



วัสดุ และอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

1. สารเคมีที่ใช้ สารเคมีที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์สารต่าง ๆ ในการวิจัยครั้งนี้ทุกตัวเป็นชนิด Laboratory reagents เช่น Sodium Hydroxide, Cuprous Oxide, Ammonium Carbonate ใ้มาจาก May & Baker Co., Palladium Chloride, Sodium Chloride, Sodium Nitrate และ Sulfuric Acid ใ้มาจาก BDH Chemicals. Ltd., Chloramine T ใ้มาจาก Fluka AG, Buchs SG.
2. เครื่องมือวิทยาศาสตร์ที่ใช้ในการพิสูจน์เอกลักษณ์
 - 2.1 เครื่องมือหาจุดหลอมเหลว ใ้ Büchi electrothermal capillary melting point apparatus และ Lietz microscope melting point apparatus สำหรับเทอร์โมมิเตอร์ที่ใ้กับเครื่องมือทั้งสองไม่ได้เปรียบเทียบกับเทอร์โมมิเตอร์มาตรฐาน
 - 2.2 เครื่องมือหาความหนาแน่นของของเหลว ใ้ glass pycnometer
 - 2.3 เครื่องมือหาค่าการหักเหของแสง ใ้ Abbe refractometer
 - 2.4 เครื่องมือใ้ใช้ในการพิสูจน์เอกลักษณ์ทางสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ใ้ Perkin - Elmer 283 Grating Infrared spectrophotometer

วิธีดำเนินการวิจัย

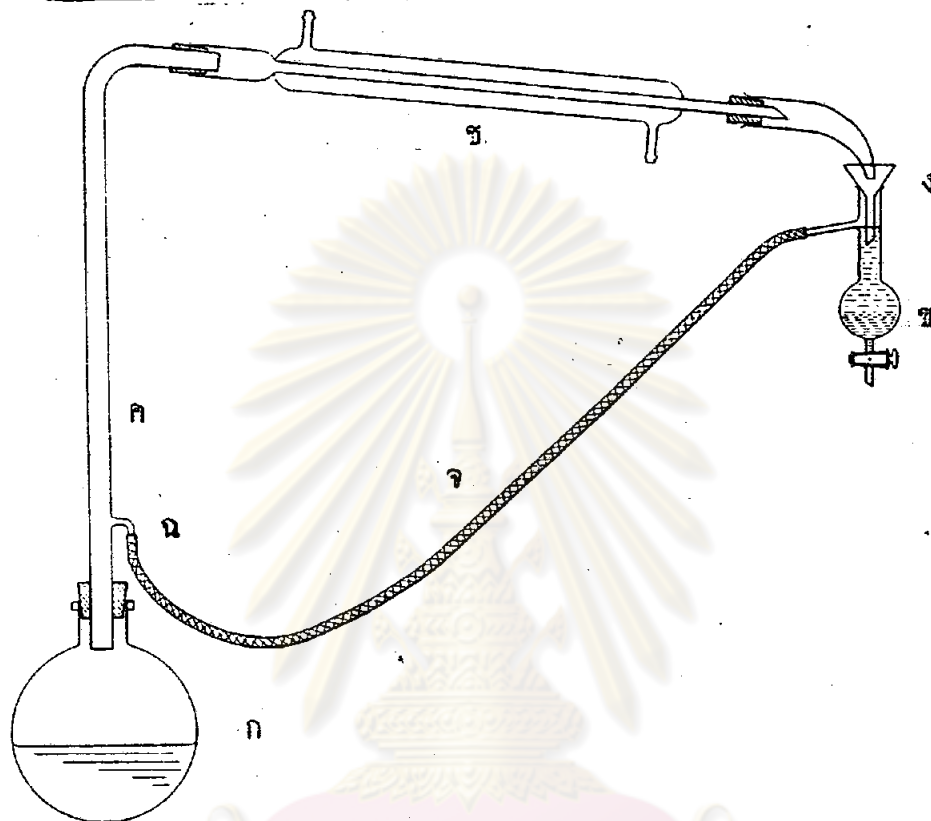
ในการวิจัยครั้งนี้ได้ดำเนินการสังเคราะห์สารต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้องตามวิธีการดำเนินการวิจัยตามลำดับขั้นตอนดังนี้คือ

