



บทที่ 2

การทดลองและผลการทดลอง

2.1) สารเคมีและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

2.1.1) สารเคมีที่ใช้ในการทดลองดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 แสดงสารเคมีที่ใช้ในการทดลองที่แสดงถึงรายละเอียด, ชนิด, สูตร-
โมเลกุลและบริษัทผู้ผลิต

สารเคมี	สูตรโมเลกุล	บริษัทผู้ผลิต
ammonium chloride	NH_4Cl	Fluka A.G.
acetylene gas	C_2H_2	TIG Co., LTD
acetone	$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$	J.T.Baker.
acetic acid	CH_3COOH	J.T.Baker.
4-androstene-3,17-dione	$\text{C}_{19}\text{H}_{26}\text{O}_2$	Fluka A.G.
1-bromobutane	$\text{C}_4\text{H}_9\text{Br}$	Fluka A.G.
cyclohexanone	$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}$	Fluka A.G.
anhydrous calcium chloride	CaCl_2	Fluka A.G.
ether	$\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$	J.T.Baker.
ethylenediamine	$\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$	FCE Co., LTD
ethylacetate	$\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$	J.T.Baker.
lithium aluminium hydride	LiAlH_4	Fluka A.G.

ตารางที่ 2.1 (ต่อ)

สารเคมี	สูตรโมเลกุล	บริษัทผู้ผลิต
lithium	Li	Fluka A.G.
magnesium turning	Mg	Fluka A.G.
anhydrous magnesium sulphate	MgSO ₄	Fluka A.G.
methanol	CH ₃ OH	Fluka A.G.
pyrrolidine	C ₄ H ₉ N	Fluka A.G.
sodium acetate	CH ₃ COONa	E.Merck.
sulphuric acid	H ₂ SO ₄	BDH Chemicals.
tetrahydrofuran	C ₄ H ₈ O	J.T.Baker.

2.1.2) เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

Melting point apparatus : BUCHI , Model 501

Vacuum evaporator : Tokyo Rikakai Co.,LTD.

Infrared Spectrophotometer : Perkin Elmer, Model 781
with grating

Gas Chromatography : Shimadzu GC-9A

¹H-Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer :

Bruker AC-F200 operating at 200.13 MHz

¹³C-Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer :

Bruker AC-F200 operating at 50.32 MHz

Mass Spectrometer : Jeol Model JMS-DX 300

Mass Spectra : Jeol Model JMS-AX 500

2.2) วิธีทดลอง

2.2.1) การสังเคราะห์ 1-เอทไธนิลไฮโดรเฮกซานอล

2.2.1.1) เตรียม 1-บิวทิลแมกนีเซียมโบรไมด์ (1-butylmagnesiumbromide)

เติมแมกนีเซียมเทินนิง (magnesium turning) 2.4 กรัม (0.10 โมล) ลงในขวดก้นกลม 2 คอ ขนาด 250 มิลลิลิตร ที่ประกอบด้วยรีฟลักซ์คอนเดนเซอร์ และกรวยเติมสาร รีฟลักซ์คอนเดนเซอร์ต่อเข้ากับหลอดดูดความชื้น ซึ่งบรรจุแคลเซียมคลอไรด์ที่ปราศจากน้ำเพื่อป้องกันความชื้นจากภายนอกเข้าสู่ระบบ

เติมตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟิวแรนที่ปราศจากน้ำ 10 มิลลิลิตร และไอโอดีน 1-2 เกล็ด ลงในแมกนีเซียมเทินนิง จะเกิดสีน้ำตาลแดงของไอโอดีน กวนสารผสมอย่างช้าๆด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer) 3 นาที เติม 1-โบรมอบิวเทนลงในกรวยหยดสาร 10.70 มิลลิลิตร (0.10 โมล) ปฏิกริยาจะเริ่มภายหลังจากหยด 1-โบรมอบิวเทนลงในสารผสมแมกนีเซียม 3 มิลลิลิตรอย่างช้าๆ กวนสารผสมตลอดเวลา เมื่อปฏิกริยาเกิดสีน้ำตาลแดงของไอโอดีนจะหายไป ตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟิวแรนจะเริ่มร้อน และเกิดควันสีเทาขึ้นภายในระบบ ทำสารละลายให้เย็นโดยใช้อ่างน้ำแข็ง หยดสารละลาย 1-โบรมอบิวเทนที่เหลืออย่างช้าๆจนหมด รีฟลักซ์สารละลายที่ทาปฏิกริยาไว้ 1 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องโดยกวนสารละลายตลอดเวลา จะได้สารละลาย 1-บิวทิลแมกนีเซียมโบรไมด์

2.2.1.2) เตรียม 1-เอทไธนิลแมกนีเซียมโบรไมด์ (1-ethynylmagnesium bromide)

เติมตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟิวแรนที่ปราศจากน้ำ 100 มิลลิลิตร ลงในขวดก้นกลมสามคอ ขนาด 250 มิลลิลิตร ประกอบด้วยรีฟลักซ์คอนเดนเซอร์, กรวยเติมสาร และหลอดนำก๊าซอะเซทิลีน (acetylene gas) รีฟลักซ์คอนเดนเซอร์ต่อเข้ากับหลอดดูดความชื้น ผ่านก๊าซอะเซทิลีนลงในตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟิวแรนที่ปราศจากน้ำ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงแล้ว ทำให้เย็นที่อุณหภูมิ 10° ซ.

เติม 1-บิวทิลแมกนีเซียมโบรไมด์ 0.01 โมล ที่เตรียมได้ในข้อ 2.2.1.1 ลงในกรวยเติมสาร หยดลงในตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟิวแรนอย่างช้าๆจนหมด สารละลายสีของตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟิวแรนจะเปลี่ยนเป็นสีแดง รีฟลักซ์สารละลายผสมที่ทำ

ปฏิบัติการไว้ 3 ชั่วโมง ทำให้เยื่อที่อุณหภูมิต้อง โดยกวนสารละลายตลอดเวลา จะได้สารละลาย 1-เอทิลไนลแมกนีเซียมโบรไมด์

2.2.1.3) เตรียม 1-เอทิลไนลไซโคลเฮกซานอน

เติมสารละลายไซโคลเฮกซานอน (cyclohexanone) 5 มิลลิตร (0.05 โมล) ในตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟิวแรนที่ปราศจากน้ำ 5 มิลลิตร ลงในกรวยเติมสาร หยดลงใน 1-เอทิลไนลแมกนีเซียมโบรไมด์ที่เตรียมได้ในข้อ 2.2.1.2 อย่างช้าๆจนหมด อุณหภูมิที่อุณหภูมิต้อง 50° ซ. หยุดปฏิบัติการเมื่อเวลาผ่านไป 2, 3, 5, 6 และ 7 ชั่วโมงตามลำดับ โดยดูดสารละลายออกมาจากระบบ ครั้งละ 10 มิลลิตร เติมน้ำมันสารละลายอิมตัวของแอมโมเนียมคลอไรด์ กวนสารละลาย 15 นาที ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิต้อง สารละลายจะแยกเป็น 2 ชั้น สกัดชั้นน้ำด้วยอีเธอร์ 3 ครั้ง นำชั้นสารละลายที่ได้จากการสกัดมารวมกับชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์ ล้างด้วยน้ำกลั่น เติมน้ำมันไซโคลเฮกซานอนที่ปราศจากน้ำลงไปให้มากเกินพอเพื่อคูดน้ำออก ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิต้อง 3 ชั่วโมง กรองเอาแมกนีเซียมไซโคลเฮกซานอนทิ้งไปและนำไประเหยเอาตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศที่อุณหภูมิต้อง 30-40° ซ. จะได้รับสารเหนียวสีน้ำตาลอ่อน นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Infrared Spectrophotometer (IR) และ Gas Chromatography IR spectrum (NaCl) : ν (cm^{-1}) 3450 (-OH stretching), 3300 ($\equiv\text{C-H}$ stretching) และ 2110 ($\text{C}\equiv\text{C}$) (รูปที่ 2.1)

Gas Chromatography : (ใช้ SE 30 คอลัมน์ : อุณหภูมิคอลัมน์ 200° ซ., อุณหภูมิอินเจกชัน (injection temperature) 220° ซ., อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน (nitrogen carrier gas flow rate) 50 มิลลิตร/นาที และใช้ FID เป็นดีเทคเตอร์ (detector)) แสดงรีเทนชันไทม์ (retention time) ของตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟิวแรน 1.230 นาที, ไซโคลเฮกซานอน 3.770 นาที และ 1-เอทิลไนลไซโคลเฮกซานอน 5.113 นาที

2.2.2) การสังเคราะห์สารประกอบ 3-(เอน-ไพโรลิดิล)-3,5-แอนโดรสตาไดอิน-17-โอน (3-(N-Pyrrolidyl)-3,5-androstadiene-17-one)

เติม 4-แอนโดรสทีน-3,17-ไดโอน 2 กรัม (0.007 โมล) ที่ละลายใน 30

มีลิลิตรเมทานอล ลงในขวดก้นกลมสองคอขนาด 100 มิลลิลิตรประกอบด้วยรีฟลักซ์คอนเดนเซอร์ และกรวยเติมสาร อุณหภูมิละลายภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน 30 นาทีเติมสารละลายไพโรลิดีน (pyrrolidine) 7.0 มิลลิลิตร (0.084 โมล) ลงในกรวยเติมสารและหยดลงในสารละลาย 4-แอนโดรสตี-3,17-ไดโอนอย่างช้าๆ รีฟลักซ์สารละลายที่ทำปฏิกิริยาไว้ 1.30 ชั่วโมง ทำให้เย็นที่อุณหภูมิ 3 °C. โดยใช้อ่างน้ำแข็ง จะเกิดตะกอนสีเหลือง กรองและล้างตะกอนที่ได้ด้วย เมทานอลเย็นหลายๆครั้ง นำไประเหยเอาเมทานอลออกโดยการกรองแบบดูดอากาศจะได้สาร ทั้งหมด 1.97 กรัม นำมาตกผลึกซ้ำด้วยอีเทอร์ จะได้ผลึกรูปเข็มสีเหลืองอมส้ม 1.68 กรัม (71%) จุดหลอมเหลว 207-209 °C.

IR spectrum (KBr) : ν (cm^{-1}) 1730 (C=O stretching), 1650, 1600 (C=C stretching) (รูปที่ 2.2)

^1H -Nuclear Magnetic Resonance (NMR) spectra (CDCl_3) : δ_{H} (ppm.) 1.10 (s, 3H, H-18), 1.15 (s, 3H, H-19), 1.20 - 2.10 (m, ring proton), 2.8 (s, 4H), 3.1 (s, 4H), 5.13 (broad s, 1H, H-6), 5.86 (s, 1H, H-4) (รูปที่ 2.3)

^{13}C -NMR spectra (CDCl_3) : δ_{C} (ppm) 13.64, 17.31, 20.44, 21.78, 24.90, 25.05, 30.69, 31.22, 33.85, 34.09, 35.08, 35.63, 35.87, 46.12, 47.04, 48.43, 52.00, 53.75, 112.08, 124.08, 138.12, 165.15, 210.35 (รูปที่ 2.4)

Mass spectrum : molecular ion peak ที่ m/e 339, base peak ที่ m/e 339 (รูปที่ 2.5)

Gas Chromatography : (ใช้ SE 30 คอลัมน์ : อุณหภูมิคอลัมน์ 280 °C., อุณหภูมิอินเจกชัน 300 °C., อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน 55 มิลลิลิตร/นาที และ ใช้ FID เป็นดีเทคเตอร์) แสดงรีเทนชันไทม์ของตัวที่ละลาย เติร์ดไฮโดรพิวแรน 0.555 นาที, 3-(เอน-ไพร์ริดีล)-3,5-แอนโดรสตาไดอิน-17-ไอออน 10.328 นาที

2.2.3) การสังเคราะห์สารประกอบเอทิลสเตอริน โดยใช้ 1-เอทิลนิลแมกนีเซียม-โบรไมด์ เป็นตัวรีดิวซ์

เตรียม 1-เอทิลนิลแมกนีเซียมโบรไมด์ 0.0055 โมล ตามวิธีข้อ 2.1.1 และ 2.2.1.2 โดยใช้นิลแมกนีเซียมเทนนิง 1.35 กรัมทำปฏิกิริยากับ 1-โบรโมบิวเทน 5.8 ม.ล เดิม 3-(เอน-ไพโรริดีล)-3,5-แอนโดรสตาไดอิน-17-เอน 0.34 กรัม (0.001 มล) ที่ละลายใน 10 มิลลิลิตร ของตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟิวแรนที่ปราศจากน้ำ ลงในกรวยหยดสาร หยดลงในสารละลาย 1-เอทิลนิลแมกนีเซียมโบรไมด์ 0.0055 โมล อย่างช้าๆจนหมด รีฟลักซ์นาน 4 ชั่วโมง ทำให้เย็นที่อุณหภูมิ 10°C . โดยใช้อ่างน้ำแข็ง เดิมสารละลายเอมโมเนียมคลอไรด์ที่อุณหภูมิต่ำลงในกรวยหยดสาร หยดลงในสารละลายที่เตรียมได้อย่างช้าๆจนหมด ซึ่งจะแยกเป็นชั้นน้ำและชั้นตัวทำละลายอินทรีย์ แยกชั้นตัวทำละลายอินทรีย์ออกและสกัดชั้นน้ำด้วยตัวทำละลายอีเธอร์ 3 ครั้ง นำสารละลายที่สกัดได้ไปรวมกับชั้นตัวทำละลายอินทรีย์ ล้างด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง เดิมแมกนีเซียมซัลเฟตที่ปราศจากน้ำที่มากเกินไปเพื่อลดความชื้น ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 3 ชั่วโมง นำไปกรองเอาแมกนีเซียมซัลเฟตออก นำสารละลายที่ผ่านการกรองไประเหยเอาตัวทำละลายออก โดยใช้เครื่องระเหยสุญญากาศที่อุณหภูมิ 40°C . จะได้สารเหนียวสีเหลืองอ่อนที่มีส่วนของแข็งปนอยู่ นำมาตกผลึกในตัวทำละลายเมทานอลเย็น จะได้สารสีน้ำตาลอ่อนจำนวน 0.21 กรัม นำมาละลายในเมทานอล เดิมผงถ่านจำนวนเล็กน้อยลงไป เพื่อฟอกสี กวนสารผสม 15 นาที นำไปกรองเอาผงถ่านออกไปจะได้สารละลายใส นำไประเหยเอาตัวทำละลายเมทานอลออกด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศจะได้ตะกอนสีขาวน้ำตะกอนที่ได้มาตกผลึกในตัวทำละลายเอทิลอะซิเตท จะได้สารสีขาวมีลักษณะเป็นอสัณฐาน (amorphus) 0.15 กรัม (48%) จุดหลอมเหลว $270-273^{\circ}\text{C}$.

