แรดิคัลดีออกซิเจเนชันของแอลกอฮอล์บางชนิด
โดยใช้สารออร์กาโนไซเลน

นางสาวดวงกมล นันทศรี

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2540

ISBN 974-638-570-4

RADICAL DEOXYGENATION OF SOME ALCOHOLS USING ORGANOSILANES

Miss Duangamol Nuntasri

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Chemistry
Department of Chemistry
Graduate School
Chulalongkorn University
Academic Year 1997

ISBN 974-638-570-4

Thesis Title	Radical deoxygenation of some alcohols using organosilanes
By	Miss Duangamol Nuntasri
Department	Chemistry
Thesis Advisor	Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph.D.

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree.

.....Dean of Graduate School
(Professor Supawat Chutivongse, M.D.)

Thesis Committee:

.....Chairman
(Associated Professor Siri Varothai, Ph.D.)

.....Member
(Professor Padet Sidisunthorn, Ph.D.)

.....Member
(Assistant Professor Preecha Lertpratchya, Ph.D.)

.....Thesis Advisor
(Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph.D.)

ดวงกมล นันทศรี : แรดิคัลดีออกซิเจเนชันของแอลกอฮอล์บางชนิดโดยใช้สารออร์กาโนไซเลน (RADICAL DEOXYGENATION OF SOME ALCOHOLS USING ORGANOSILANES)

อาจารย์ที่ปรึกษา : ผศ.ดร.วรินทร ชวศิริ ; 68 หน้า. ISBN 974-638-570-4.

ได้ศึกษาปฏิกิริยาดีออกซิเจเนชันของเซกันดารีแอลกอฮอล์ด้วยปฏิกิริยา Barton-McCombie ในการศึกษาปัจจัยเพื่อหาภาวะของปฏิกิริยาที่เหมาะสม ได้แก่ chain carrier, initiator, อนุพันธ์ของแอลกอฮอล์และตัวทำละลาย งานวิจัยนี้พบว่าไดเฟนนิลไซเลน (Ph_2SiH_2) และ AIBN เป็นสารที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาดีออกซิเจเนชันของไซโคลโดเดคานอล ซึ่งอยู่ในรูปอนุพันธ์เมทิลแซนเททได้ดีที่สุด โดยให้ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการในปริมาณสูงถึงสูงมาก นอกจากนี้ได้ประยุกต์ใช้ระบบที่พัฒนาขึ้นในการดีออกซิเจเนทแอลกอฮอล์และสารผลิตภัณฑ์ธรรมชาติบางชนิด ผลิตผลที่ได้รับจากวิธีนี้พบว่ามีปริมาณสูงกว่าวิธีที่เคยมีรายงานไว้อย่างมีนัยสำคัญ

ภาควิชา เคมี ลายมือชื่อนิสิต ดวงกมล นันทศรี

สาขาวิชา เคมี ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา วรินทร ชวศิริ

ปีการศึกษา 2540 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม -

3970545923 CHEMISTRY
: MAJOR
KEY WORD: RADICAL CHEMISTRY / DEOXYGENATION / ORGANOSILANES
DUANGAMOL NUNTASRI : RADICAL DEOXYGENATION OF SOME ALCOHOLS USING ORGANOSILANES.
THESIS ADVISOR : ASSIST. PROF. WARINTHORN CHAVASIRI, Ph.D.
68 pp. ISBN 974-638-570-4.

The Barton-McCombie type reaction for deoxygenation of secondary alcohols was investigated. Various factors including chain carriers, initiators, alcohol derivatives and solvents were examined to optimize the reaction conditions. It was found that diphenylsilane (Ph_2SiH_2) and AIBN were the best pair for deoxygenation of cyclododecanol *via* its methyl xanthate. The desired product was obtained in high to excellent yield. Moreover, these developed conditions were applied for the deoxygenation of selected alcohols and some naturally occurring compounds. The yield derived from this methodology was found to be significantly superior to other methods reported.

ภาควิชา เคมี ลายมือชื่อนิสิต Duangamol Nuntasri

สาขาวิชา เคมี ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา Warinthorn Chavasiri

ปีการศึกษา 2540 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม -

ACKNOWLEDGEMENTS

The author wishes to express her deepest gratitude to her advisor, Assistant Professor Dr. Warinthorn Chavasiri for his kindness, generous guidance, helpful suggestions throughout this research, without whom none of this work would be possible. Thanks are also expressed to the thesis committee for their valuable comments and time.

The author wishes to thank Dr. Chompoonute Kamthong for her warm support and interest in her well-being. Appreciation is also extended to Assistant Professor Dr. Varaporn Leepipatpiboon for her most helpful suggestions in gas chromatography. Furthermore, special thanks are expressed to Assistant Professor Gaysorn Veerachato and Dr. Worawan Bhanthumnavin for their kindness and assistance in time of need.

The author also wishes to thank the staff of the Scientific and Technological Research Equipment Center, Chulalongkorn University and especially Mrs Sunee Pakprapun for supplying standard octadecane.

The author is indebted to many people for making much of this work possible: Pla, Noi and Ong, for their guidance in NMR spectroscopy; Un, Rung, Pae, Too, Nueng, P' Pom, P' Jeep, P' Toy and P' Wit for everything they have done for her. She also thanks Prasong for all of his assistance in computer and being her best friend.

The Graduate School for granting a research assistance during July 1996 until June 1998 is gratefully acknowledged. Appreciation is also expressed to the Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University for all apparatus, chemicals and material support during this research.

Finally, the author would like to express her deep gratitude to her parents and her aunt for their love, dedication, inspiration and continuing support.

CONTENTS

Pages

LIST OF TABLES

LIST OF FIGURES

LIST OF SCHEMES

LIST OF ABBREVIATIONS

°C	=	degree Celsius
mmol	=	millimole
mL	=	milliliter
min	=	minute (s)
h	=	hour (s)
atm	=	atmosphere
anh	=	anhydrous
AIBN	=	2,2′-Azobisisobutyronitrile
DMSO	=	dimethyl sulfoxide
TBP	=	*tert*-butylperoxide
NMR	=	nuclear magnetic resonance
IR	=	infrared
g	=	gram
m.p.	=	melting point
M^+	=	molecular ion in mass spectrum
ν	=	wavelength (cm^{-1})
s	=	singlet (NMR)
d	=	doublt (NMR)
t	=	triplet (NMR)
m	=	multiplet (NMR)
dd	=	double of doublet
dt	=	double of triplet
br	=	broad (IR)