- ขั้นตอนที่ 1 ทำการสังเคราะห์เฟอร์รูราลจากสังฆาวิท
- ขั้นตอนที่ 2 ทำการสังเคราะห์กรกฟูโรอิกจากเฟอร์รูราลที่ได้จากขั้นตอนที่ 1
- ขั้นตอนที่ 3 ทำการสังเคราะห์ผิวแรนจากกรกฟูโรอิกที่ได้จากขั้นตอนที่ 2
- ขั้นตอนที่ 4 ทำการสังเคราะห์เตตระไฮโดรฟิวแรนจากฟิวแรนที่ได้จากขั้นตอนที่ 3
- ขั้นตอนที่ 5 ทำการสังเคราะห์ไมโทโรแลคโตนจากเตตระไฮโดรฟิวแรนที่ได้จากขั้นตอนที่ 4
- ขั้นตอนที่ 6 ทำการสังเคราะห์ 2 - พัยโรโรดิโตนจากไมโทโรแลคโตนที่ได้จากขั้นตอนที่ 5

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การสังเคราะห์เพอร์ฟิวราลจากขี้ข้าวโพด

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังแสดงไว้ในภาพที่ 6



ภาพที่ 6 แสดงภาพเครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์เพอร์ฟิวราล

- ก = round - bottomed flask ขนาดความจุ 2 ลิตร
- ข = receiver with stopcock สำหรับเก็บเพอร์ฟิวราล
- ค = upright tube ยาวประมาณ 45 - 50 เซนติเมตร และ
ควรเป็น fractionating column
- ง = funnel ปลายของก้านกรวยต้องอยู่ต่ำกว่า
side arm of receiver
- จ = liquid returning tube ต้องมีขนาดใหญ่พอสมควร
- ฉ = entrance of upright tube,
- ช = water condenser

- ขอควรวาง 1 บางส่วนของ จ ของยู่ต่ำกว่า ฉ
2 ข ของยู่สูงกว่า ฉ หลาย ๆ นิ้ว

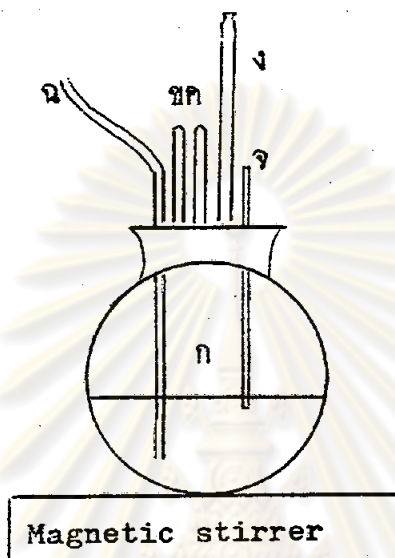


วิธีการสังเคราะห์

1. นำขี้ข้าวโพคที่ไร้ไปตากแดดให้แห้ง แล้วนำมาค้ให้เป็นผงหยาบ ซึ่งมาหนัก 250 กรัม นำไปผสมกับเกลือแกง (NaCl) 335 กรัม, ผสมให้เข้ากันดี
 2. นำส่วนผสมดังกล่าว ใส่ flask ก้นกลม แล้วเติม 835 มล. ของ 10% กรดกำมะถัน (10% H_2SO_4), เขย่าให้เข้ากัน
 3. นำไปประกอบกับเครื่องแก้วที่ใช้ในการทดลองดังภาพที่ 6
 4. กลั่นโดยใช้ heating mantle โดยให้ความร้อนเพิ่มทีละน้อย ๆ จนกระทั่งมีเฟอรฟูราดกลั่นตัวออกมา จึงให้ความร้อนในปริมาณคงที่ เก็บ distillate ภาย receiver ซึ่งมีคลอโรฟอร์มบรรจุจนท่วมปลายก้นกรวย หรือ adapter ที่ต่อมาจาก condenser เพื่อให้ distillate ผ่านสู่ชั้นคลอโรฟอร์มโดยตรง เมื่อชั้นคลอโรฟอร์มควรเติมน้ำปริมาณเล็กน้อย ทำการกลั่นประมาณ 5 - 10 ชม. หรือจนไม่มีเฟอรฟูราดเกิดขึ้น
 5. นำส่วนผสมของ distillate ที่ได้มาเติมโซดาแฉกแฉก จนทำให้สารละลายที่ไคมีฤทธิ์เป็นกรกอ่อน ๆ
 6. นำสารละลายที่ไคไปกลั่นทำให้บริสุทธิ์ การกลั่นควรใช้แบบ reduced pressure และใช้ความร้อนจาก temperature bath ไม่เกิน 130° ซ., เพื่อการแยกเอาเฟอรฟูราดออกจากน้ำ และคลอโรฟอร์ม
 7. เฟอรฟูราดที่แยกได้ เป็นของเหลว ไม่มีสี หรือมีสีเหลืองอ่อน
- เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์จะได้ผลการทดลอง เปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานตามที่รวบรวมไว้ในตาราง

การสังเคราะห์กรกฟโรอิกจากเพอร์ฟรอล

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังที่แสดงไว้ในภาพที่ 7



ภาพที่ 7 แสดงภาพเครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์กรกฟโรอิก

ก = 5 - necked flask with ground joints
ขนาด 1 ลิตร

ข, ค = dropping funnel

ง = reflux condenser

จ = thermometer

ฉ = Oxygen gas delivery tube

วิธีการสังเคราะห์

1. เติมสารละลายโซดาแอสเตน (2.5% NaOH) 250 มล.

ลงใน 5 necked flask with ground joints

2. การเติมตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst)

2.1 คอย ๆ เติม cuprous oxide 9.6 กรัม ลงใน 2.5% สารละลายของโซดาแผลเผาที่ถูกรคนอย่างคืดตลอดเวลา โดยใช้ magnetic stirrer

2.2 ละลายซิลเวอร์ไนเตรท 0.5 กรัม ในน้ำ 15 มล. แล้วเติมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรทลงไปในส่วนละลายของ cuprous oxide (จาก 2.1)

จะโค้สารละลายแขวนตะกอนของ $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Ag}_2\text{O}$

สีน้ำตาล - กำ

3. ละลาย 40 กรัมของโซดาแผลเผาในน้ำ 100 มล. ใส่ใน dropping funnel อันที่ 1 เติม 96 กรัม (83 มล.) ของเฟอร์ฟูราล ลงใน dropping funnel อันที่ 2

4. ทำให้สารละลายใน flask ร้อนถึง 55 - 60 ซ. พร้อมกัมข่านภาชออกซิเจนสู่สารละลายอย่างเร็ว และคนสารละลายอย่างแรงตลอดเวลาด้วย magnetic stirrer (หรือเครื่องกวนอย่างอื่น)

5. คอย ๆ เติมสารละลายของโซดาแผลเผา และเฟอร์ฟูราลจากข้อ 3 ลงสู่ flask พร้อม ๆ กัน ให้สารละลายทั้งสองชนิดผสมภายใน 20 - 25 นาที (การทำเช่นนี้จะ เป็นการควบคุมอุณหภูมิของสารละลายใน flask ให้ยู่ระหว่าง 50 - 55 ซ. ใค้ควย และถ้าหากปฏิกิริยาเกิดพองขึ้นมามากให้เติม Benzene ลงไปเล็กน้อย)

6. ทิ้งสารละลายที่ใค้ให้เย็นลงถึง 40 ซ. (ใช้เวลา 15 - 30 นาที, พร้อมกัมข่านภาชออกซิเจน และคนพร้อมกันไปควย)