IR spectrum (KBr) : ν (cm^{-1}) 3400 (-OH stretching), 3250 ($\equiv\text{C-H}$ stretching), 2100 ($\text{C}\equiv\text{C}$ stretching), 1650 ($\text{C}=\text{O}$ stretching) 1620 ($\text{C}=\text{C}$ stretching) (รูปที่ 2.8)

$^1\text{H-NMR}$ spectrum (CDCl_3) : δ_{H} (ppm.) 0.87 (s, 3H, H-18), 1.18 (s, 3H, H-19), 1.20-1.90 (m, ring proton), 1.93 (s, 1H, Hydroxyl proton), 1.95-2.43 (m, ring proton), 2.55 (s, 1H, H-21),

5.71 (s, 1H, H-4) (รูปที่ 2.9)

^{13}C -NMR spectrum (CDCl_3) : δ_{C} (ppm.) 12.66, 17.43, 20.72, 23.04, 31.48, 32.43, 32.76, 33.95, 35.71, 36.23, 38.62, 38.87, 46.65, 49.64, 53.41, 77.00, 77.63, 79.65, 123.90, 171.03, 199.46 (รูปที่ 2.10)

Mass spectrum:molecular ion peak ที่ m/e 312, base peak ที่ m/e 312 (รูปที่ 2.11)

Gas Chromatography : (ใช้ SE 30 คอลัมน์ : อุณหภูมิคอลัมน์ 280°C . , อุณหภูมิอินเจกชัน 300°C . อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน 55 มิลลิลิตร/นาทีและ ใช้ FID เป็นดีเทคเตอร์) แสดงรีเทนชันไทม์ของตัวทำละลายแต่ละชนิดที่ 0.555 นาที, เอทิลเอทอร์น 7.607 นาที

2.2.4) การสังเคราะห์สารประกอบเอทิลเอทอร์น โดยใช้ลิเทียมอะเซทิลด์ เป็นตัวรีดิวซ์

เติมสารละลายของโลหะลิเทียม 0.3 กรัม ในตัวทำละลายเอทิลีนไดอะมีน (ethylenediamine) 50 มิลลิลิตร ลงในขวดก้นกลมสามคอ ขนาด 250 มิลลิลิตร ที่ประกอบด้วยรีฟลักซ์คอนเดนเซอร์กรวยหยดสารและหลอดนำก๊าซอะเซทิลีน รีฟลักซ์คอนเดนเซอร์ต่อเข้ากับหลอดดูดความชื้น เพื่อป้องกันความชื้นจากภายนอกเข้าสู่ระบบ ผ่านก๊าซอะเซทิลีนลงไปเป็นเวลา 1.30 ชั่วโมง จะได้สารละลายลิเทียมอะเซทิลด์สีเหลืองใส

เติมสารละลาย 3-(เอทิล-ไพโรลิดีน)-3,5-ไดเอทิลอะมิโน-17-โธน 0.3 กรัม (0.001 โมล) ในเตตระไฮโดรฟูแรน 10 มิลลิลิตรลงในกรวยหยดสารและหยดลงในสารละลายลิเทียมอะเซทิลด์อย่างช้าๆจนหมด กวนสารผสมตลอดเวลา พร้อมกับผ่านก๊าซอะเซทิลีนที่อุณหภูมิห้องนาน 5 ชั่วโมง ทำให้เย็นลงโดยใช้อ่างน้ำแข็ง เติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ที่อิ่มตัวลงในกรวยหยดสาร หยดลงในสารละลายข้างต้นอย่างช้าๆ สกัดสารละลายที่ได้จากปฏิกิริยาด้วยอีเธอร์ 4 ครั้ง รวมสารที่สกัดได้นั้นด้วยกัน ล้างด้วยกรดซัลฟูริก 10%, สารละลายอิ่มตัวโซเดียมไบคาร์บอเนต และน้ำ ตามลำดับ เติมแมกนีเซียมซัลเฟตที่ปราศจากน้ำมากเกินพอ เพื่อดูดความชื้นออก ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 3 ชั่วโมง กรองเอาแมกนีเซียมซัลเฟตออก นำสารละลายที่

ได้ไประเหยเอาตัวทาละลายออก โดยใช้เครื่องระเหยสูญญากาศที่อุณหภูมิ 40°C . จะได้สารเหนียวสีเหลือง นำมาตกผลึกในเมทานอลเย็น จะได้สารสีน้ำตาลอ่อน 0.18 กรัม นำไปละลายในเมทานอล เติมผงถ่านเล็กน้อย แล้วกวนสารผสม 15 นาที นำไปกรองจะได้สารละลายใส สารละลายที่ได้ให้นำไประเหยเอาเมทานอลออกด้วยเครื่องระเหยสูญญากาศ จะได้ตะกอนสีขาวยกตกผลึกตะกอนที่ได้นั้นด้วยเอทิลอะซิเตทจะได้สารสีขาวมีลักษณะ เป็นอสังฐาน 0.12 กรัม (40%) จุดหลอมเหลว $270-273^{\circ}\text{C}$. เมื่อนำไปวิเคราะห์โดยวิธีทางสเปกโตรสโคปีพบว่าให้ผลการวิเคราะห์เช่นเดียวกับข้างต้น ดังแสดงในรูปที่ 2.14 - 2.17

2.2.5) การสังเคราะห์สารประกอบเทสโทสเตอโรน

เติมลิเทียมอลูมิเนียมไฮไดรด์ 0.19 กรัม (0.005 โมล) ลงในขวดก้นกลมสามคอขนาด 250 มิลลิลิตร ที่ประกอบด้วยรีฟลักซ์คอนเดนเซอร์, กรวยหยดสาร และหลอดนำก๊าซไนโตรเจน ซึ่งมีหลอดดูดความชื้นต่อยูกับรีฟลักซ์คอนเดนเซอร์ เติมเตตระไฮโดรพิวแรนที่ปราศจากน้ำ 50 มิลลิลิตรและกวนสารผสมด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเติม 3-(เอน-ไพโรลิดีล)-3,5 แอนโดรสตาไดอิน-17-โอิน 0.3 กรัม (0.001 โมล) ที่ละลายในเตตระไฮโดรพิวแรนที่ปราศจากน้ำ 10 มิลลิลิตร และเติมสารละลายนี้ลงในกรวยหยดสาร หยดสารละลายนี้ลงในสารผสมลิเทียมอลูมิเนียมไฮไดรด์อย่างช้าๆจนหมด รีฟลักซ์ไว้ 2 ชั่วโมง โดยกวนสารผสมตลอดเวลา ทำให้เย็นลงโดยใช้อ่างน้ำแข็ง เติมน้ำลงในกรวยหยดสาร 5 มิลลิลิตร แล้วหยดลงในสารผสมข้างต้นอย่างช้าๆ จนหมด กวนสารผสม 30 นาที สารละลายจะแยกเป็นชั้นน้ำและชั้นตัวทาละลายอินทรีย์ ในชั้นตัวทาละลายอินทรีย์จะเกิดตะกอนสีเหลือง แยกชั้นตัวทาละลายอินทรีย์ออก นำไปกรองเอาตะกอนสีเหลือง และสกัดตะกอนสีเหลืองด้วยเบนซีน นำสารสกัดเบนซีนร่วมกับชั้นของตัวทาละลายอินทรีย์ และสกัดชั้นน้ำด้วยอีเธอร์ 3 ครั้ง นำสารละลายที่ได้จากการสกัดไปรวมกับชั้นของตัวทาละลายอินทรีย์ ล้างด้วยน้ำแล้วเติมแมกนีเซียมซัลเฟตที่ปราศจากน้ำที่มากเกินไป เพื่อดูดความชื้น ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 3 ชั่วโมง นำไปกรองเอาแมกนีเซียมซัลเฟตออก สารละลายที่ได้ไประเหยเอาตัวทาละลายออกด้วยเครื่องระเหยสูญญากาศที่อุณหภูมิ 40°C จะได้สารสีเหลือง 0.28 กรัม

ละลายสารสีเหลืองที่ได้ในสารละลายบัฟเฟอร์ของโซเดียมอะซิเตท 0.75 กรัม

น้ำ 0.8 มิลลิลิตร, กรดอะซิติกเข้มข้น 0.4 มิลลิลิตร และ เมทานอล 10 มิลลิลิตร รีฟลักซ์ไว้ 4 ชั่วโมง โดยกวนสารละลายตลอดเวลา นำไประเหยเอาตัวทำละลายออกโดยใช้เครื่องระเหยแบบสูญญากาศ เติมน้ำ 10 มิลลิลิตร จะเกิดตะกอนขุ่นขาว นำไปแช่ในตู้เย็น 1 วันจะเกิดตะกอนสีขาวนำไปกรองและล้างตะกอนด้วยน้ำ จะได้สารสีขาวในลักษณะอสังฐาน 0.22 กรัมสารที่ได้นำไปตกผลึกใหม่ โดยใช้เอซีโตนที่เจือจางจะได้ผลึกสีขาวรูปเข็ม 0.15 กรัม (60%) จุดหลอมเหลว 148-150°ซ.

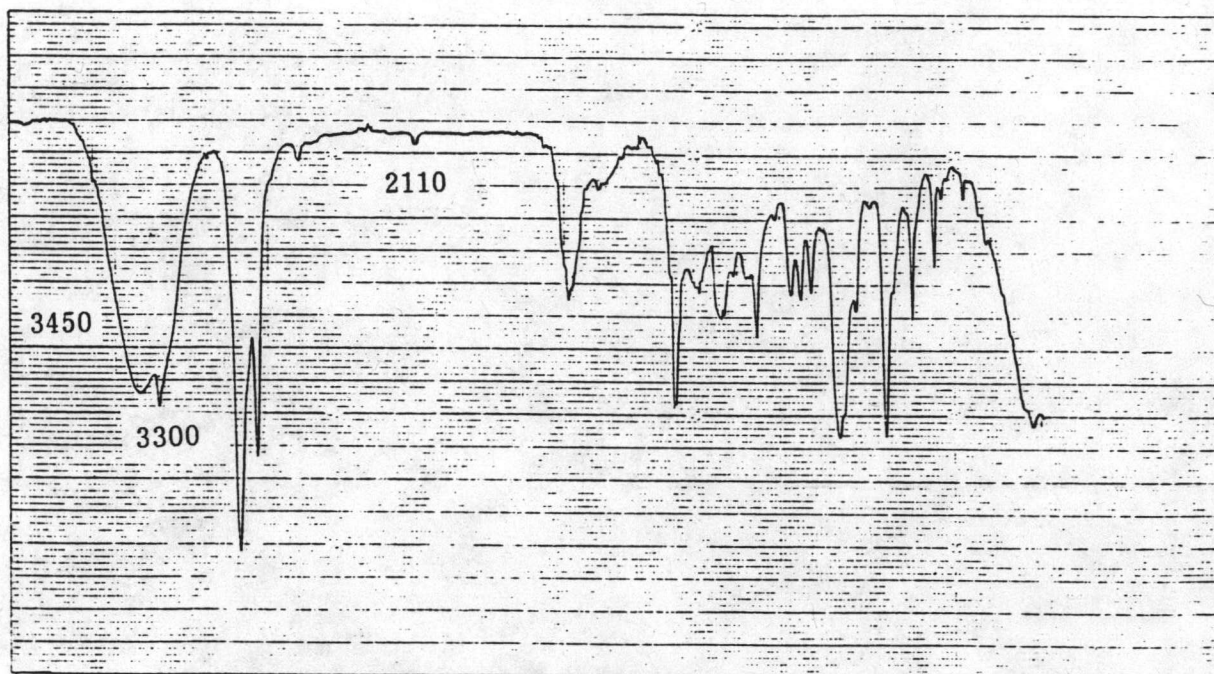
IR spectrum (KBr) : ν (cm^{-1}) 3500 (free OH-stretching), 3400 (H-bond OH-stretching), 1610 (C=O stretching), 1600 (C=C stretching) (รูปที่ 2.20)

$^1\text{H-NMR}$ spectrum (CDCl_3) : δ_{H} (ppm.) 0.92 (s, 3H, H-18), 1.22 (s, 3H, H-19), 1.23 - 2.5 (m, ring proton), 3.61 (t, 1H, H-17), 5.73 (s, 1H, H-4) (รูปที่ 2.21)

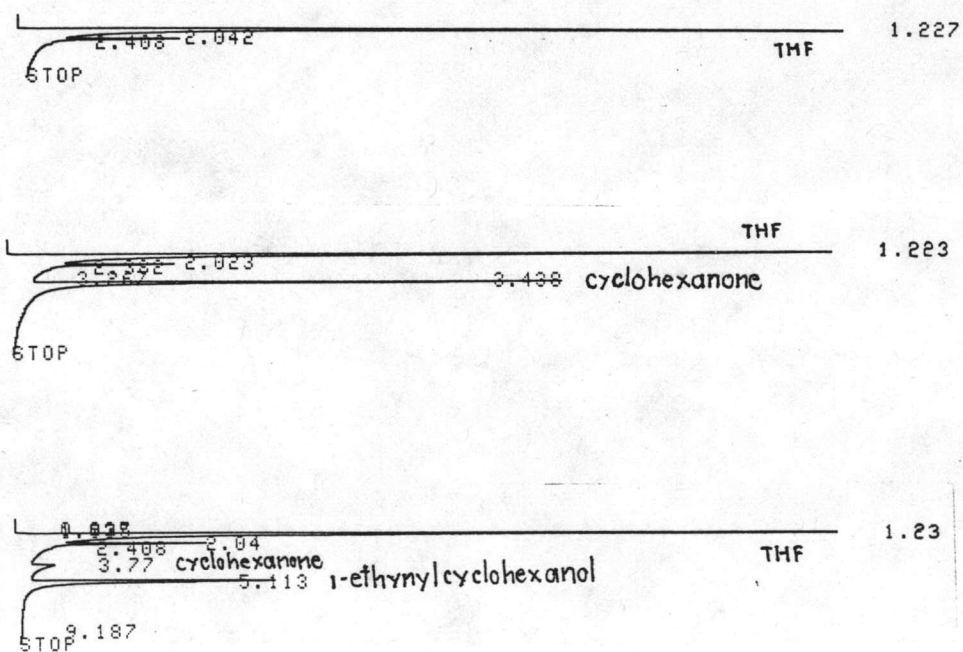
$^{13}\text{C-NMR}$ spectrum (CDCl_3) : δ_{C} (ppm.) 11.00, 17.37, 20.60, 23.29, 30.38, 31.50, 32.75, 34.54, 35.68, 36.62, 37.69, 38.62, 42.77, 50.44, 53.87, 81.54, 123.81, 171.24, 199.52 (รูปที่ 2.22)

Mass spectrum : molecular ion peak ที่ m/e 288 , base peak ที่ m/e 124 (รูปที่ 2.23)

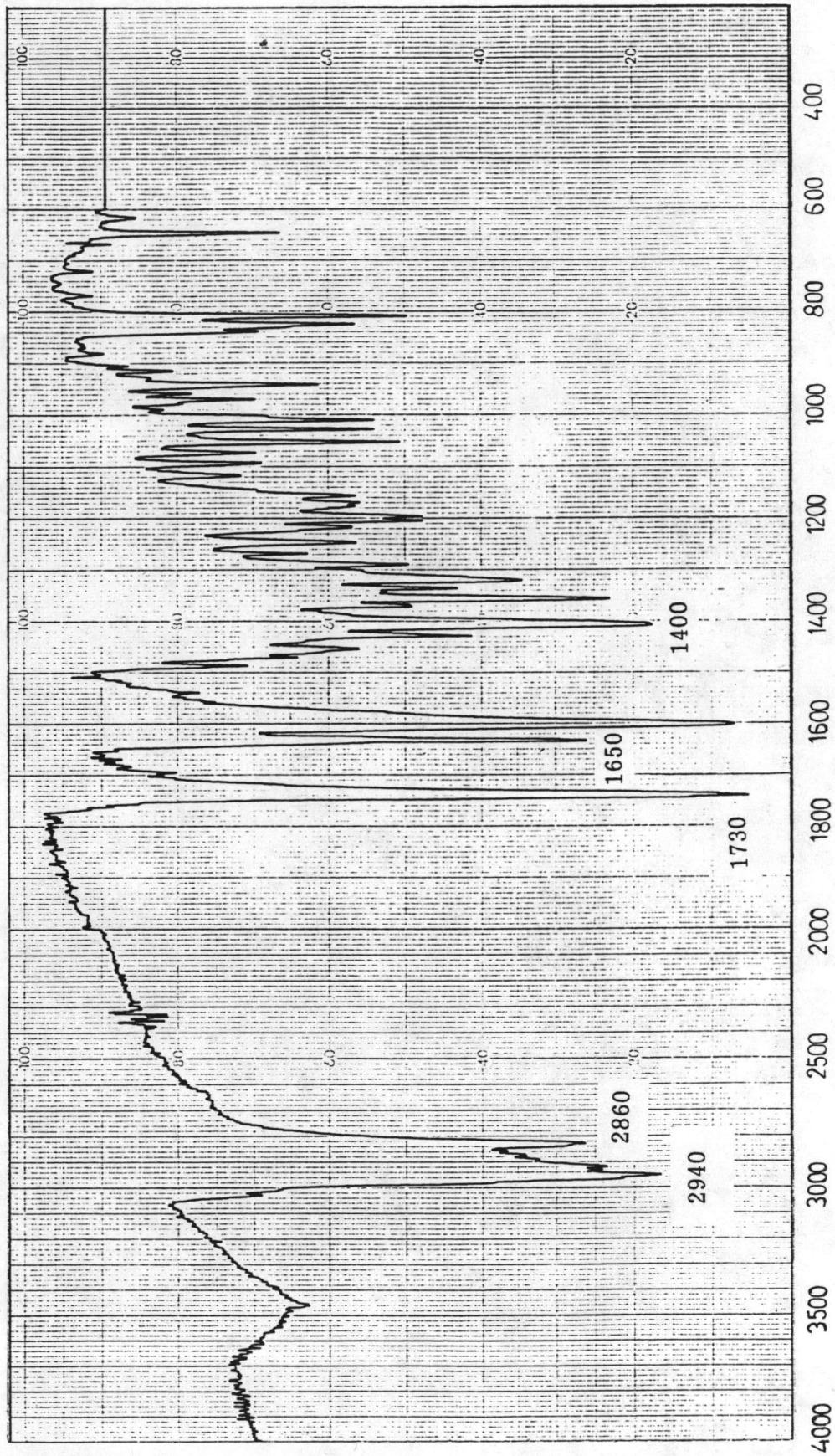
Gas Chromatograph : (ใช้ SE 30 คอลัมน์ : อุณหภูมิคอลัมน์ 280°ซ., อุณหภูมิอินเจคชัน 300°ซ. อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน 55 มิลลิลิตร/นาทีและ ใช้ FID เป็นดีเทคเตอร์) แสดงรีเทนชันไทม์ของตัวทำละลายแต่ละ-ไฮโดรฟิวแรน 0.560 นาที, เทสโทสเตอโรน 7.198 นาที



รูปที่ 2.1ก. IR spectrum ของสารประกอบ 1-เอทไธนิลไซโคลเฮกซานอล

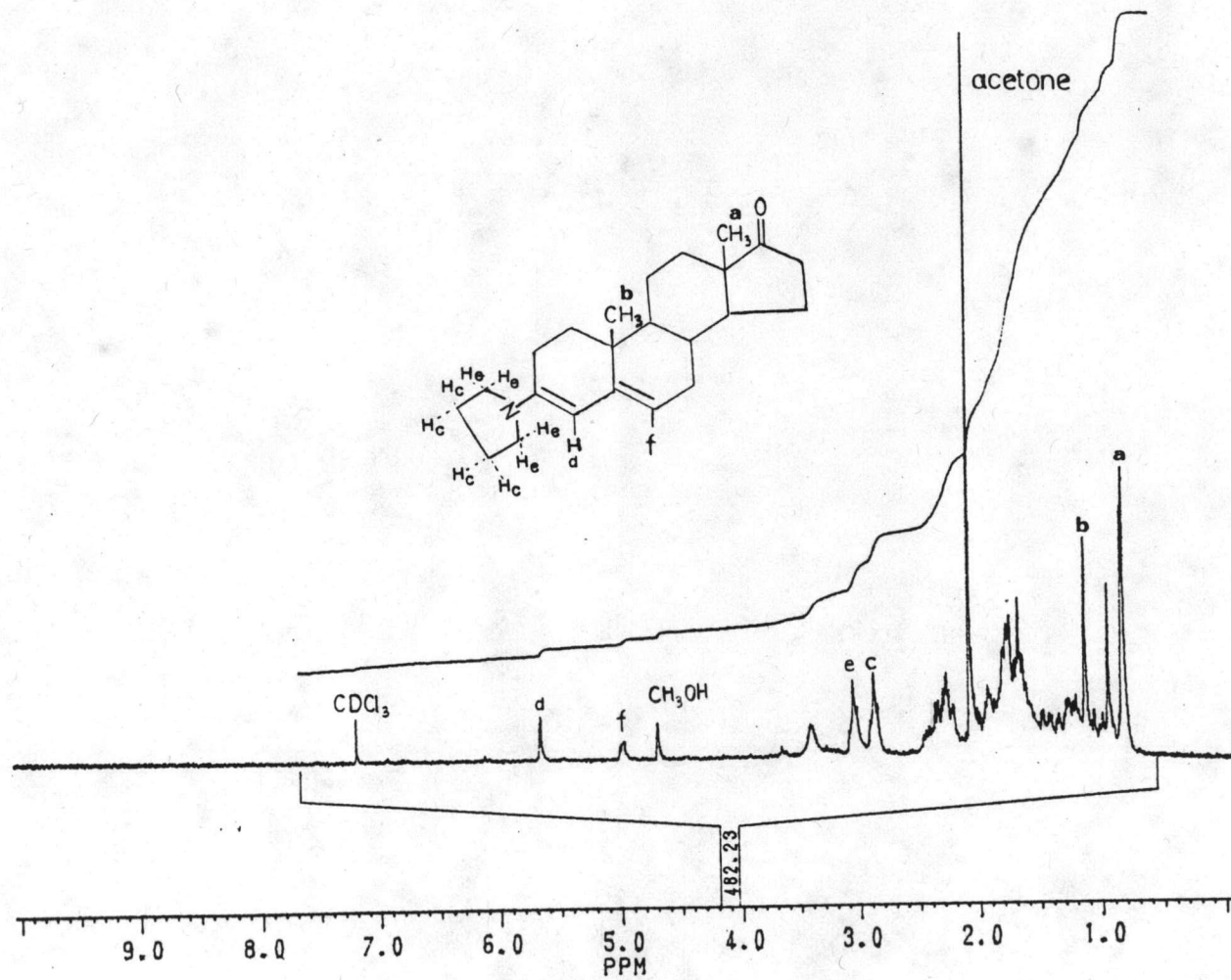


รูปที่ 2.1ข. Gas chromatograph ของสารประกอบ 1-เอทไธนิลไซโคลเฮกซานอล

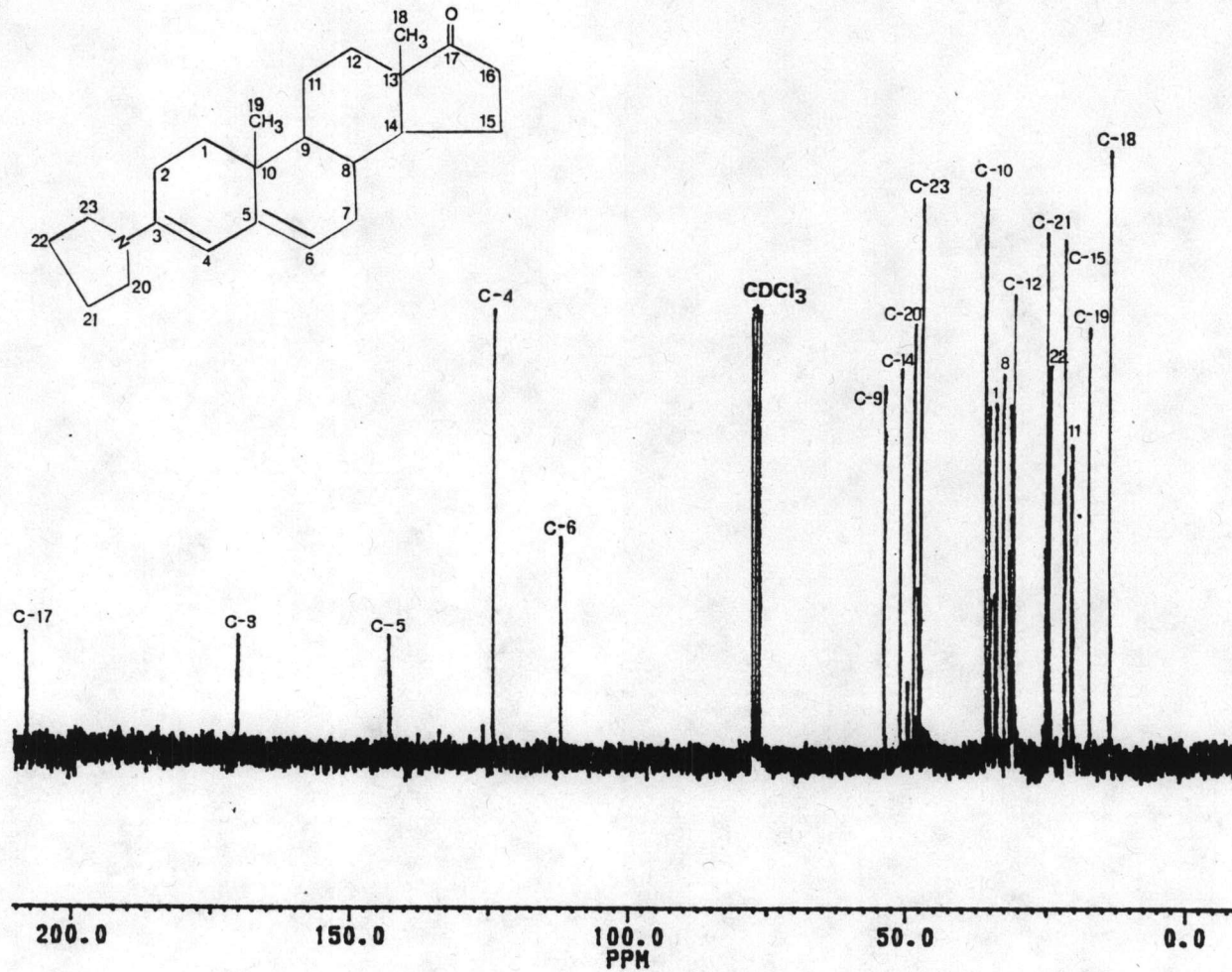


wavenumber (cm^{-1})

รูปที่ 2.2 IR spectrum ของสารประกอบ 3-(10-m-ฟีนิลไทล)-3,5-ไดเมทิลบิวทาโนน-2

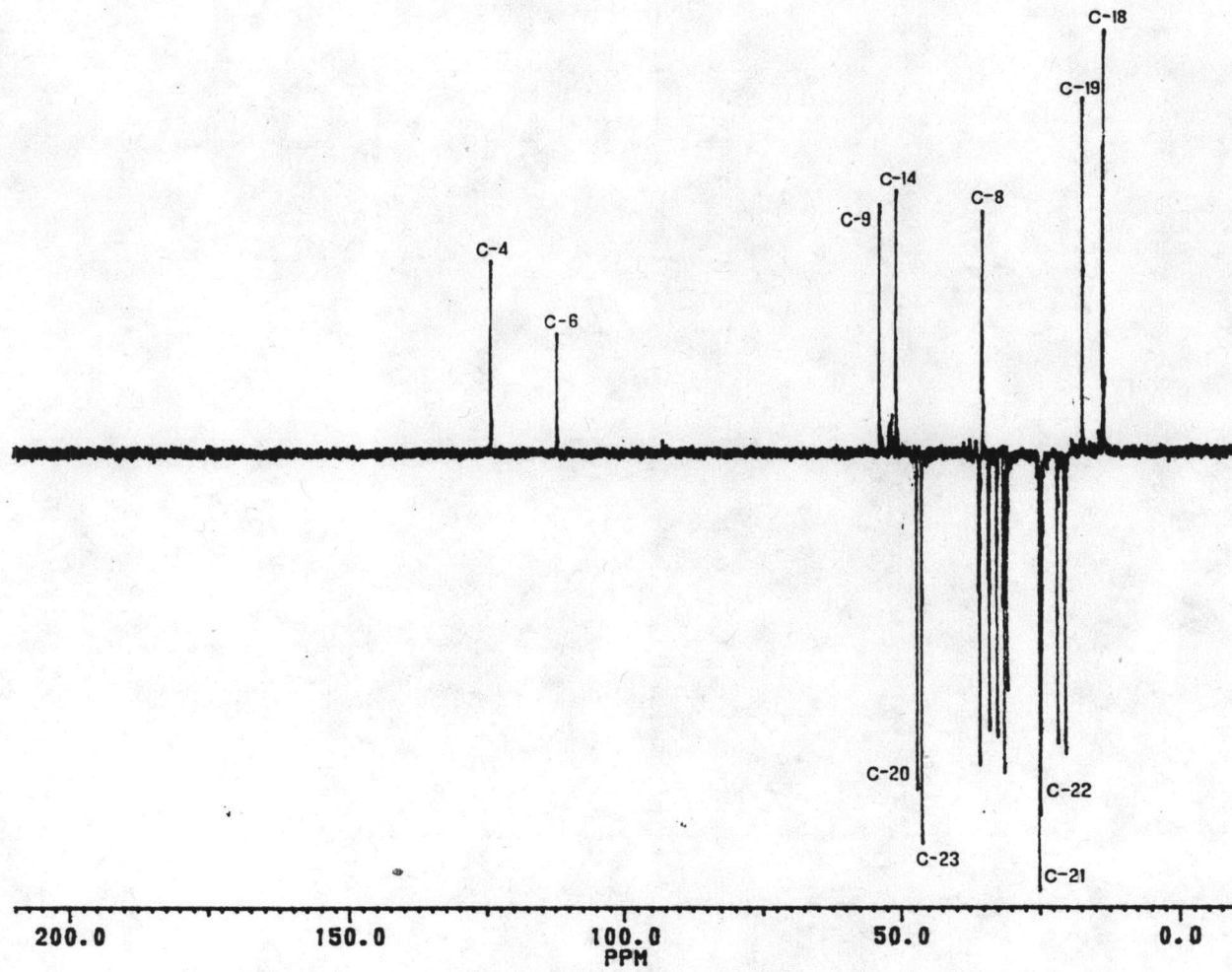


รูปที่ 2.3 $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสารประกอบ 3-(เอน-10-พริริดีล)-3,5-แอสโตรสตาไดอิน-17-โอน



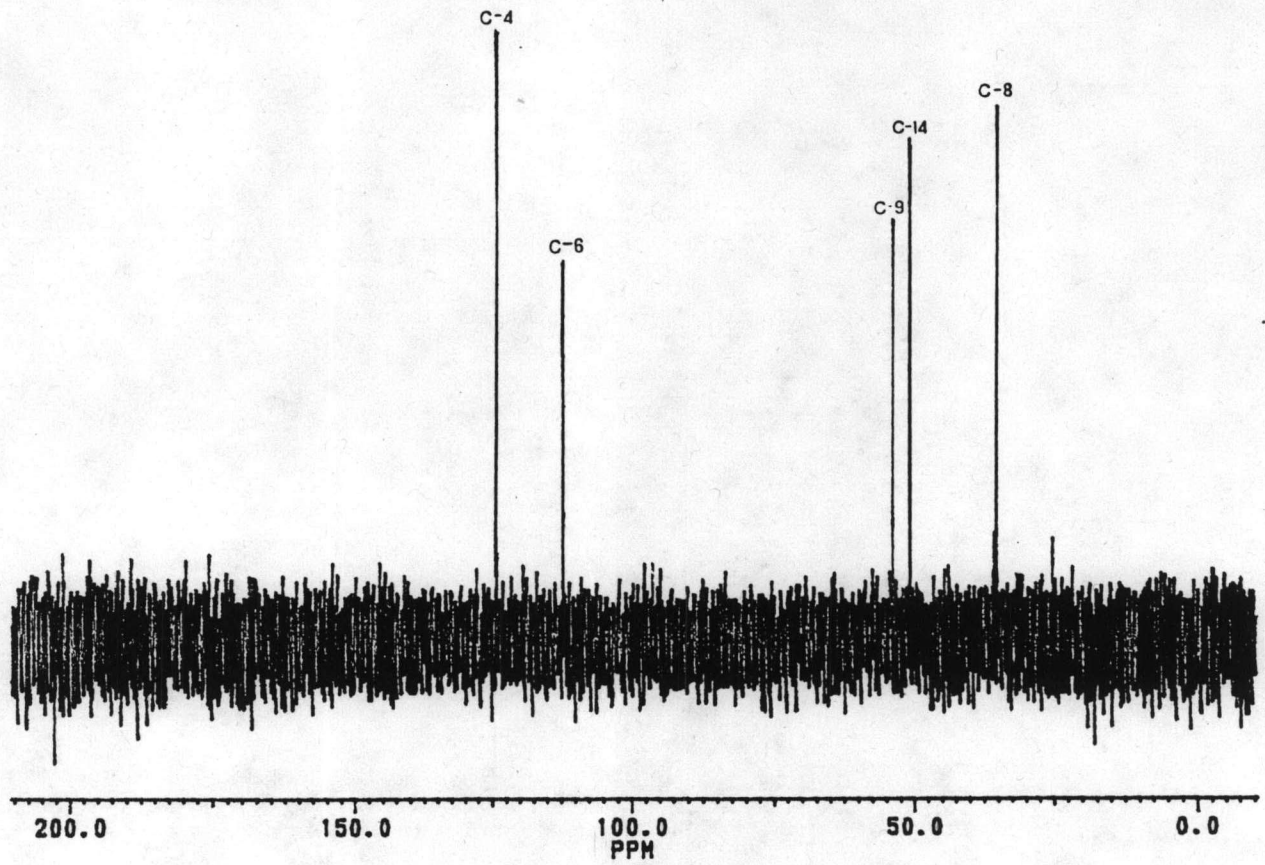
รูปที่ 2.4 ^{13}C -NMR spectrum แบบ complete decoupling spectrum ของสารประกอบ

3-(เอน-ไพริดีน)-3,5-แอนโดรสตาไดอิน-17-โอน

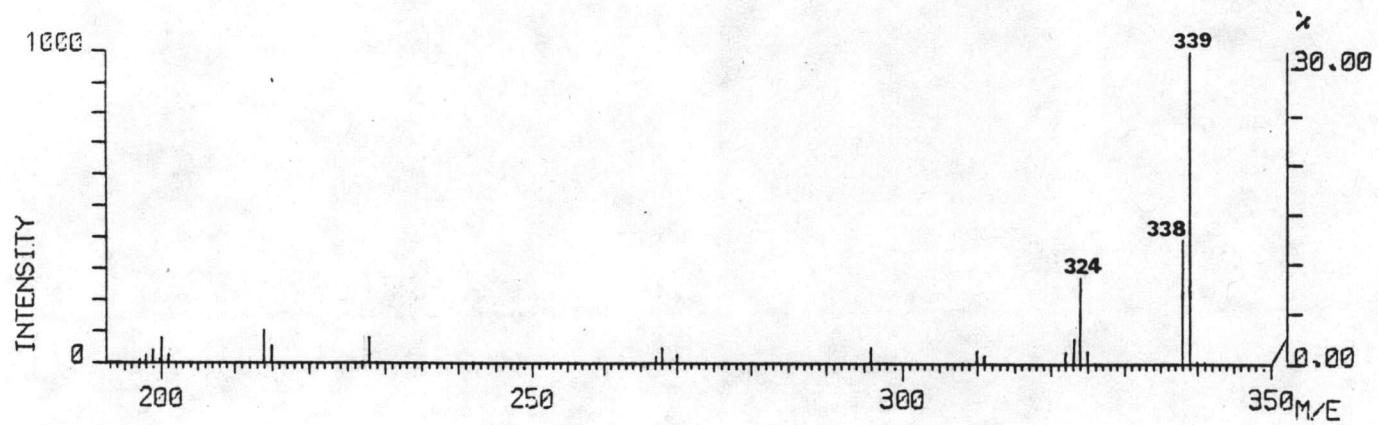
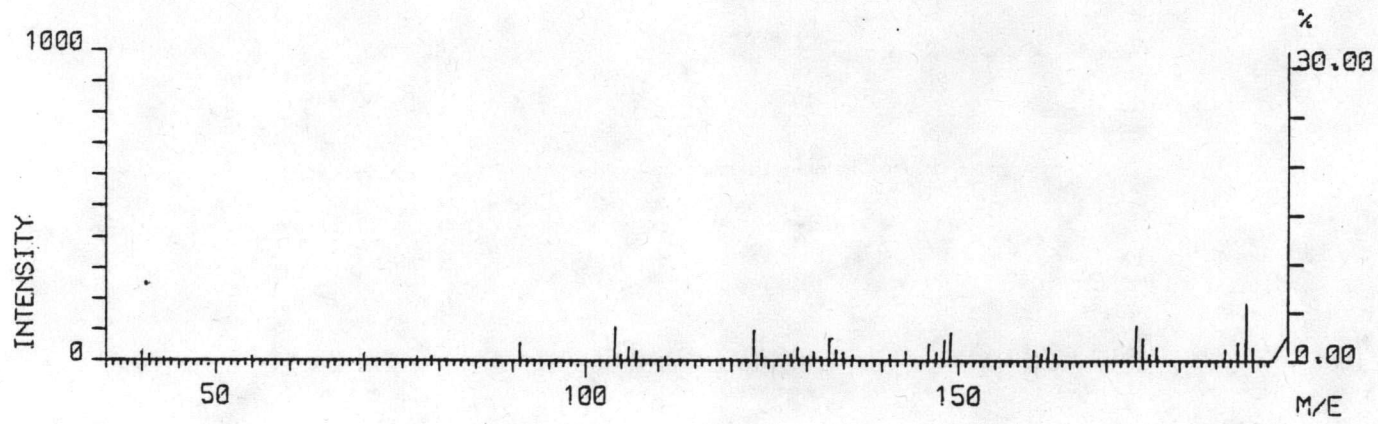


รูปที่ 2.5 ^{13}C -NMR spectrum แบบ DEPT 135 ของสารประกอบ 3-(เอน-ไพโรริดีล)-3,5-
แอนโดรสตาไดอิน-17-โอน

551159



รูปที่ 2.6 ^{13}C -NMR spectrum แบบ DEPT 90 ของสารประกอบ 3-(เอน-ไพริดีล)-3,5-
แอนโดรสตาไดอิน-17-โอน



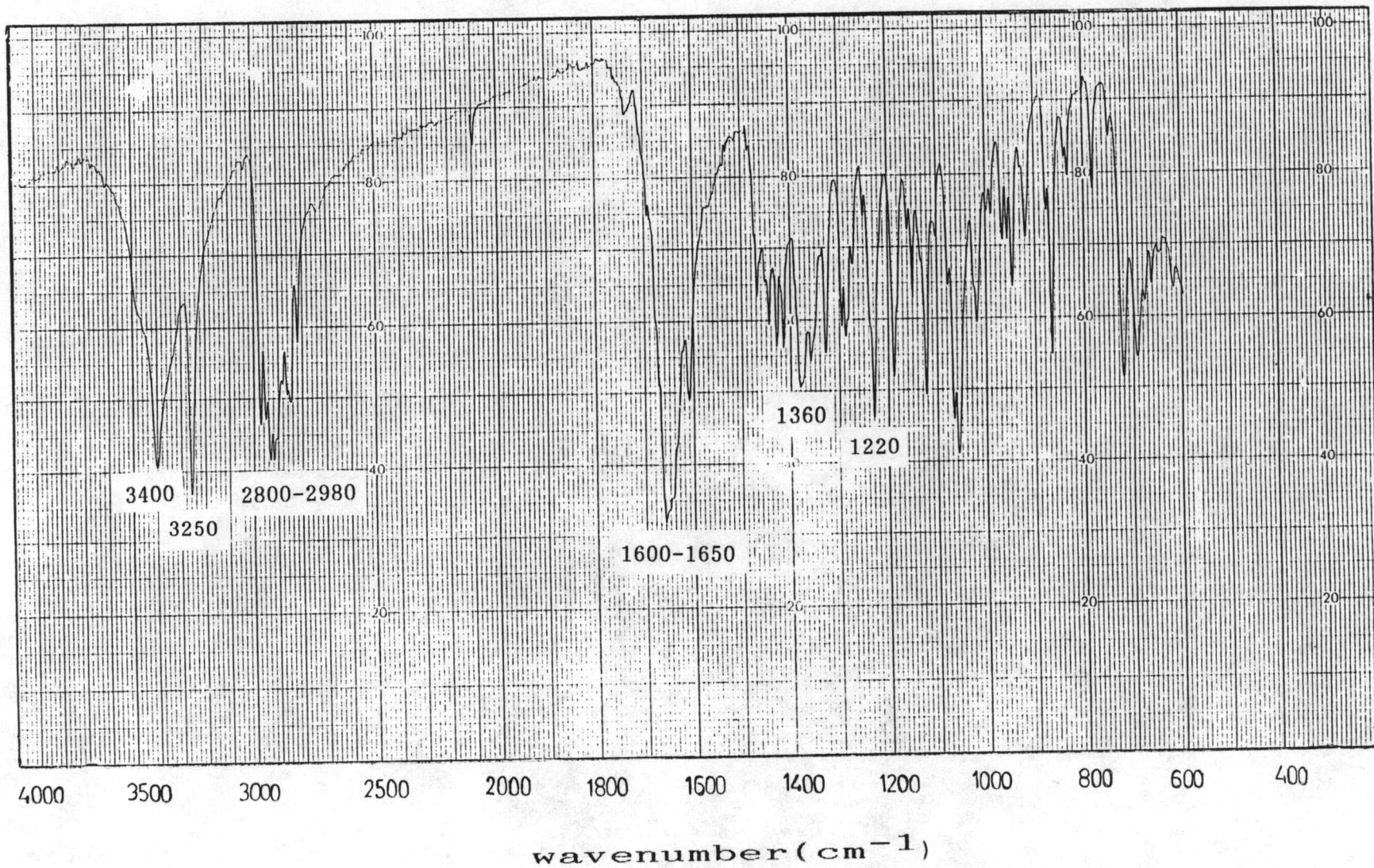
รูปที่ 2.7 Mass spectrum ของสารประกอบ 3-(เอทิลไพริดีล)-3,5-แอนโดรสตาไดอิน-17-โอน

M/E	RAW INT.	R.INT.	SIGMA(%)
40.0	22.7	34.4	6.65
41.0	15.5	23.5	4.54
55.0	12.0	18.2	3.52
70.0	16.0	24.3	4.71
79.0	9.5	14.4	2.79
91.0	15.5	23.6	4.56
104.0	11.8	18.0	3.47
111.0	11.4	17.3	3.34
123.0	25.1	38.0	7.35
149.0	10.3	15.6	3.03
162.0	9.4	14.3	2.76
174.0	23.4	35.4	6.85
175.0	10.2	15.5	2.99
177.0	13.3	20.2	3.91
188.0	20.2	30.6	5.92
189.0	46.7	70.9	13.70
190.0	10.5	15.9	3.08
200.0	12.2	18.5	3.58
214.0	16.6	25.1	4.86
215.0	11.5	17.4	3.37
228.0	16.8	25.5	4.33

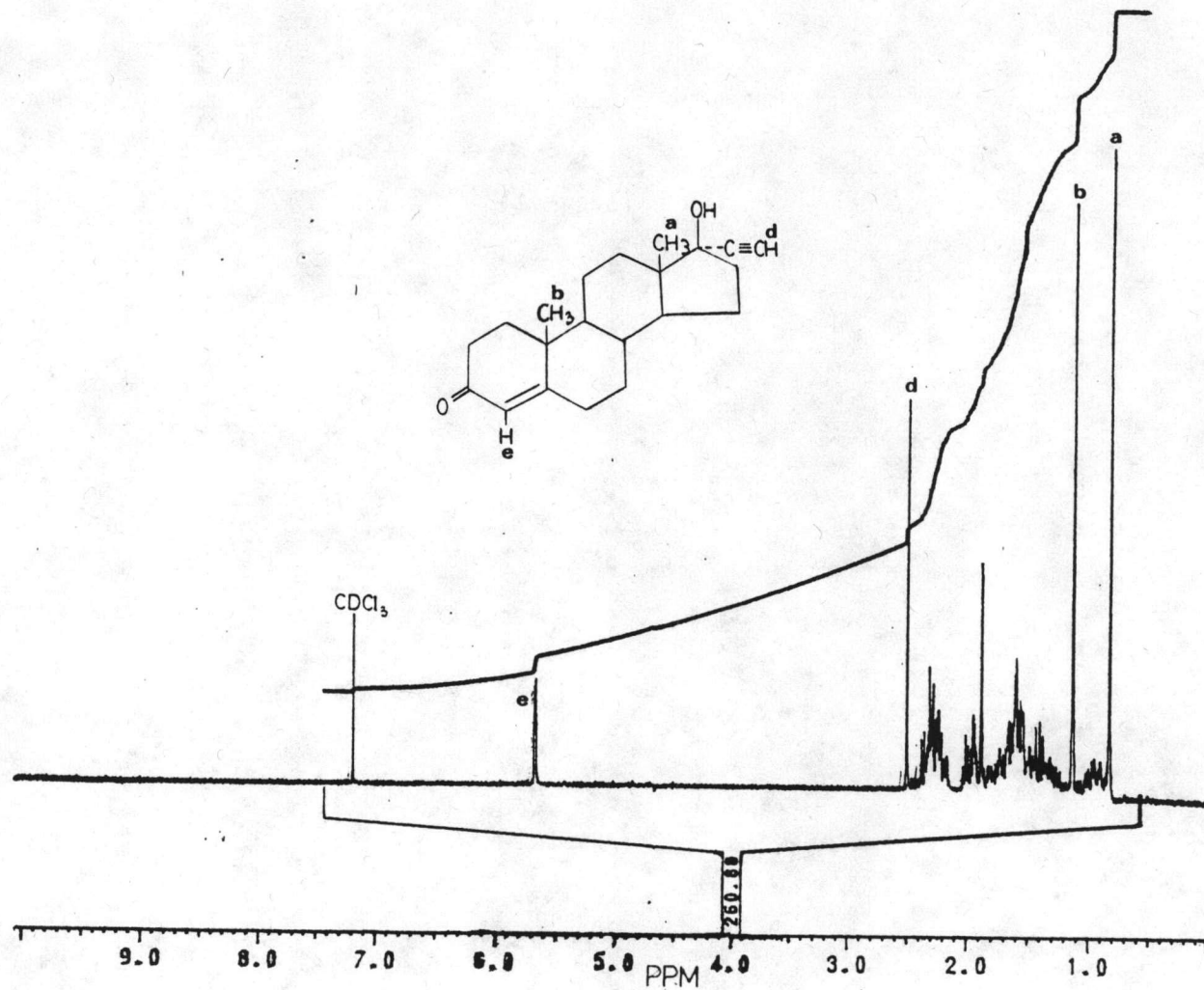
M/E	RAW INT.	R.INT.	SIGMA(%)
270.0	3.1	4.8	0.26
282.0	3.4	5.2	0.29
283.0	3.3	5.0	0.28
296.0	6.4	9.7	0.54
310.0	6.2	9.5	0.53
311.0	6.7	10.1	0.57
322.0	6.5	9.9	0.55
323.0	4.3	6.6	0.37
324.0	102.2	155.1	8.70
325.0	26.0	39.5	2.21
326.0	3.5	5.3	0.29
338.0	149.0	226.0	12.67
339.0	659.4	1000.0	56.08

ตารางที่ 2.2 ข้อมูลค่า m/e และ relative intensity ของสารประกอบ 3-(เอน-ไพโรลิดีน)

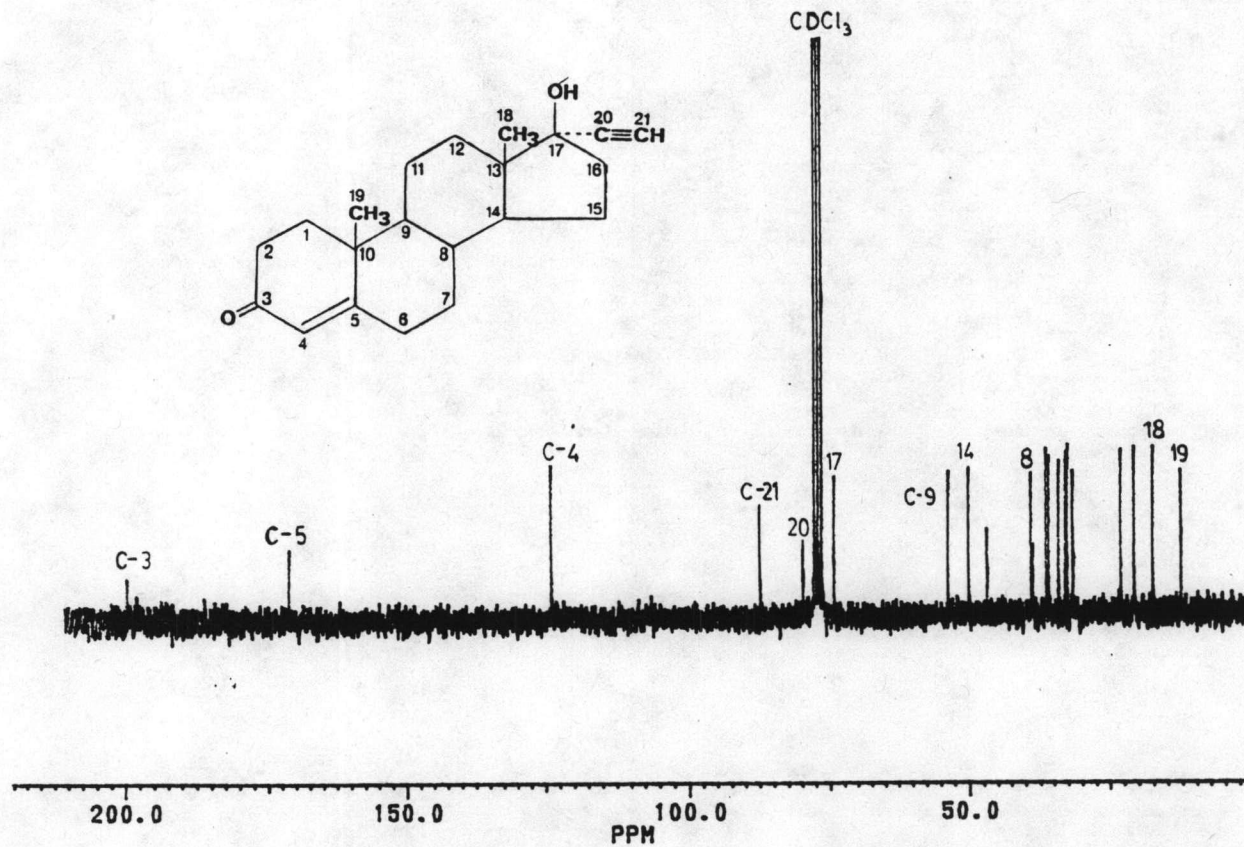
-3,5-แอนโดรสตาไดอิน-17-ไอออน



รูปที่ 2.8 IR spectrum ของสารประกอบเอทิลสเตอโรนที่สังเคราะห์โดยไซอัลโคซิล กรินยารีเอเจนต์

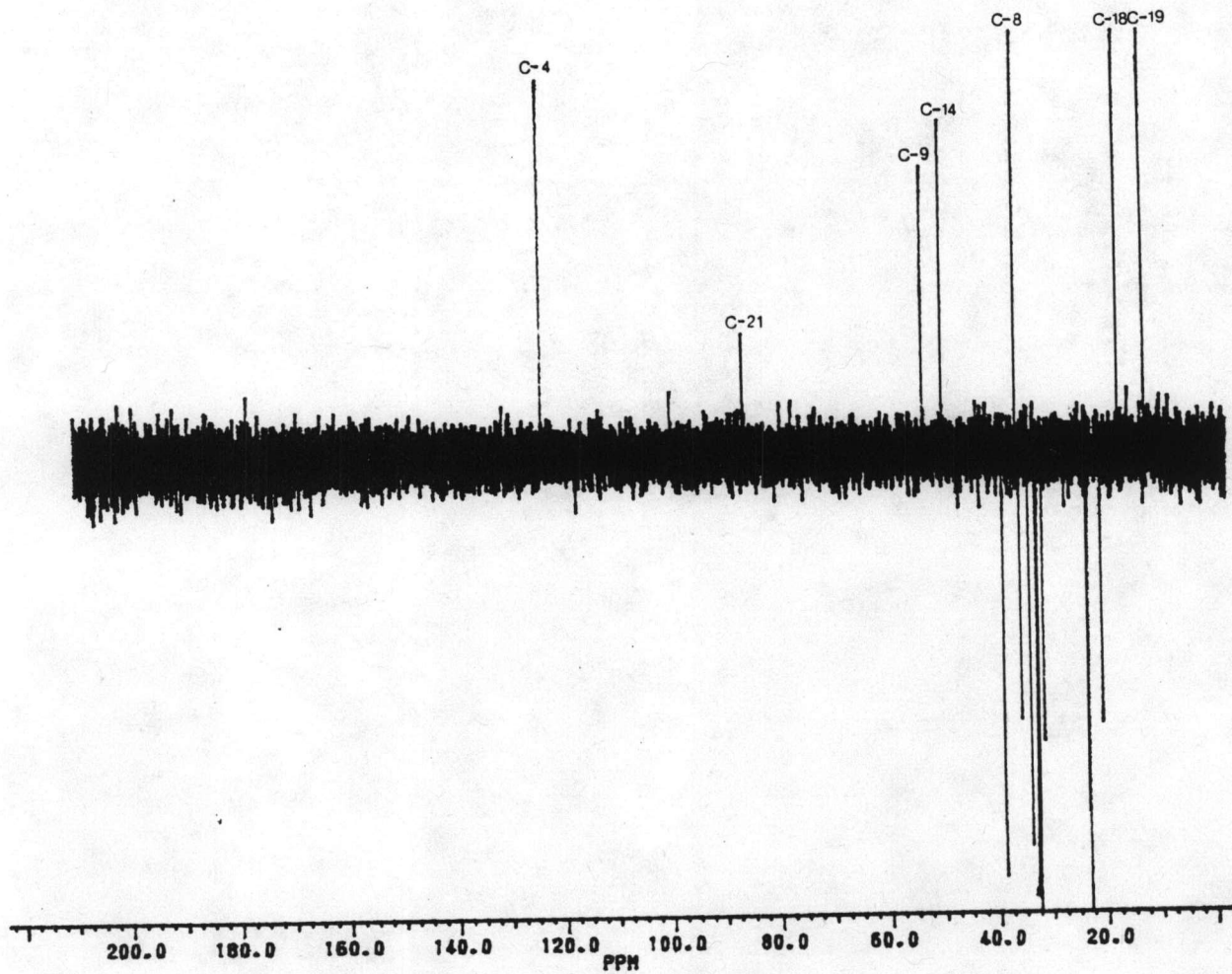


รูปที่ 2.9 $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสารประกอบสเตอรอยด์ที่สังเคราะห์โดยไซอัลคิล กรินยาร์เอเจนต์



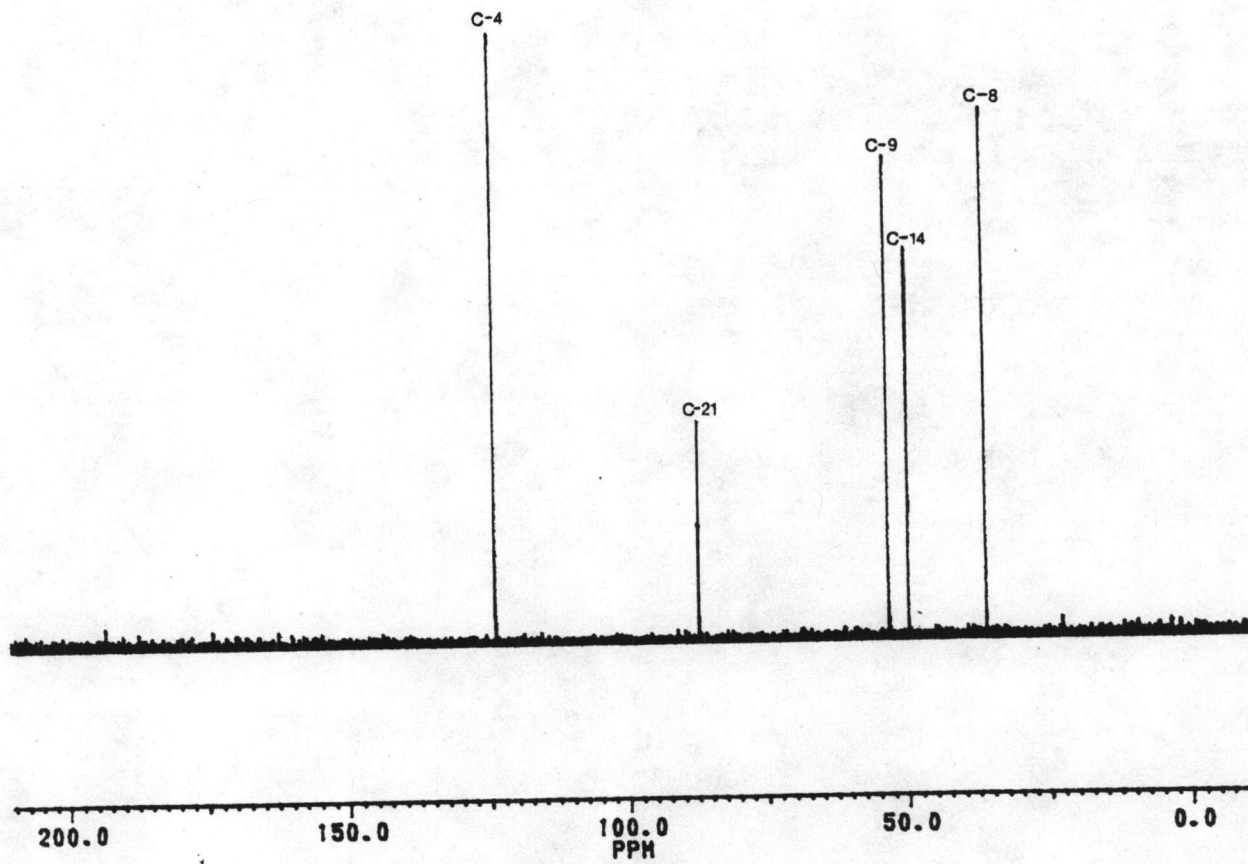
รูปที่ 2.10 ^{13}C -NMR spectrum แบบ complete decoupling spectrum ของสารประกอบเอทิสเตอริน

ที่สังเคราะห์โดยใช้อัลคินิล กรินยารีเอเจนต์



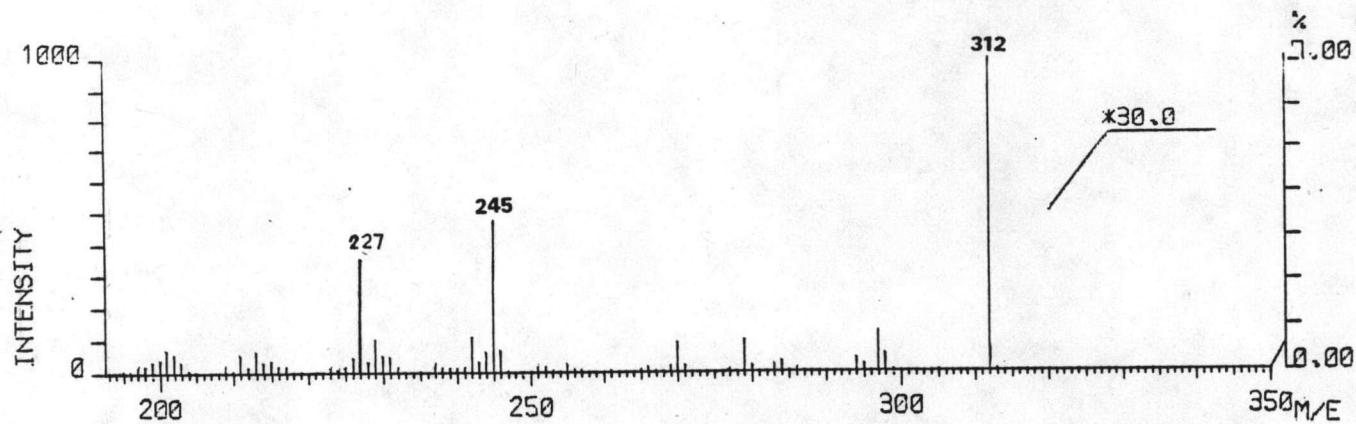
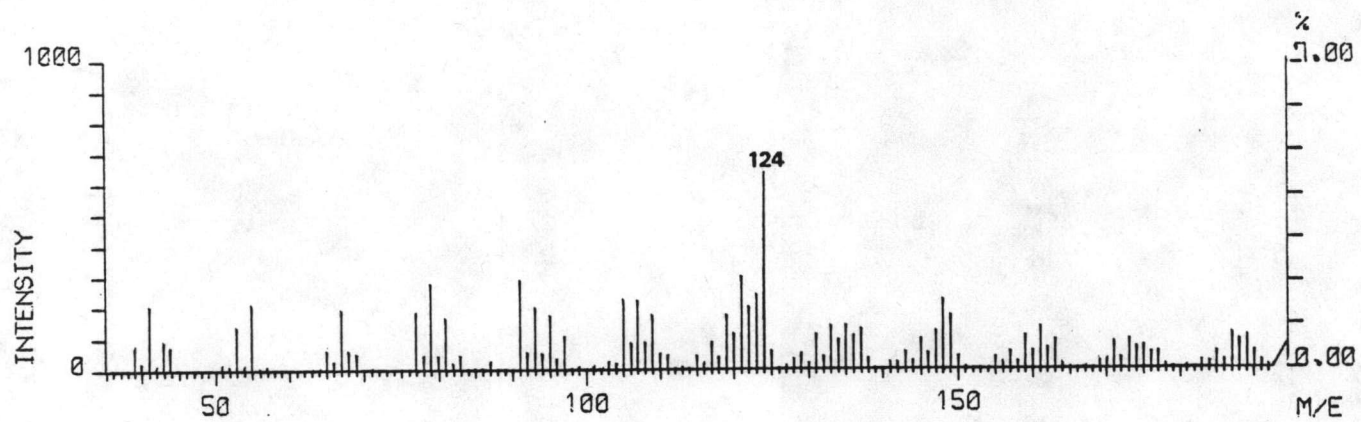
รูปที่ 2.11 ^{13}C -NMR spectrum แบบ DEPT 135 ของสารประกอบเอทิลสเตอรินที่สังเคราะห์โดยไซ

อัลคินิล กรินยารีเอเจนต์



รูปที่ 2.12 ^{13}C -NMR spectrum แบบ DEPT 90 ของสารประกอบเอทิลสเตอรินที่สังเคราะห์โดยไซท์

อัลคินิล กรินยารีเอเจนต์



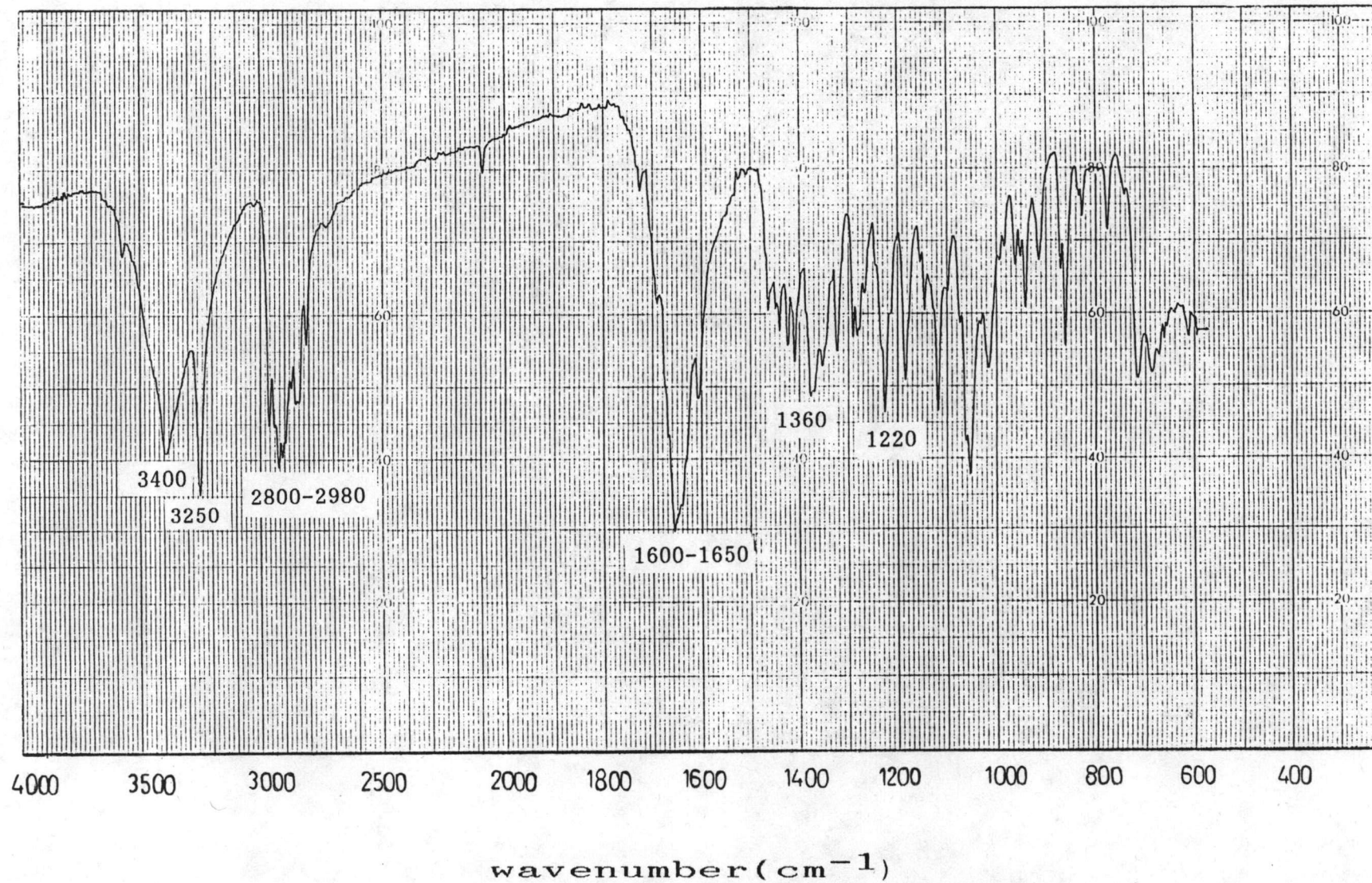
รูปที่ 2.13 Mass spectrum ของสารประกอบเอทิลสเตอรอนที่สังเคราะห์โดยยาซิลาลอนิล กรินนารีเอเจนต์

M/E	RAW INT.	R.INT.	SIGMA(%)
41.0	117.7	205.5	4.21
53.0	80.6	140.7	2.88
55.0	119.7	209.0	4.28
67.0	109.9	191.9	3.93
77.0	107.4	187.5	3.84
79.0	159.0	277.4	5.68
81.0	95.4	166.6	3.41
91.0	166.9	291.4	5.97
93.0	114.9	200.6	4.11
95.0	99.3	173.3	3.55
105.0	129.0	225.2	4.61
107.0	126.3	220.4	4.52
109.0	99.8	174.3	3.57
119.0	98.1	171.2	3.51
121.0	171.6	299.5	6.14
122.0	113.5	198.2	4.06
123.0	137.2	239.4	4.91
124.0	283.7	495.1	10.15
133.0	79.4	138.6	2.84
135.0	80.4	140.4	2.87
148.0	127.9	223.3	4.58
149.0	98.3	171.6	3.51
161.0	77.1	134.6	2.76

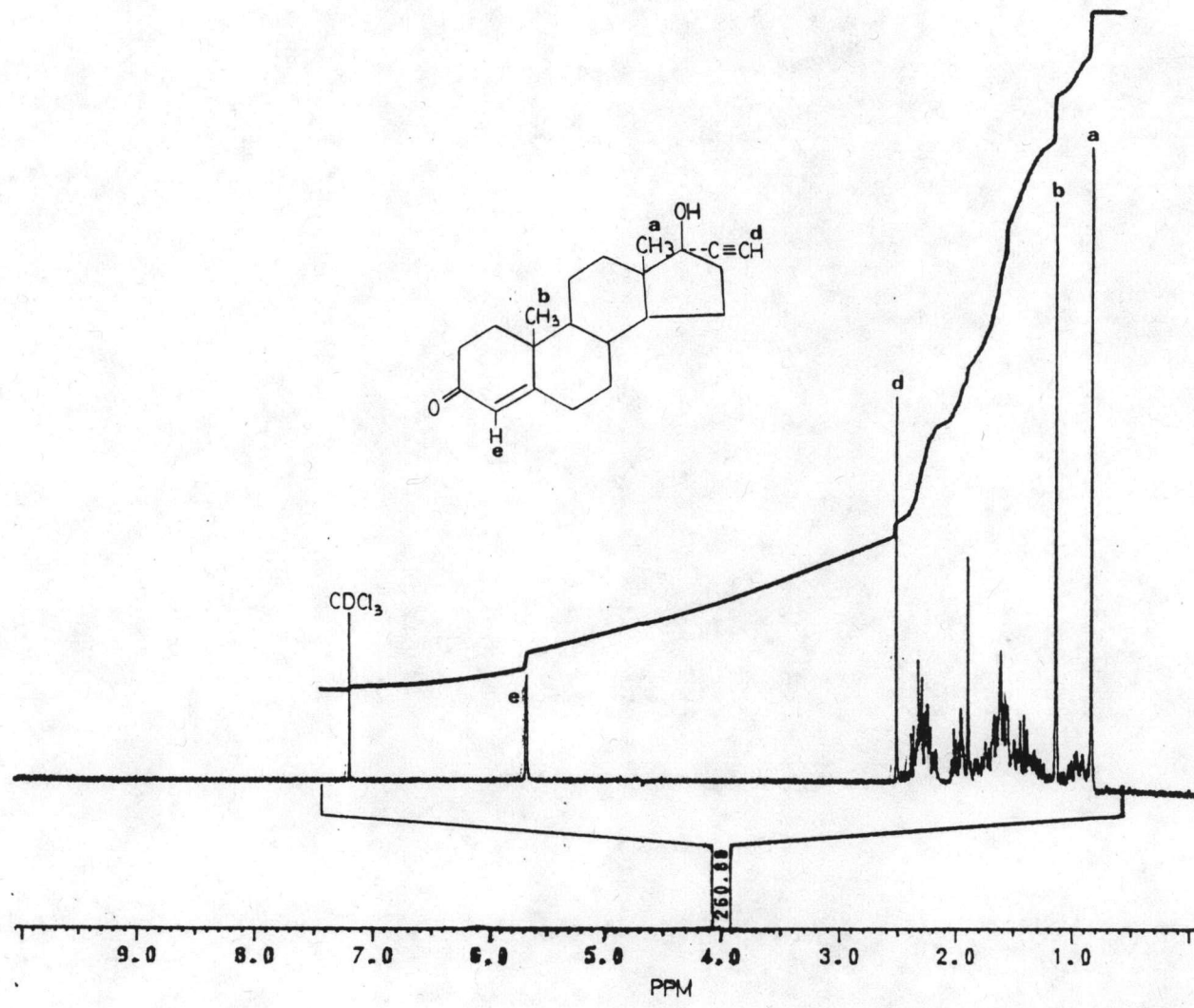
M/E	RAW INT.	R.INT.	SIGMA(%)
171.0	49.6	86.6	2.31
173.0	54.4	95.0	2.54
174.0	40.0	69.9	1.86
175.0	44.1	77.0	2.05
177.0	33.0	57.6	1.54
187.0	64.9	113.2	3.02
188.0	50.7	88.6	2.36
189.0	117.4	205.0	5.48
190.0	32.3	56.4	1.50
201.0	40.0	69.9	1.86
202.0	32.3	56.5	1.51
211.0	32.3	56.4	1.50
213.0	38.4	67.1	1.79
227.0	63.0	111.4	2.97
229.0	45.3	53.7	6.78
242.0	62.6	109.3	2.92
244.0	37.2	64.9	1.73
245.0	197.2	344.2	9.20
246.0	39.6	69.1	1.84
270.0	52.8	92.1	2.46
279.0	57.6	100.6	2.68
297.0	138.4	241.5	6.45
312.0	573.0	1000.0	26.72

ตารางที่ 2.3 ข้อมูลค่า m/e และ relative intensity ของสารประกอบเอทิลสเตอรินที่สังเคราะห์

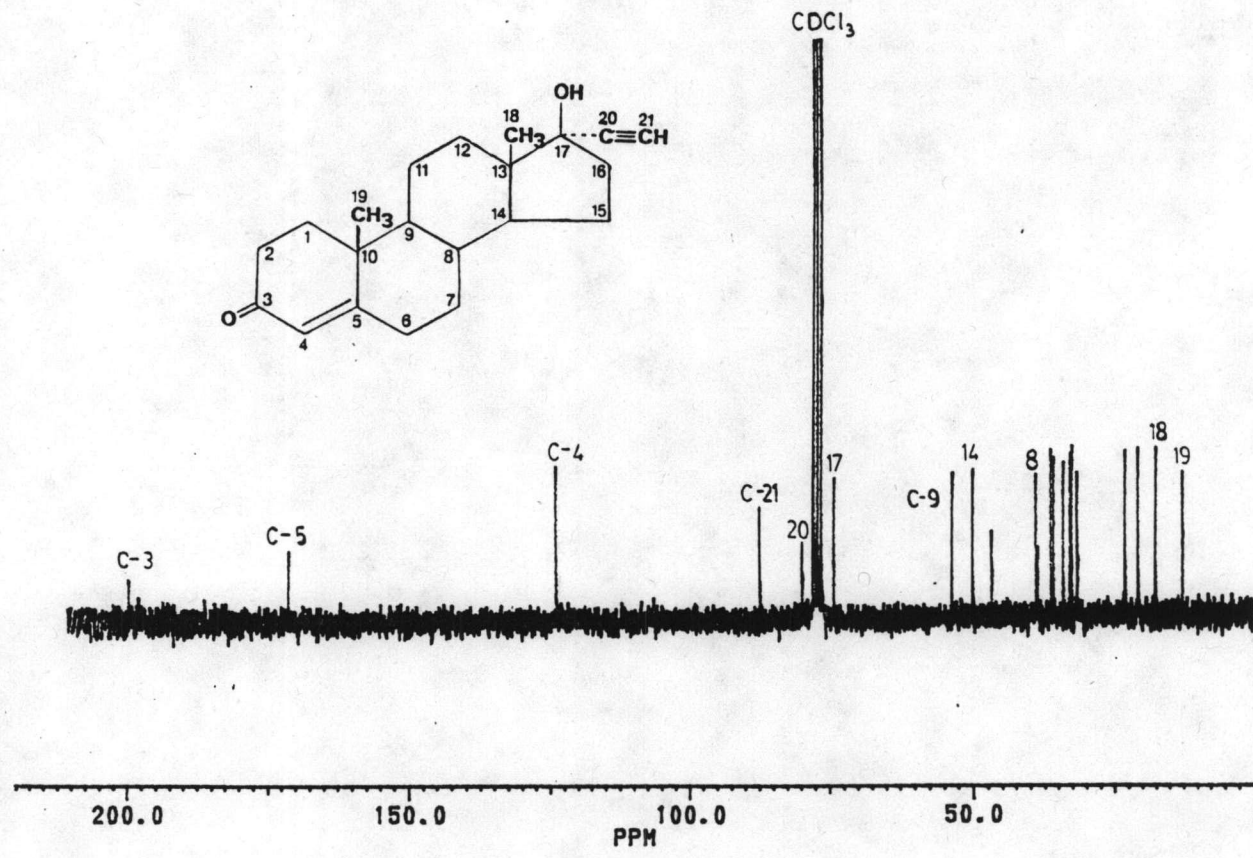
โดย วิชาชีวะเคมี กรินยาณี เอเจนท์



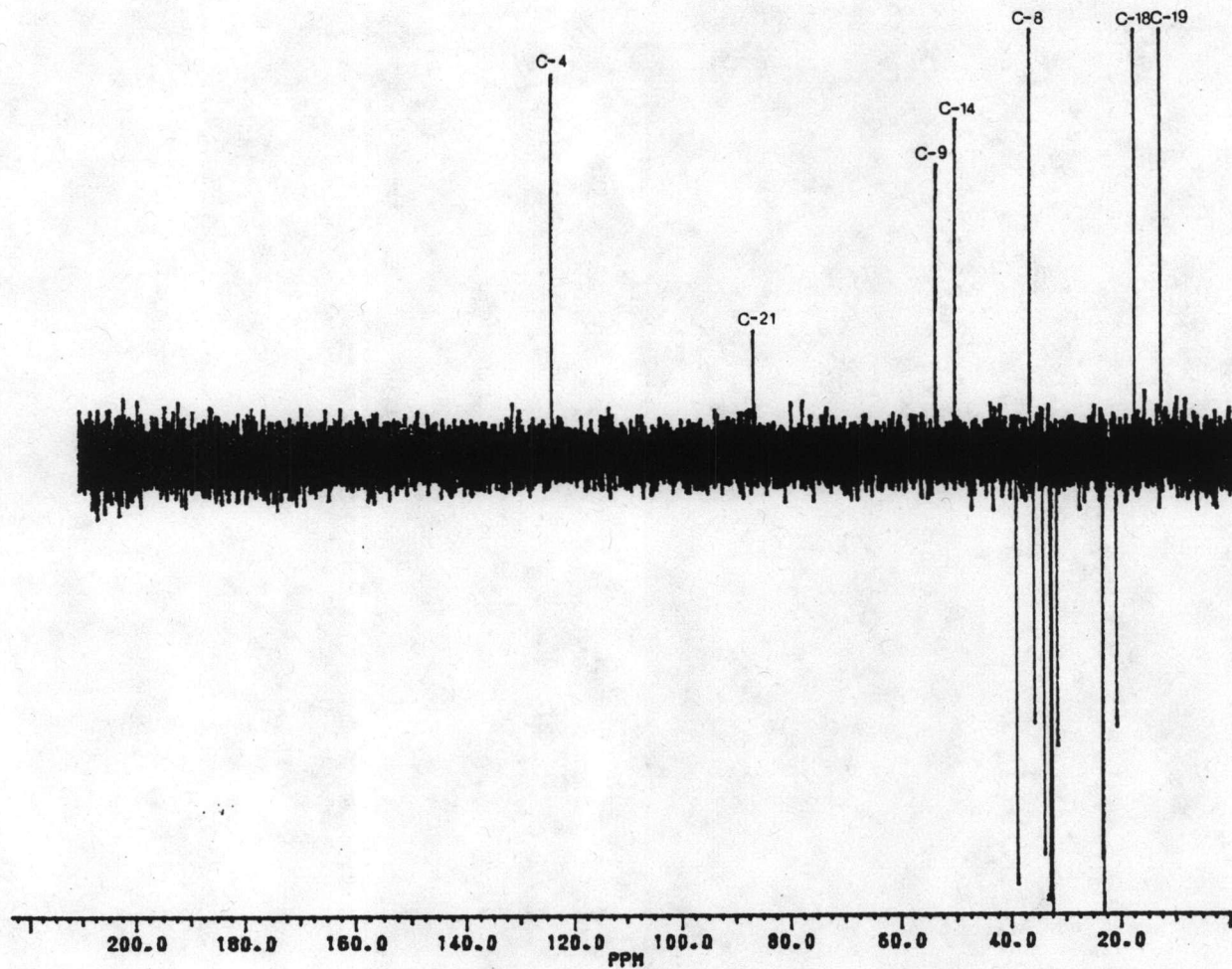
รูปที่ 2.14 IR spectrum ของสารประกอบเอทิลสเตอโรนที่สังเคราะห์โดยซัลลิเทียมอะเซทาลด์



รูปที่ 2.15 $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสารประกอบเอทิสเตอรินที่สังเคราะห์โดยชาลีเทียมอะเซเซทิลด์

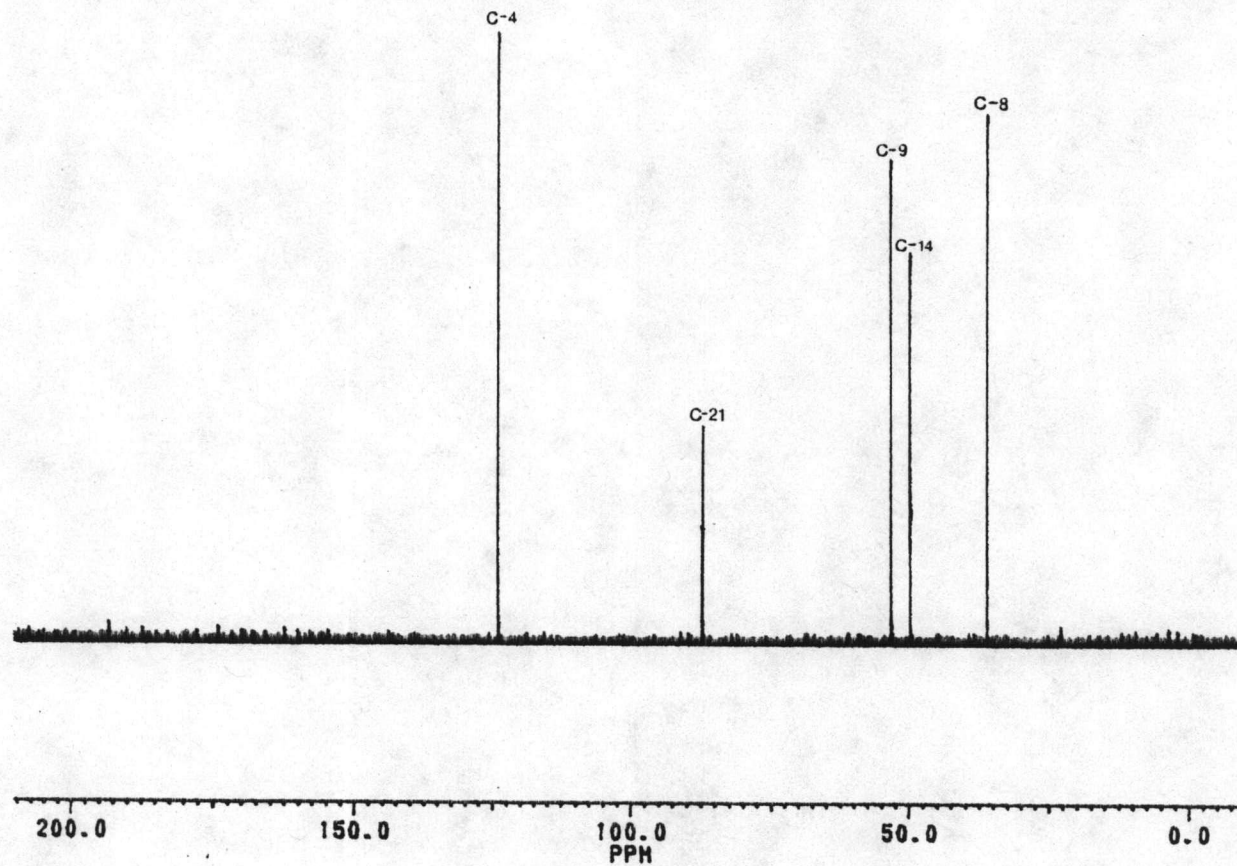


รูปที่ 2.16 ^{13}C -NMR spectrum แบบ complete decoupling spectrum ของสารประกอบเอทิสเตอริน
ที่สังเคราะห์โดยยาซึลิเทียมอะเซทิลด์

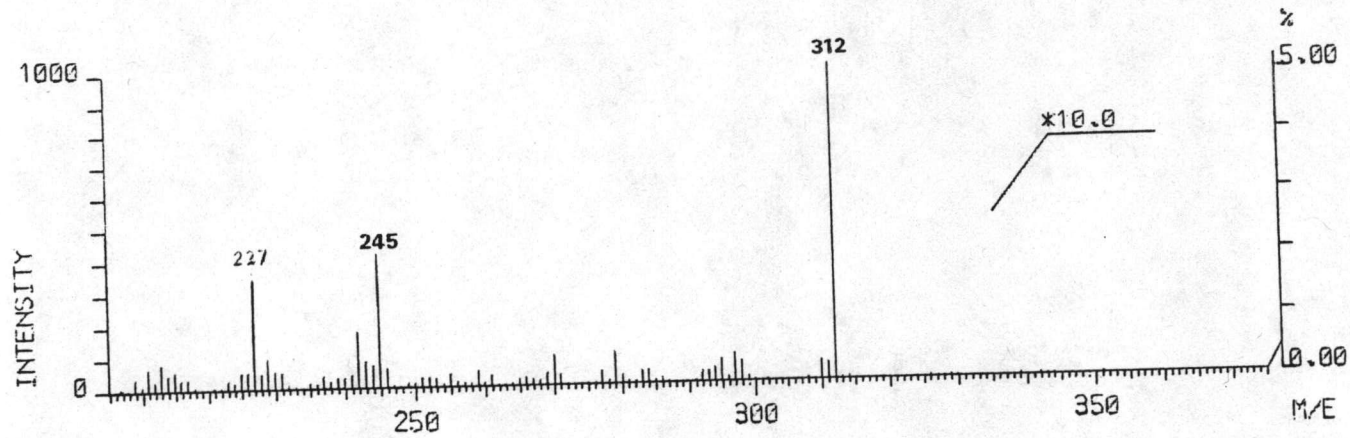
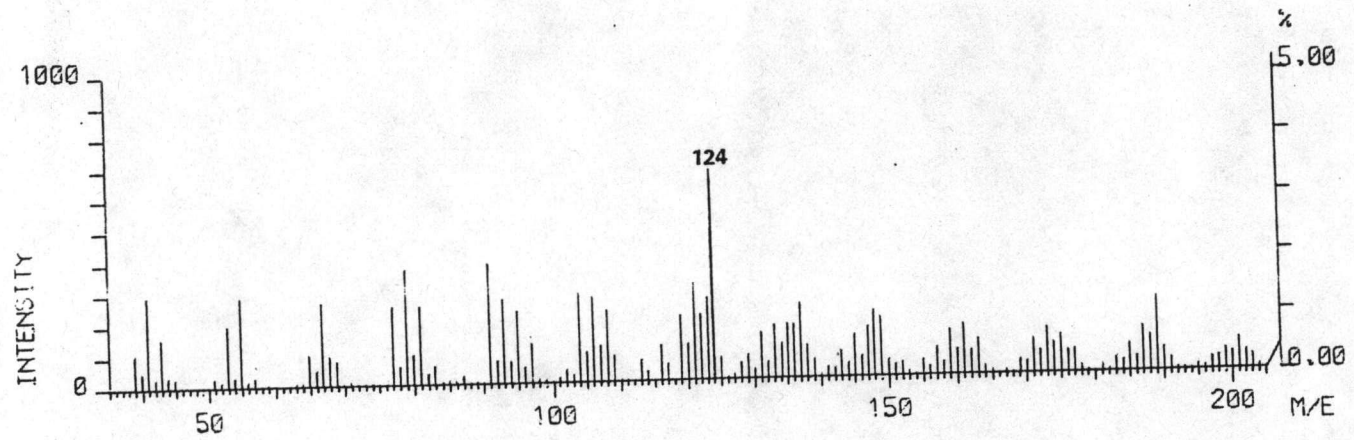


รูปที่ 2.17 C^{13} -NMR spectrum แบบ DEPT 135 ของสารประกอบเอทิลสเตอรินที่สังเคราะห์โดยชาย

ลีเทียมอะเซทิลด์



รูปที่ 2.18 ^{13}C -NMR spectrum แบบ DEPT 90 ของสารประกอบเอทิลสเตอรินที่สังเคราะห์โดยใช้
ลิเทียมอะเซทิลไซด์

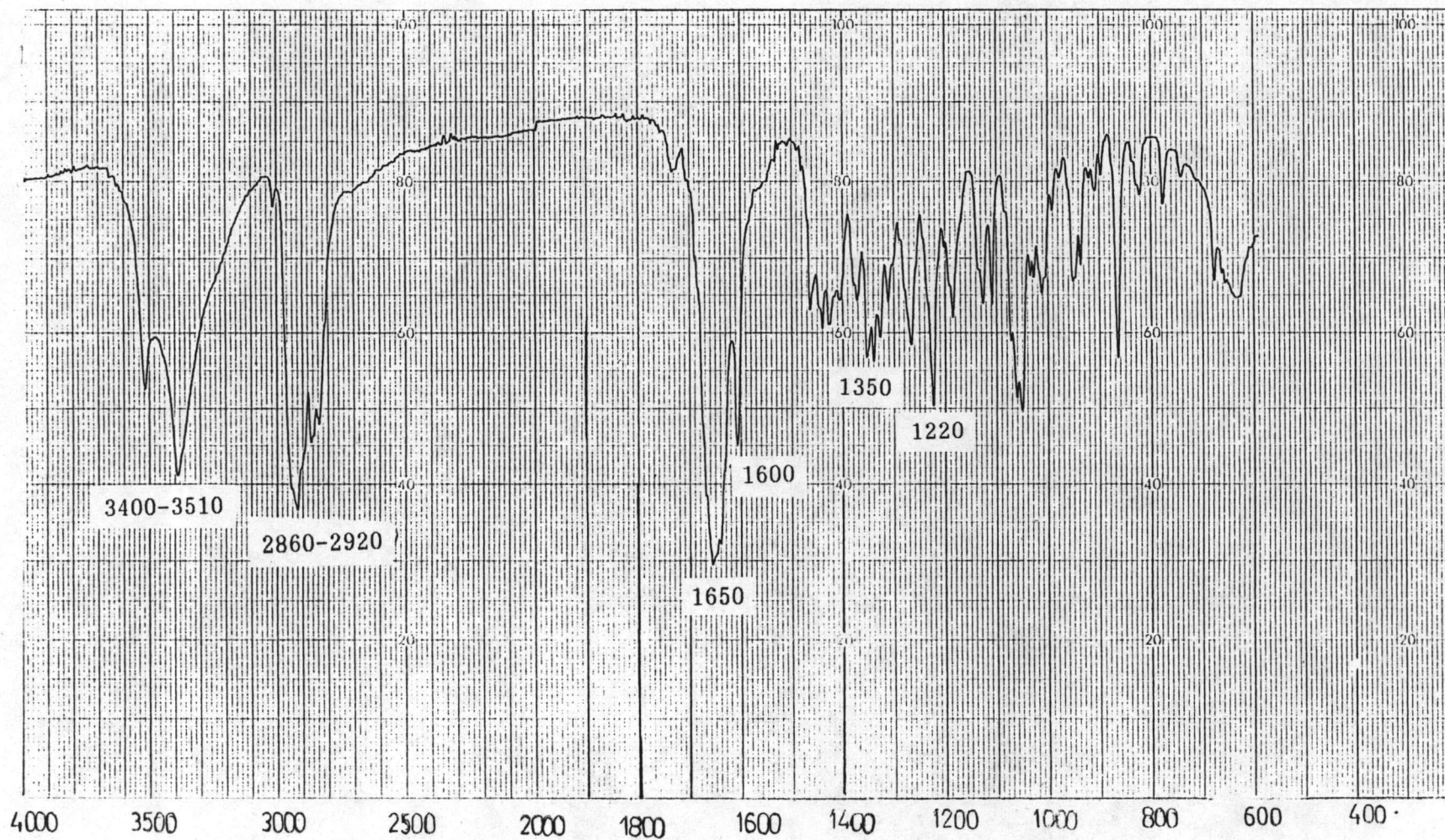


รูปที่ 2.19 Mass spectrum ของสารประกอบเอทิลสเตอรินที่สังเคราะห์โดยไซลิเทียมอะเซทิลด์

M/E	RAW INT.	R. INT.	SIGMA(%)	M/E	RAW INT.	R. INT.	SIGMA(%)
41.0	102.7	295.4	4.53	173.0	50.9	146.4	3.51
53.0	69.0	198.4	3.04	174.0	33.8	97.2	2.33
55.0	100.8	290.0	4.44	175.0	43.0	123.9	2.97
67.0	93.0	267.6	4.10	185.0	31.0	89.2	2.14
77.0	90.5	260.3	3.99	187.0	49.0	141.1	3.38
79.0	130.3	374.6	5.74	188.0	39.8	114.6	2.75
81.0	88.1	253.5	3.88	189.0	83.3	239.7	5.75
91.0	134.9	388.0	5.95	201.0	34.6	99.6	2.39
93.0	94.9	272.9	4.18	213.0	29.2	83.9	2.01
95.0	80.5	231.4	3.55	227.0	54.0	155.4	3.73
104.0	100.5	289.2	4.43	229.0	92.1	265.0	6.36
106.0	95.6	275.0	4.21	242.0	62.6	180.2	4.33
108.0	80.0	230.1	3.53	243.0	29.6	85.1	2.04
119.0	72.2	207.7	3.18	245.0	113.1	325.2	7.81
121.0	108.3	313.2	4.80	270.0	33.2	95.7	2.30
122.0	73.1	210.3	3.22	279.0	34.8	100.1	2.40
123.0	92.2	265.1	4.05	297.0	78.8	226.7	5.44
124.0	200.5	576.6	8.84	312.0	347.7	1000.0	24.02
133.0	58.9	169.5	2.60				
135.0	59.6	171.5	2.63				
136.0	59.9	172.5	2.64				
137.0	83.2	239.3	3.67				
148.0	74.3	213.6	3.27				
149.0	65.8	183.2	2.90				
161.0	56.3	161.8	2.48				

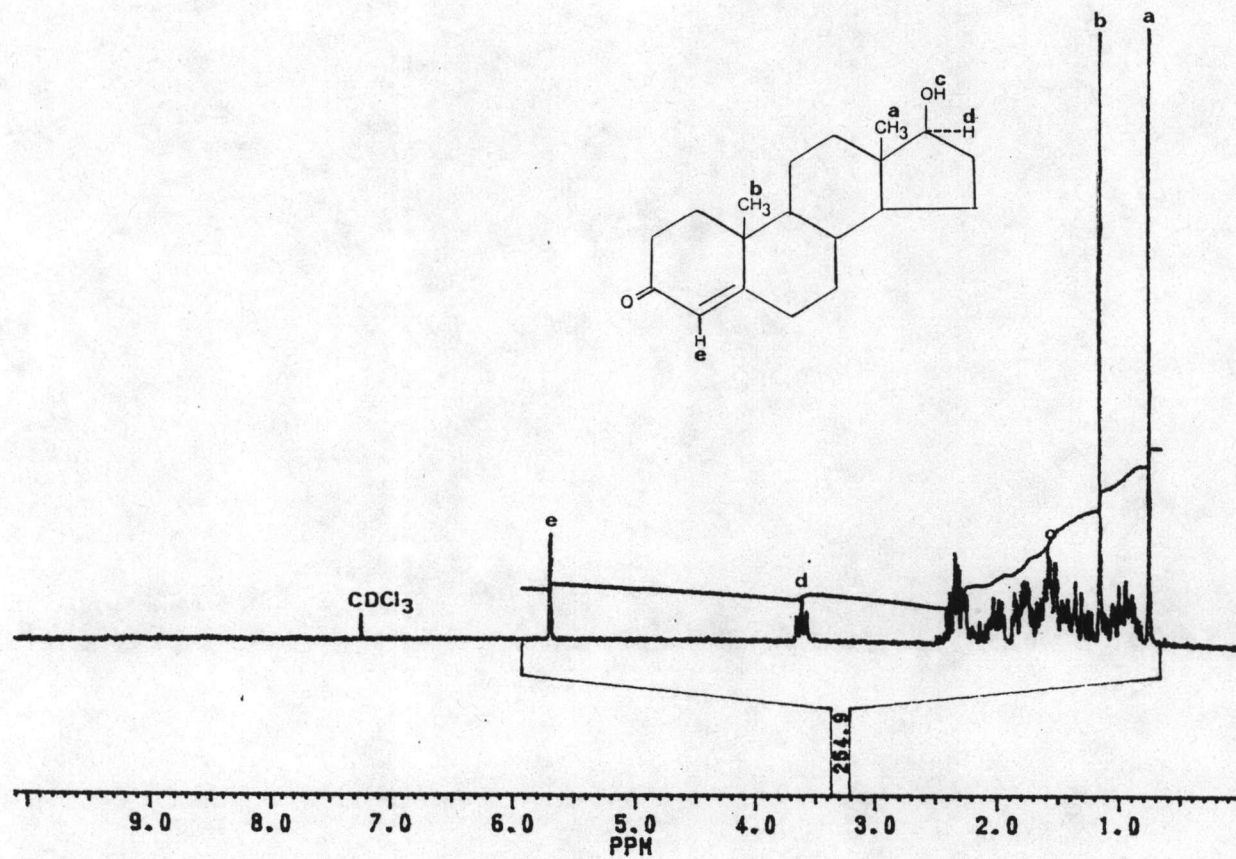
ตารางที่ 2.4 ข้อมูลค่า m/e และ relative intensity ของสารประกอบเอทิลสเตอรที่สังเคราะห์

โดยวิชาลิเทียมอะเซทิลด์

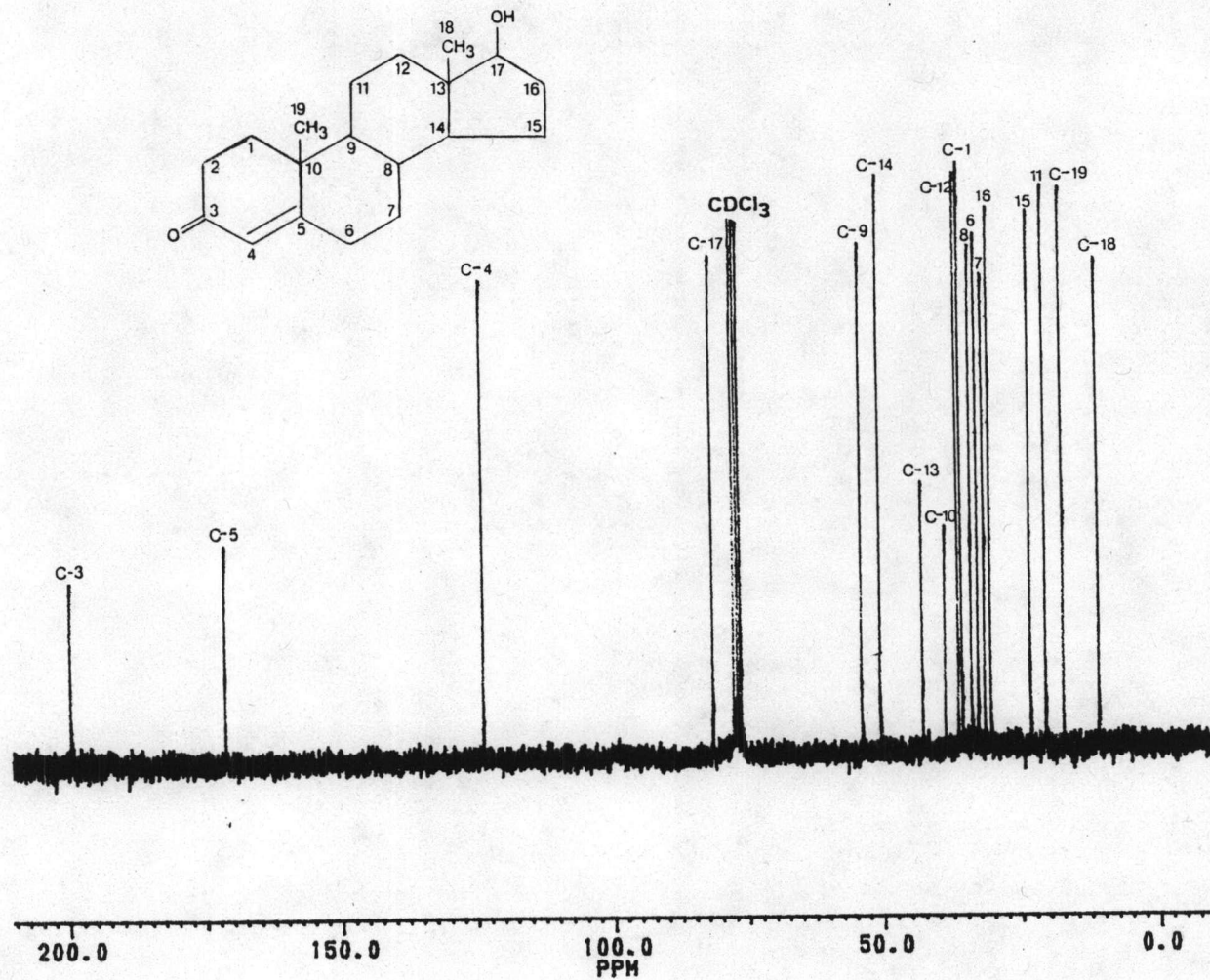


รูปที่ 2.20 IR spectrum ของสารประกอบเทสโทสเตอโรน

wavenumber (cm⁻¹)

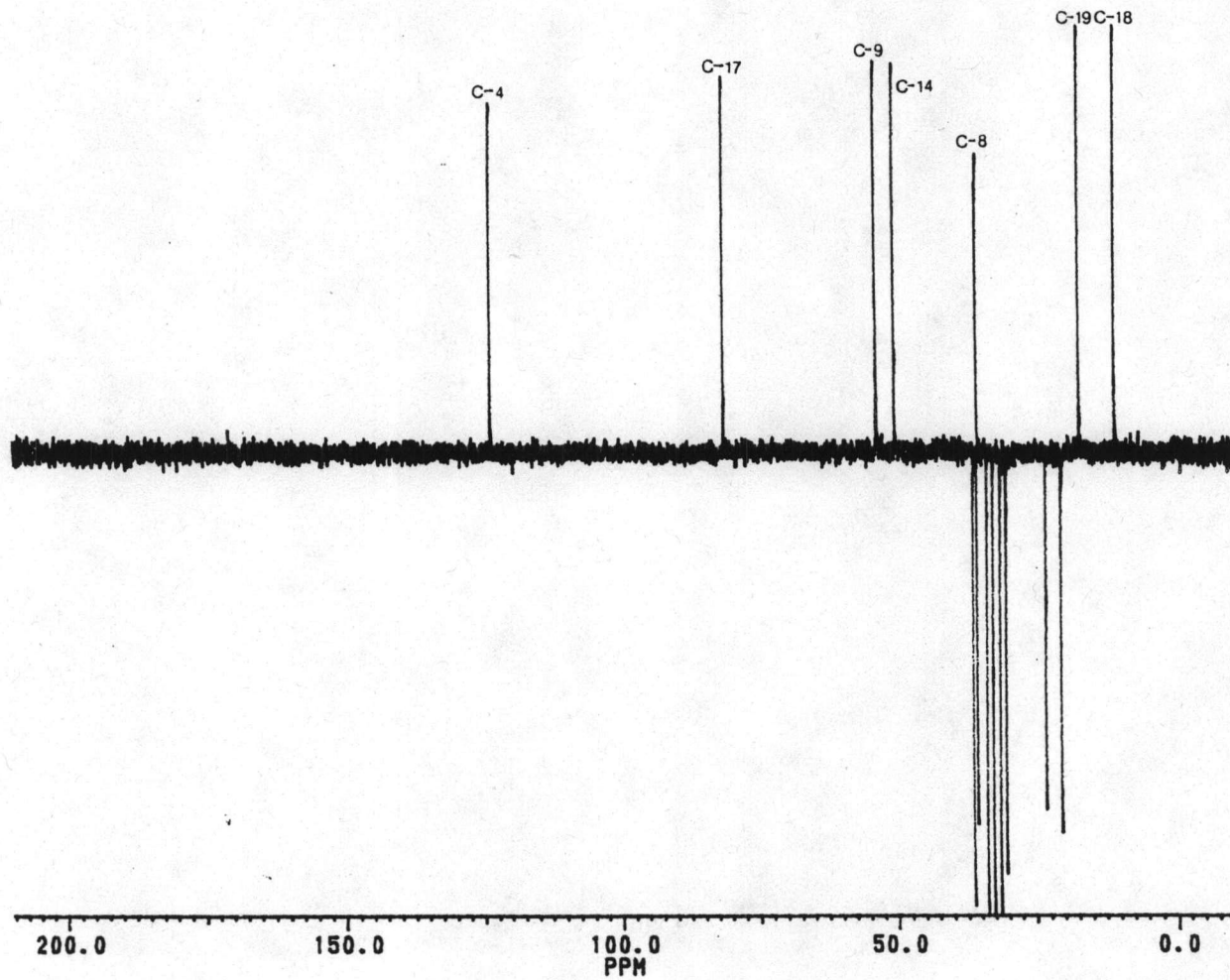


รูปที่ 2.21 $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของสารประกอบเทสโทสเตอโรน

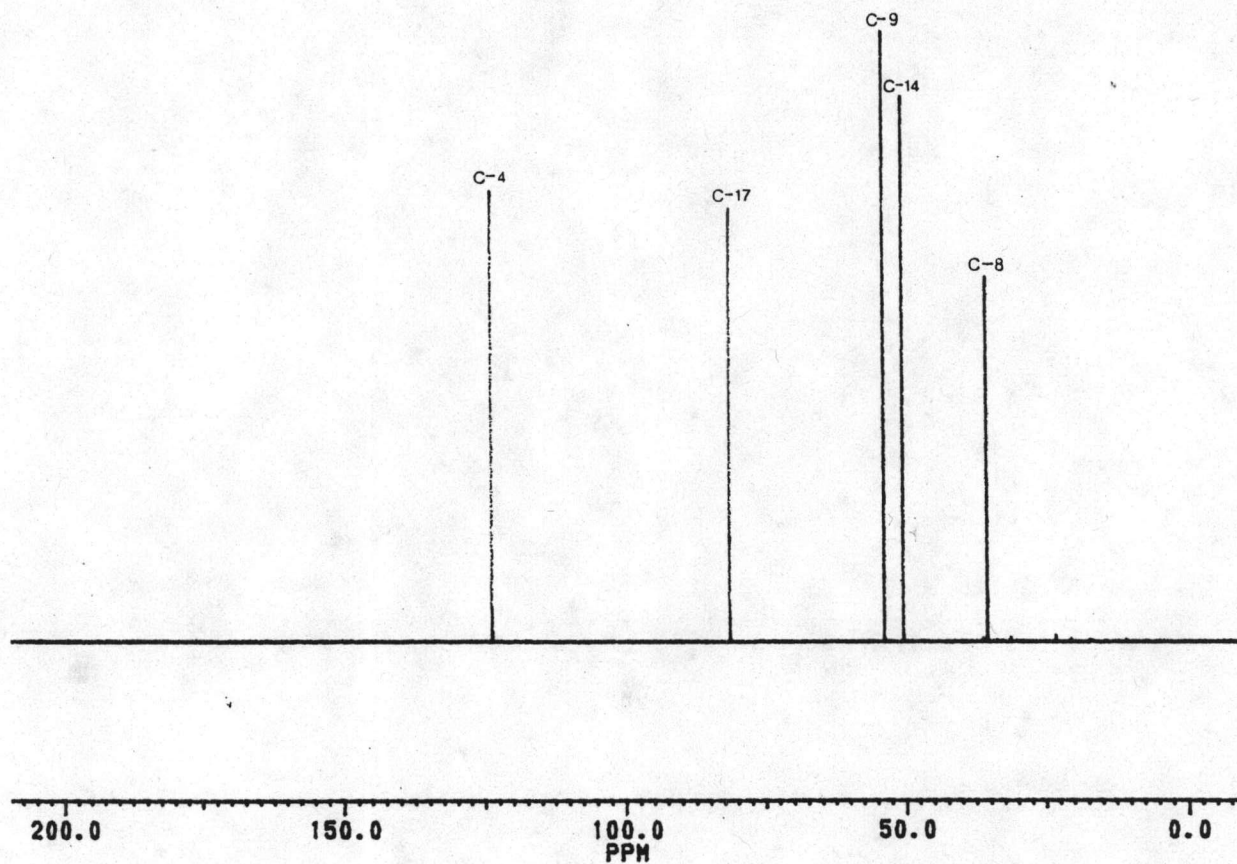


รูปที่ 2.22 ^{13}C -NMR spectrum แบบ complete decoupling spectrum ของสารประกอบ

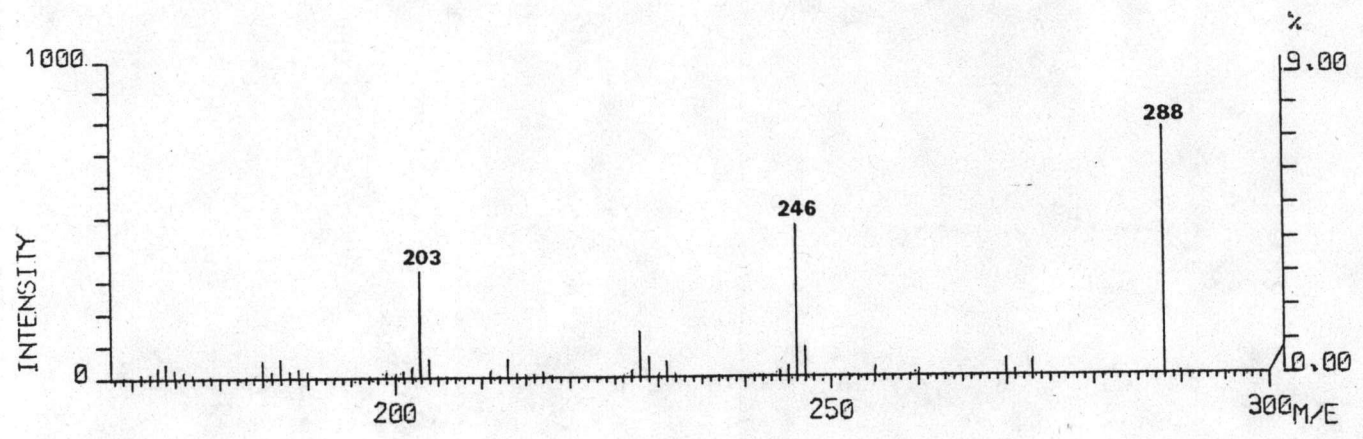
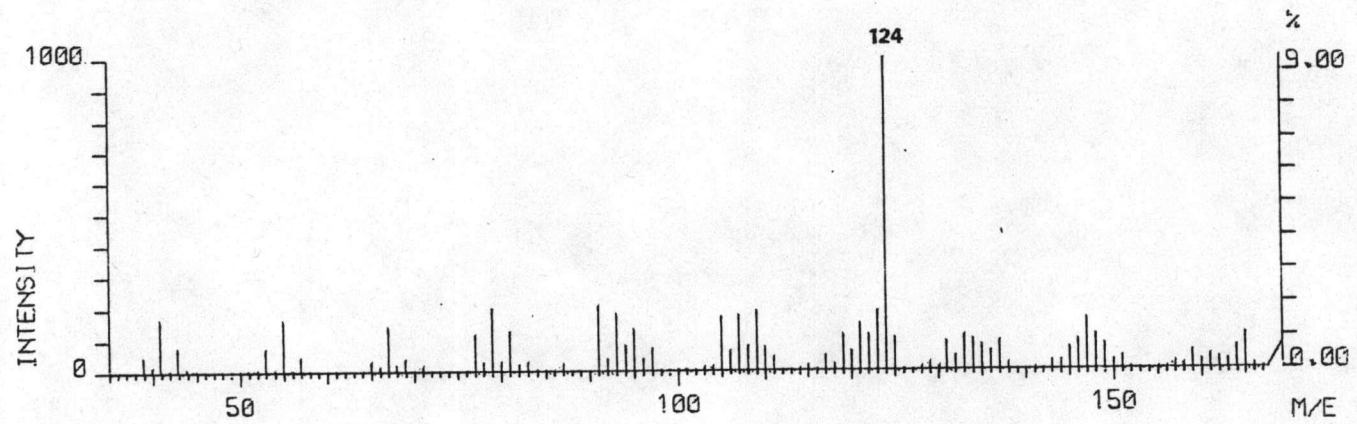
เทสโทสเตอโรน



รูปที่ 2.23 ^{13}C -NMR spectrum แบบ DEPT 135 ของสารประกอบเทสโทสเตอโรน



รูปที่ 2.24 ^{13}C -NMR spectrum แบบ DEPT 90 ของสารประกอบเทสโทสเตอโรน



รูปที่ 2.25 Mass spectrum ของสารประกอบเทสโทสเตอโรน

M/E	RAW INT.	R. INT.	SIGMA(%)
41.0	96.3	168.9	4.19
55.0	94.7	166.0	4.12
67.0	83.6	146.5	3.63
77.0	70.5	123.6	3.06
79.0	115.6	202.7	5.03
81.0	74.8	131.2	3.25
91.0	120.6	211.4	5.25
93.0	106.0	185.8	4.61
95.0	77.6	136.0	3.37
105.0	101.9	178.5	4.43
107.0	101.7	178.3	4.42
109.0	108.4	190.0	4.71
119.0	67.2	117.8	2.92
121.0	85.9	150.6	3.74
122.0	67.0	117.5	2.91
123.0	109.0	191.0	4.74
124.0	570.5	1000.0	24.83
147.0	179.2	314.1	7.80
165.0	66.1	115.9	2.87

M/E	RAW INT.	R. INT.	SIGMA(%)
174.0	25.5	44.7	1.87
185.0	35.4	62.0	2.59
187.0	35.2	61.8	2.58
203.0	124.2	217.8	9.11
204.0	33.3	58.4	2.44
213.0	33.4	58.6	2.45
228.0	81.4	142.7	5.97
229.0	36.8	64.6	2.70
231.0	29.0	50.9	2.12
246.0	269.4	472.1	19.75
247.0	52.7	92.3	3.86
270.0	33.0	57.8	2.42
273.0	29.6	51.9	2.17
288.0	443.4	777.2	32.51

ตารางที่ 2.5 ข้อมูลค่า m/e และ relative intensity ของสารประกอบเทสโทสเตอโรน