กรัม (0.005 โมล) จะได้สารประกอบ 4'-nitro-2,4-dinitrodiphenyl ether 1.19 กรัม (78 %) สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็นผลึกสีเหลืองอ่อน จุดหลอมเหลว 114 - 115 °C (lit. 33, 114 °C) มีค่า Rf = 0.79 (CHCl₃)

2.5 การสังเคราะห์สารประกอบ 2,4-dinitrophenyl ethyl ether (XVII)
 เตรียมโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaH) 0.33 กรัม (0.01 โมล) ละลายใน absolute เอทานอล 200 ซม³ ในบีกเกอร์ ขนาด 400 ซม³. แล้วเติมสารละลาย 2,4-dinitrochlorobenzene 2.02 กรัม (0.01 โมล) ในเอทานอล 50 ซม³. ที่ล้นน้อย กวนของผสมที่อุณหภูมิห้อง 30 นาที แล้วนำไปอุ่นบน steam bath 15 นาที เมื่อทิ้งให้ของผสมเย็นลงที่อุณหภูมิห้อง จะมีตะกอนสีเหลืองตกลงมา กรองตะกอนที่ได้แล้วนำไปตกผลึกด้วยเอทานอลเจือจางด้วยน้ำ 10% (โดยปริมาตร) จำนวน 150 ซม³. ได้สารประกอบ 2,4-dinitrophenyl-ethyl ether 1.75 กรัม (83%) มีลักษณะเป็นผลึกรูปเข็มสีเหลืองอ่อน หลอมเหลวที่ 85 °C (lit. 33, 85-86 °C) Rf = 0.64 (CHCl₃)

2.6 การสังเคราะห์สารประกอบ bis(2,4-dinitrophenyl) glycols (XVIII) - (XX)

เตรียมทำนองเดียวกับ 2.5 ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.66 กรัม (0.02 โมล) ทำปฏิกิริยากับสารประกอบไกลคอล (glycol) 0.6-1.5 กรัม (0.01 โมล) ในเตตราไฮโดรฟิวแรน (tetrahydrofuran, THF) จำนวน 200 ซม³ ในบีกเกอร์ขนาด 500 ซม³. โดยมี magnetic stirrer กวนของผสมตลอดเวลา ที่อุณหภูมิห้อง แล้วค่อย ๆ เติมสารละลาย 2,4-dinitrochlorobenzene 4.06 กรัม (0.02 โมล) ในเตตราไฮโดรฟิวแรน 100 ซม³. ที่ล้นน้อยและกวนของผสมที่อุณหภูมิห้องประมาณ 1/2 - 1 ชั่วโมง แล้วนำไปอุ่นบน steam bath 15 นาที หลังจากนั้นทิ้งให้ของผสมเย็นลง จะมีตะกอนสีเหลืองอ่อนตกออกมา กรองตะกอนนี้แล้วนำไปทำให้บริสุทธิ์โดยตกผลึกด้วยสารละลายผสมระหว่างเอทานอลกับ THF (1:3 โดยปริมาตร) จำนวน 100-200 ซม³.

2.6.1 การสังเคราะห์สารประกอบ bis(2,4-dinitrophenyl) ethylene glycol (XVIII)

เตรียมตามวิธีใน 2.6 ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.66 กรัม (0.02 โมล) ทำปฏิกิริยาของสารละลายของ ethylene glycol 0.62 กรัม (0.01 โมล) ในเตตราไฮโดรฟิวแรน 200 ซม³. และสารละลายของ 2,4-dinitrochlorobenzene 4.06 กรัม (0.02 โมล) ในเตตราไฮโดรฟิวแรน 100 ซม³. ได้สารประกอบ bis(2,4-dinitro-

phenyl) ethylene glycol 2.8 กรัม (71%) มีลักษณะเป็นผลึกสีเหลืองอ่อน หลอมเหลวที่ 209 - 210 °C Rf = 0.20 (CHCl₃)

2.6.2 การสังเคราะห์สารประกอบ bis(2,4-dinitrophenyl) diethylene glycol (XIX)

เตรียมตามวิธีใน 2.6 ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.66 กรัม (0.02 โมล) ทำปฏิกิริยากับสารละลายของ diethylene glycol 1.06 กรัม (0.01 โมล) ในเตตราไฮโดรฟิวแรน 200 ซม³. ได้สารประกอบ bis(2,4-dinitrophenyl) diethylene glycol 3.22 กรัม (74%) มีลักษณะเป็นผลึกสีเหลืองอ่อน หลอมเหลวที่ 151-152 °C Rf = 0.22 (CHCl₃)

2.6.3 การสังเคราะห์สารประกอบ bis(2,4-dinitrophenyl) triethylene glycol (XX)

เตรียมทำนองเดียวกับ 2.6 ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.66 กรัม (0.02 โมล) ทำปฏิกิริยากับสารละลายของ triethylene glycol 1.50 กรัม (0.01 โมล) ในเตตราไฮโดรฟิวแรน 200 ซม³. แล้วจึงเติมสารละลายของ 2,4-dinitrochlorobenzene 4.06 กรัม (0.02 โมล) ในเตตราไฮโดรฟิวแรน 200 ซม³. ลงไปที่ละน้อย ปฏิกิริยาเกิดขึ้นรุนแรง มีความร้อนเกิดขึ้นด้วย กวนของผสมที่อุณหภูมิห้องนาน 1 ชั่วโมง ทั้งของผสมทำให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้อง จะมีตะกอนสีเหลืองตกออกมา กรองตะกอนออก ส่วนชั้นของเหลวนำไประเหย THF ออกประมาณ 150 ซม³ จะได้ตะกอนสีเหลืองตกออกมามาก รวมตะกอนสีเหลืองทั้งสองครั้ง ตกผลึกใหม่ในอะซิโตน จำนวน 100 ซม³. ได้สารประกอบ bis(2,4-dinitrophenyl) triethylene glycol 1.11 กรัม (23%) มีลักษณะเป็นผลึกสีเหลืองอ่อน หลอมเหลวที่ 88 °C Rf = 0.17 (CHCl₃)