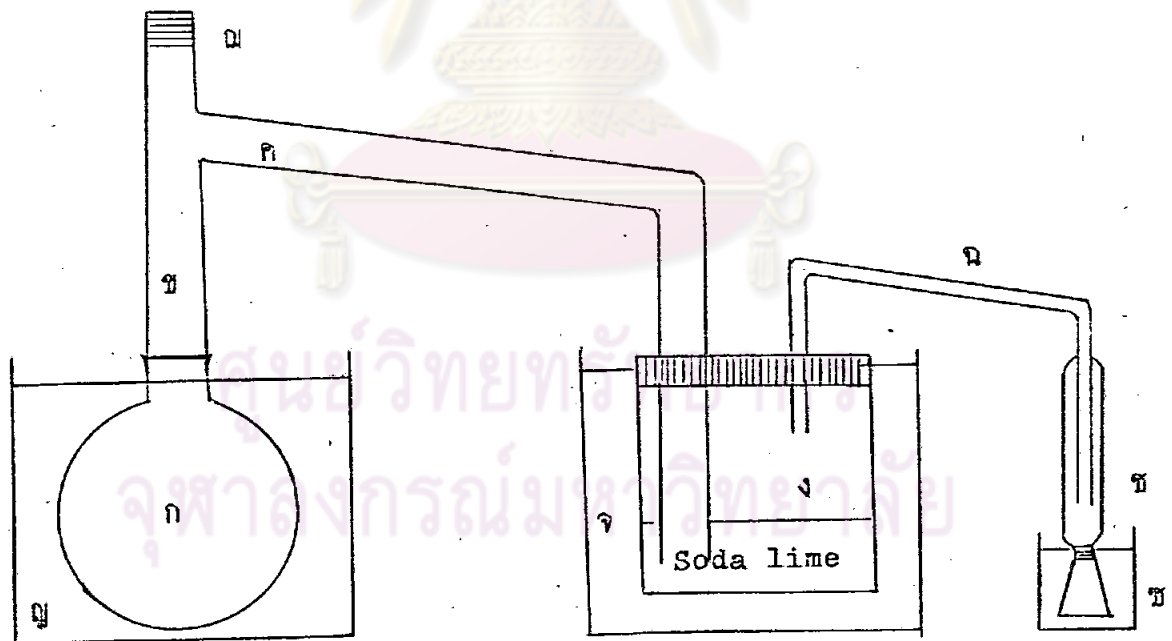
7. กรองเอาตัวแรงปฏิกิริยาออก แล้วนำ filtrate ที่ใค้ไป สกัค้ควยอีเธอร์ 3 ครั้ง ครั้งละ 30 มล.

8. นำเอาชั้นน้ำที่แยกใค้จากการ สกัค้ควยอีเธอร์ไปทำให้เป็นกรด (pH 2 - 3) ควยสารละลาย 30% กรดกำมะถัน แล้วเติมผงถ่าน (charcoal) 6 - 7 กรัม

9. นำสารละลายไปต้มประมาณ 45 นาที แล้วกรองขณะร้อน
10. ทำให้ filtrate ที่ไคเย็นที่ 10 - 20° ซ. มากกว่า 1 ซม. หรือทำให้เย็นโดยทิ้งไว้ค้างคืน
11. นำมากรอง เก็บตะกอนของกรกฟุโรอิกที่ไค โดยการล้างด้วยน้ำเย็น
12. ตะกอนที่ไคมีลักษณะ เป็นผลึกขาว มีสีเหลืองอ่อน เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์จะไคผลการทดลอง เปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานค่าที่ไครวบรวมไว้ในตารางที่ 4

การสังเคราะห์หิวแรนจากกรกฟุโรอิก

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังแสดงไว้ในภาพที่ 8



ภาพที่ 8 แสดงภาพเครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์หิวแรน

- ก = 200 มล. round - bottom flask
- ข = upright tube ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 2.5 ซม.
ยาวประมาณ 15 ซม.
- ค = side arm ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 2.5 ซม. โดย
ยื่นออกมาจาก ข ห่างจากส่วนบนประมาณ 2 ซม.
- ง = soda - lime tower สูงประมาณ 25 ซม. ภายในบรรจุ
soda lime
- จ = water bath อุณหภูมิ 40° ซ. เพื่อป้องกันการ
condensation ของพิวแรนที่เกิดขึ้นจาก ก และเข้ามาทาง
ข และ ค
- ฉ = outlet tube ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 0.5 ซม.
- ช = upright water condenser เพื่อให้พิวแรนกลั่นตัวลง
ภาชนะที่รับ
- ซ = receiver (ground joint) แห่อยู่ใน ice-bath
- ฌ = cork stopper พร้อมกับ glass wool
ทำหน้าที่เป็น glass plunger
- ฎ = oil bath

วิธีการสังเคราะห์

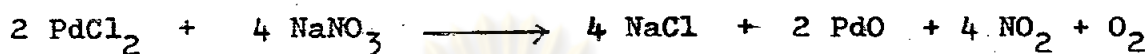
1. ชั่งกรกฟูโรอิก 80 กรัม ใส่ flask ก้นกลม (ก)
แล้วประกอบเครื่องมือดังรูป
2. ให้ความร้อน oil bath จนกระทั่งกรกฟูโรอิกเดือด
(200 - 205° ซ.) พิวแรนที่เกิดขึ้นจะเข้ามาตามท่อผ่าน soda lime tower
เพื่อกำจัดความชื้น และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ แล้วผ่าน outlet tube มาลง
ลงในภาชนะที่รองรับ

3. ถ้าหากมีกรรขุโรอิกเกิดการระเหิดจับที่ glass plunger ให้นำกรรขุโรอิกตกลงไปใน flask เพื่อปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์
4. นำของเหลวที่ได้ในภาชนะที่รับ ไปทำให้บริสุทธิ์โดยการกลั่น จะได้ของเหลวที่ไม่มีสี เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์จะได้ผลการทดลอง เปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานความถี่ที่รวบรวมไว้ในตารางที่ 5

การสังเคราะห์เททระไฮโดรควิโนนจากควิโนน

1. การเตรียม Palladous oxide catalyst (PdO-Pd. black)
 - 1.1 ชั่ง 2.2 กรัม โลหะ palladium ละลายในกรรขุโรอิกทอง (aqua regia) จำนวนเล็กน้อย ใน casserole ขนาด 350 มล. หรือใช้ palladium chloride 3.75 กรัม ละลายในกรรขุโรอิกเกลือ (conc HCl) 9 มล. และน้ำ 23 มล.
 - 1.2 เติม 55 กรัม ของ NaNO_3 ลงไปในสารละลาย กังกลาว คนให้เข้ากันจนสารละลายนั้นมีลักษณะข้น (thick paste) (อาจต้องเติมน้ำลงไปอีกเล็กน้อย)
 - 1.3 นำไปเผาด้วยไฟอ่อน ๆ เพื่อไล่น้ำออก แล้วจึงค่อย ๆ เพิ่มความร้อน จนกระทั่งส่วนผสมเริ่มหลอมตัว ($270 - 280$ ช.) หลังจากนั้นให้เผาต่อไปอีกประมาณ 5 นาที โดยที่คอยคนให้ เพราะจะมีออกไซด์ของไนโตรเจน และฟองเกิดขึ้น
 - 1.4 เมื่อควันของออกไซด์ของไนโตรเจนหมด (ประมาณ 5 นาที) ให้เผาด้วยไฟตะเกียง bunsen เติมที่อีก 10 นาที (เวลาที่ใช้ในการเผาทั้งหมดไม่ควรเกินครึ่งชั่วโมง)
 - 1.5 ปล่อยให้เย็น, คอย ๆ หมุน casserole ไปรอบ ๆ เพื่อให้ส่วนผสมที่หลอมตัวเกิดการแข็งตัวอยู่รอบ ๆ ในขณะที่ทิ้งไว้ให้เย็น

1.6 เติม น้ำลงไป ใน casserole 200 มล. เพื่อล้าง เกลือ
ของ โซเดียมออกไซด์; กรอง, ล้าง ตะกอน ที่ ได้ ด้วย สารละลาย 1% NaNO_3 , ทำให้
แห้ง ใน Vacuum desiccator บนกรรก่ามะถัน เซเมน
สมการเคมี ที่ เกิดขึ้น



2. วิธีการสังเคราะห์ แคทาไลต์ ไฮโดรจิเนชัน

เครื่องมือ ที่ ใช้ ในการ ทดลอง ใช้ Parr Series 3911 Catalytic
Hydrogenation Apparatus, Low Pressure (60 psig), Shaker Type
ใน ปฏิกริยา hydrogenation ของ พิวแรน

2.1 เติม 10 กรัม (11 มล.) ของ พิวแรน ซึ่ง ให้นำ ไป
กลั่น ใหม ๆ และ 0.2 กรัม ของ PdO/Pd catalyst ที่ เตรียม ได้ ลง ไป
ใน reduction bottle ของ เครื่อง ที่ ใช้

2.2 ปลดปล่อย ก๊าซ ไฮโดรเจน จาก ถัง เข้าสู่ ขวด reduction
bottle จนกระทั่ง ความดัน ภายใน ขวด เป็น 60 ปอนด์/ตารางนิ้ว หลังจากนั้น
ประมาณ 10 นาที ความดัน ภายใน ขวด จะ ลดต่ำลง ต้อง คอย เติม ก๊าซ ไฮโดรเจน ให้ ความดัน
ภายใน ขวด ประมาณ 60 ปอนด์/ตารางนิ้ว อยู่ เสมอ พร้อมกับ เช้า ขวด ไป ด้วย จนกระทั่ง
ความดัน ภายใน ขวด ไม่ ลด ลง อีก

เนื่องจาก อัตราการ ระเหย ของ พิวแรน มี สูง มาก จึง ไม่ ต้อง คุก
อากาศ จาก reduction bottle ก่อน การ ผ่าน ก๊าซ ไฮโดรเจน เหมือน กับ ปฏิกริยา
hydrogenation อื่น ๆ เพียง แต่ ก่อน จะ เติม พิวแรน และ ตัว เร่ง ปฏิกริยา ใน ครั้ง แรก ควร
ไล่อากาศ ภายใน ขวด ด้วย ก๊าซ ไฮโดรเจน ที่ ไหล 2 - 3 ครั้ง และ ก่อน ที่จะ ปลดปล่อย ความดัน ภายใน
ขวด เพื่อ เปิด จุก ขวด ในการ เติม พิวแรน และ ตัว เร่ง ปฏิกริยา ลง ไป ใหม่ ขวด ปฏิกริยา ต้อง
ถูก ทำ ให้ เย็น เสีย ก่อน โดยการ ฉีก อี เซอร์ จาก wash bottle ทั้งนี้ เพราะ ปฏิกริยา
วิคซ์ เป็น แบบ exothermic

2.3 เติมทิวแรนลงไปอีก 20 กรัม (22 มล.) และ 0.2 กรัม PdO/Pd catalyst แล้วทำเช่นเดียวกับข้อ 2.2 ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในตอนนี้จะเร็วกว่าในตอนแรก และควรมีฮีเออร์ลงไปที่ขวด reduction bottle บ้างเป็นครั้งคราว

2.4 หลังจากปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์ (ความคั่นภายในขวดไม่ตกลง) เติมทิวแรนลงไปอีก 30 กรัม (33 มล.) ทิวแรนปฏิกิริยาอีก 0.2 กรัม ทำเช่นนี้จนกระทั่งเติมทิวแรนลงไปมีปริมาณประมาณ 2 ใน 3 ของขวดปฏิกิริยา

2.5 เพื่อให้ได้ผลอย่างสมบูรณ์ให้เติม PdO/Pd catalyst ลงไปอีก 0.2 กรัม ผ่านก๊าซไฮโดรเจน จนกระทั่งแน่ใจว่าความคั่นของไฮโดรเจนไม่ตกลงอีก จึงนำสารละลายที่โถภายในขวดนำไปกรอง

2.6 นำ filtrate ที่ได้ไปกลั่นใหม่บริสุทธิ์ โดยเติม CuCl_2 หรือ ferrous sulfate ลงไปเล็กน้อย

2.7 เกษตรไฮโดรทิวแรนที่มีลักษณะ เป็นของเหลว ไม่มีสี มีกลิ่นคล้ายฮีเออร์ เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์จะโคจรการทดลอง เปรียบเทียบกับค่ามาตรฐาน ตามที่รวบรวมไว้ในตารางที่ 6

การสังเคราะห์ทิวไรแลคโตนจากเกษตรไฮโดรทิวแรน

วิธีการสังเคราะห์

1. นำเกษตรไฮโดรทิวแรน 21 กรัม (24 มล.) ผสมกับสารละลาย 10% กรกเกลือจำนวน 150 มล. ไปแช่ใน ice - bath พร้อมกับคนให้เข้ากันตลอดเวลา

2. ค่อย ๆ เติม chloramine T ปริมาณ 64 กรัม ลงไปในสารละลายส่วนผสมที่ละน้อย ๆ จนหมด แล้วปล่อยให้พร้อมกับการคนตลอดเวลาสักครู่

3. นำสารละลายไป reflux เป็นเวลา 30 นาที การ reflux อย่างใช้ความร้อนมากเกินไป มิฉะนั้นคลอรีนจะระเหยไปหมด

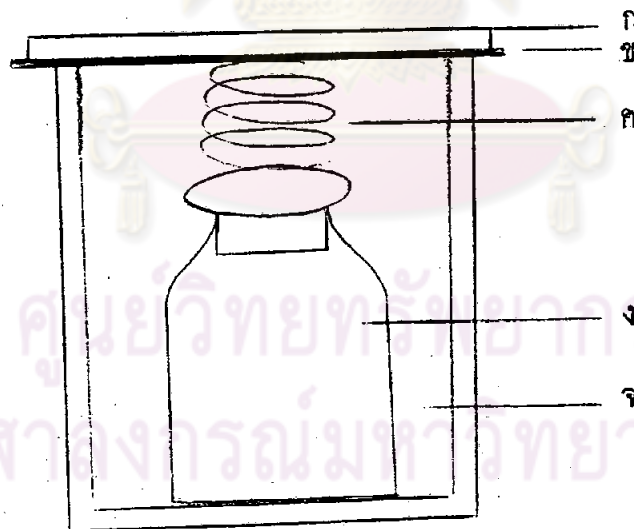
4. กรองเอาตะกอนของ p - toluenesulfonamide ออก แล้วนำ filtrate ที่ได้ไปเติมเกลือแกงเพื่อ salting out แล้วจึงสกัดด้วยอีเธอร์ 4 ครั้ง ครั้งละ 30 มล.

5. แยกชั้นของอีเธอร์มาทำให้แห้งด้วยเกลือโซเดียมซัลเฟต แล้วนำไปกลั่นเพื่อแยกอีเธอร์ออก

6. นำส่วนที่เหลือไปทำให้บริสุทธิ์โดยการกลั่นภายใต้ reduced pressure จะได้บิวโทโรแลคโตน ซึ่งมีลักษณะ เป็นของเหลว ไม่มีสี เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์จะโค่นผลการทดลอง เปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานตามที่ใ้รวบรวมไว้ในตารางที่ 7

การสังเคราะห์ 2 - พัยโรโรลิโคนจากบิวโทโรแลคโตน

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังแสดงไว้ในภาพที่ 9



ภาพที่ 9 แสดงภาพเครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์ 2 - พัยโรโรลิโคน

- ก = ฝาชนิกเกิดยวดยืดของ reactor ที่ใช้ (ไซแทน autoclave)
- ข = gasket ชนิกทนความร้อน แรงดัน และสารเคมีโดยเฉพาะทาง
- ค = ขดลวดสปริงสำหรับกันฝาชนิก ground joint
- ง = ขวดสำหรับปฏิกิริยา ammonolysis ขนาดประมาณ 120 - 150 มล.
- จ = ภายใน reactor ที่บรรจุสารชนิก และปริมาณเดียวกันกับในขวด

วิธีการสังเคราะห์

1. ชั่งแอมโมเนียมคาร์ไบเนต จำนวน 45 กรัม ใส่ในขวดชนิก ground joint ขนาด 150 มล. แล้วเติมบิวไทโรแลคโตนลงไปประมาณ 26 กรัม (23 มล.), ปิดจุกขวดให้แน่น
2. นำขวดไปวางไว้ใน reactor ที่ทำด้วยเหล็กทนความร้อน และภายใน reactor มีแอมโมเนียมคาร์ไบเนต และบิวไทโรแลคโตนในปริมาณเดียวกัน บรรจุอยู่ด้วย
3. นำ reactor มาปิดฝาให้แน่น ใช้ gasket ชนิกทนความร้อน แรงดัน และทนต่อกลาง ช่วยไขปากกับตัว reactor ปิดได้สนิทจริง ๆ แล้วนำ reactor ไปใส่ไว้ในตู้อบ (oven)
4. คอยเพิ่มอุณหภูมิของตู้อบ ให้อุณหภูมิเพิ่มถึง 200 - 250 ซ. ภายในเวลา 1.5 ชั่วโมง แล้วรักษาระดับอุณหภูมิที่ 220 ซ. ไว้อีก 2 ชั่วโมง
5. นำ reactor ออกมา ทำให้เย็นโดยทิ้งทิ้งไว้สักครู่ แล้วจึงค่อย ๆ ใช้น้ำช่วยทำให้เย็น
6. นำสารละลายเฉพาะในขวดภายใน reactor มากกรอง นำ filtrate ที่ได้ไปกลั่นเพื่อกำจัดน้ำ และแอมโมเนียภายใต้ความดันของบรรยากาศ

7. นำของเหลวส่วนที่เหลือไปกลั่นแบบ reduced pressure
เพื่อให้ 2 - พัยโรไลโทเมอร์บริสุทธิ์

8. 2 - พัยโรไลโทเมอร์ที่ไทม์ลักษณะ เป็นของเหลว ไม่มีสี เมื่อนำไปพินิจดู
เอกลักษณ์จะได้ผลการทดลอง เปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานตามที่ไต่กรวบรวมไว้ในตารางที่ 8



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย