

การสังเคราะห์ห่อพันธู์ของ 2-อีมีน-5-เอริลเมธิลีน-4-โธอะโซลิดีโนน



นางสาว มุขจรินทร์ ไชยณรงค์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาเภสัชศาสตรมหาบัณฑิต
ภาควิชาเภสัชเคมี
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2534

ISBN 974-579-616-6

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

017838

๑๓๓๑๕/๐๓

SYNTHESIS OF
2-IMINO-5-ARYLMETHYLENE-4-THIAZOLIDINONE DERIVATIVES



MISS NUCHARIN CHAINARONG

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Pharmacy
Department of Pharmaceutical Chemistry
Graduate School
Chulalongkorn University

1991

ISBN 974-579-616-6

Copyright of the Graduate School, Chulalongkorn University

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสี่เหลี่ยมนี้เพียงแผ่นเดียว

นุชจรินทร์ ไชยณรงค์ : การสังเคราะห์อนุพันธ์ของ 2-อิมิโน-5-เอริลเมธิลีน-4-ไทอะโซลิดิโนน (SYNTHESIS OF 2-IMINO-5-ARYLMETHYLENE-4-THIAZOLIDINONE DERIVATIVES) อ.ที่ปรึกษา ผศ.ดร.ชำนาญ ภัทรพานิช, 94 หน้า. ISBN 974-579-616-6

อนุพันธ์ของ 2-อิมิโน-5-เอริลเมธิลีน-4-ไทอะโซลิดิโนน จำนวน 5 ตัวได้ถูกสังเคราะห์ขึ้นจากปฏิกิริยาเคมีระหว่าง อนุพันธ์ของ 5-เอริลเมธิลีนโรตานิโน กับ ไฮดรอกซิลามีน, อะนิลีน และ เฟนิลไฮดรราซีน จากสารที่สังเคราะห์ได้นั้น พบว่า อนุพันธ์ของ 2-เฟนิลอิมิโน และ 2-เฟนิลไฮดรราซิโน ของ 5-เบนซิลดีนโรตานิโน เท่านั้นที่สามารถสังเคราะห์ได้ ในขณะที่การสังเคราะห์จากอนุพันธ์ของโรตานิโนตัวอื่นนั้นไม่สามารถแยกสารประกอบที่ต้องการได้ จากข้อมูลทางอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี, โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกโตรสโคปี และ แมสสเปกโตรสโคปี สามารถยืนยันได้ว่า ปฏิกิริยาของ อนุพันธ์ของ 5-เอริลเมธิลีนโรตานิโน กับ ไฮดรอกซิลามีน, อะนิลีน และ เฟนิลไฮดรราซีน เกิดขึ้นที่คาร์บอนอะตอมตำแหน่งที่ 2 ของวงแหวนไทอะโซลิดิโนน



ศูนย์วิทยทรัพยากร จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา
สาขาวิชา
ปีการศึกษา 2534

ลายมือชื่อนิติ
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสี่เหลี่ยมนี้เพียงแผ่นเดียว

NUCHARIN CHAINARONG : SYNTHESIS OF 2-IMINO-5-ARYLMETHYLENE-4-THIAZOLIDINONE DERIVATIVES. THESIS ADVISOR : ASSIST.PROF.CHAMNAN PATARAPANICH ,Ph.D. 94 PP. ISBN 974-579-616-6

Five compounds of 2-imino-5-arylmethylene-4-thiazolidinones have been synthesized from reaction of 5-arylmethylenetherhodanines with hydroxylamine, aniline and phenylhydrazine. Among the synthesized compounds, only the 2-phenylimino and 2-phenylhydrazino derivatives could be synthesized from 5-benzylidenerhodanine, while the products from other rhodanines were unseparable. Evidences from infrared spectroscopy, ¹H-NMR spectroscopy and mass spectroscopy confirmed that the reactions between 5-arylmethylene-rhodanines and hydroxylamine, aniline and phenylhydrazine took place at the carbon atom at position 2 of thiazolidine ring.



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชาเภสัชเคมี.....
สาขาวิชาเภสัชเคมี.....
ปีการศึกษา๒๕๕๑.....

ลายมือชื่อนิสิต นุชฉวีจันทร์ ไชยณรงค์
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา
ลายมือชื่อคณาจารย์ที่ปรึกษาอื่น ๆ



ACKNOWLEDGEMENTS

I wish to express my sincere thanks and appreciation to those who assisted in this research.

To Assistant Professor Chamnan Patarapanich, my research advisor, for his continuing interest, invaluable suggestions, encouragement and guidance throughout the research studies, without whom none of this work would have been possible.

To all the staff of Pharmaceutical Chemistry Department, Faculty of Pharmaceutical Sciences, Chulalongkorn University, for their advice and helpful cooperation.

To the staff of Scientific and Technological Research Equipment Center for their cooperation in analyzing and determining $^1\text{H-NMR}$ and MS spectra.

To the staff of Department of Science Services, Ministry of Science, Technology and Energy for their cooperation in analyzing and determining $^1\text{H-NMR}$ and IR spectra.

To my friends for their friendship, understanding
and encouragement.

Finally, to my parents and my sister for their
love, inspiration, encouragement and cheerfulness
throughout my graduate study.



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



CONTENTS

	Page
THAI ABSTRACT	iv
ENGLISH ABSTRACT	v
ACKNOWLEDGEMENTS	vi
LIST OF TABLES	x
LIST OF FIGURES	xi
CHAPTER I INTRODUCTION	1
CHAPTER II HISTORY	12
CHAPTER III EXPERIMENTALS	25
Equipments	25
Chemicals	26
Synthesis of 5-Benzylidenerhodanine	26
Synthesis of 5-(4-Nitrobenzylidene) rhodanine	27
Synthesis of 5-(2,6-Dichlorobenzylidene) rhodanine	28
Synthesis of 2-Oximino-5-benzylidene-4- thiazolidinone	29
Synthesis of 2-Oximino-5-(4-nitrobenzylidene-4-thiazolidinone	30
Synthesis of 2-Oximino-5-(2,6-dichloro benzylidene)-4-thiazolidinone ..	30

	Page
Synthesis of 2-Phenylimino-5-benzylidene-4-thiazolidinone	31
Synthesis of 2-Phenylhydrazino-5-benzylidene-4-thiazolidinone	32
CHAPTER IV DISCUSSION	62
Step I: Condensation of Rhodanine and Aldehyde	62
Step II: Reaction of 5-Arylmethylenetherhodanines with Organic Bases	66
1. Reaction of 5-Arylmethylenetherhodanines with Hydroxylamine hydrochloride	67
2. Reaction of 5-Arylmethylenetherhodanines with Aniline	72
3. Reaction of 5-Arylmethylenetherhodanines with Phenylhydrazine	75
CHAPTER V CONCLUSION	79
REFERENCES	81
VITA	94



 ศูนย์วิทยทรัพยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF TABLES

Table	Page
1. Physicochemical Properties of 5-Arylmethylene rhodanines	34
2. Physicochemical Properties of 2-Imino-5-aryl methylene-4-thiazolidinones	35
3. Characteristic IR-Absorption of 5-Arylmethylene rhodanines as Potassium Bromide Pellets	36
4. Characteristic IR-Absorption of 2-Imino-5-aryl methylene-4-thiazolidinones as Potassium Bromide Pellets	37
5. Characteristic $^1\text{H-NMR}$ of 5-Arylmethylene rhodanines	38
6. Characteristic $^1\text{H-NMR}$ of 2-Imino-5-arylmethylene- 4-thiazolidinones	39

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF FIGURES

Figure	Page
1. Infrared Absorption Spectrum of 5-Benzylidene rhodanine as a Potassium Bromide Pellet	40
2. Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectrum of 5-Benzylidenerhodanine in Dimethylsulfoxide-d ₆ and Chloroform-d	41
3. Mass Spectrum of 5-Benzylidenerhodanine	42
4. Infrared Absorption Spectrum of 5-(4-Nitrobenzylidene)rhodanine as a Potassium Bromide Pellet ..	43
5. Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectrum of 5-(4-Nitrobenzylidene)rhodanine in Dimethylsulfoxide-d ₆ and Chloroform-d	44
6. Infrared Absorption Spectrum of 5-(2,6-Dichlorobenzylidene)rhodanine as a Potassium Bromide Pellet	45
7. Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectrum of 5-(2,6-Dichlorobenzylidene)rhodanine in Dimethylsulfoxide-d ₆ and Chloroform-d	46
8. Infrared Absorption Spectrum of 2-Oximino-5-benzylidene-4-thiazolidinone as a Potassium Bromide Pellet	47

Figure	Page
9. Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectrum of 2-Oximino-5-benzylidene-4-thiazolidinone in Dimethylsulfoxide-d ₆ and Chloroform-d	48
10. Mass Spectrum of 2-Oximino-5-benzylidene-4- thiazolidinone	49
11. Infrared Absorption Spectrum of 2-Oximino-5-(4- nitrobenzylidene)-4-thiazolidinone as a Potassium Bromide Pellet	50
12. Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectrum of 2-Oximino-5-(4-nitrobenzylidene)-4-thiazolidinone in Dimethylsulfoxide-d ₆ and Chloroform-d	51
13. Mass Spectrum of 2-Oximino-5-(4-nitrobenzylidene) -4-thiazolidinone	52
14. Infrared Absorption Spectrum of 2-Oximino-5-(2,6- dichlorobenzylidene)-4-thiazolidinone as a Potassium Bromide Pellet	53
15. Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectrum of 2-Oximino-5-(2,6-dichlorobenzylidene)-4-thiazoli dinone in Dimethylsulfoxide-d ₆ and Chloroform-d..	54
16. Mass Spectrum of 2-Oximino-5-(2,6-dichlorobenzyl idene-4-thiazolidinone	55
17. Infrared Absorption Spectrum of 2-Phenylimino-5- benzylidene-4-thiazolidinone as a Potassium Bromide Pellet	56

Figure	Page
18. Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectrum of 2-Phenylimino-5-benzylidene-4-thiazolidinone in Dimethylsulfoxide-d ₆ and Chloroform-d	57
19. Mass Spectrum of 2-Phenylimino-5-benzylidene-4- thiazolidinone	58
20. Infrared Absorption Spectrum of 2-Phenylhydrazino -5-benzylidene-4-thiazolidinone as a Potassium Bromide Pellet	59
21. Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectrum of 2-Phenylhydrazino-5-benzylidene-4-thiazolidinone in Dimethylsulfoxide-d ₆ and Chloroform-d	60
22. Mass Spectrum of 2-Phenylhydrazino-5-benzylidene -4-thiazolidinone	61



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย