

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

##### 1. เครื่องมือ อุปกรณ์

1.1 Ultraviolet Spectrometer (Shimadzu UV Spectrophotometer: รุ่น UV-3600: UV-VIS-NIR)

1.2 FT-IR Spectrometer (Shimadzu FT-IR: รุ่น AIM 8800)

1.3 Gas Chromatography (Shimadzu: รุ่น GC-2014)

1.4 NMR spectrometer (Perkin-Elmer: รุ่น Varian T-60)

1.5 EI-MS (Shimadzu: รุ่น QP5050)

1.6 Reaction glassware

1.7 Magnetic Stirrer and Magnetic Bar

1.8 Heater และ Heating bath

1.9 Column chromatography

1.10 Separatory funnel ขนาด 250 ml

1.11 Medium Pressure Liquid Chromatography

1.12 Copper Tube Reactor ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.8 เซนติเมตร

1.13 Evaporator

1.14 Round bottom flask ขนาด 50 ml

1.15 Erlenmeyer flask ขนาด 250 ml

1.16 Beaker ขนาด 50 และ 100 ml

1.17 Graduated cylinder ขนาด 10 และ 100 ml

1.18 Distillator

1.19 Thermometer ขนาด 100 °C และ 300 °C

1.20 Polymer bag ขนาด 5 liter

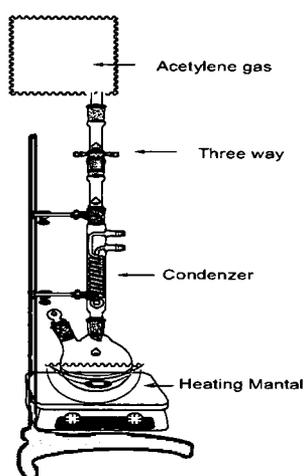
## 2. สารเคมี

- 2.1 1,2-Diiodobenzene: Kanto Chemical co., inc Japan Lab grade
- 2.2 Diethynyldiphenylacetylene: Merk Germany, A.R. grade
- 2.3 Dimethylformamide: Fluka Switzerland, Lab grade
- 2.4 Dichlorobis(triphenylphosphine)palladium (II): MERCK Germany, A.R. grade
- 2.5 Copper (I) iodide: Merk Germany, A.R. grade
- 2.6 Potassium carbonate: Fluka Switzerland, Lab grade
- 2.7 Triphenylphosphine: Fluka Switzerland, Lab grade
- 2.8 Magnesium sulfate: Merk Germany, M.7, Lab grade
- 2.9 Hexane: Merk Germany, Lab grade
- 2.10 Dichloromethane: Merk Germany, Lab grade
- 2.11 Benzene: Carlo Erba Analysis
- 2.12 Ammonium chloride: Merk Germany, M.9, Lab grade
- 2.13 Silica gel: Merk Germany, Lab grade
- 2.14 Triethylamine: Merk Germany, Lab grade
- 2.15 Sea sand: Fluka Switzerland, A.R. grade
- 2.16 Paraffin oil: Merk Germany, A.R. grade

## วิธีการทดลอง

### วิธีที่ 1 การทำปฏิกิริยาในขวดแก้วทดลอง

การทำปฏิกิริยาในขวดแก้วทดลอง จะมีลักษณะเป็นขวดแก้วก้นกลมแบบ 2 คอ ขนาด 50 มิลลิลิตร เป็นหลักโดยทำการศึกษาทิศทางของปฏิกิริยา โดยควบคุมอัตราการเกิดปฏิกิริยาตามเวลาและอุณหภูมิตามที่กำหนด ดังภาพ 28

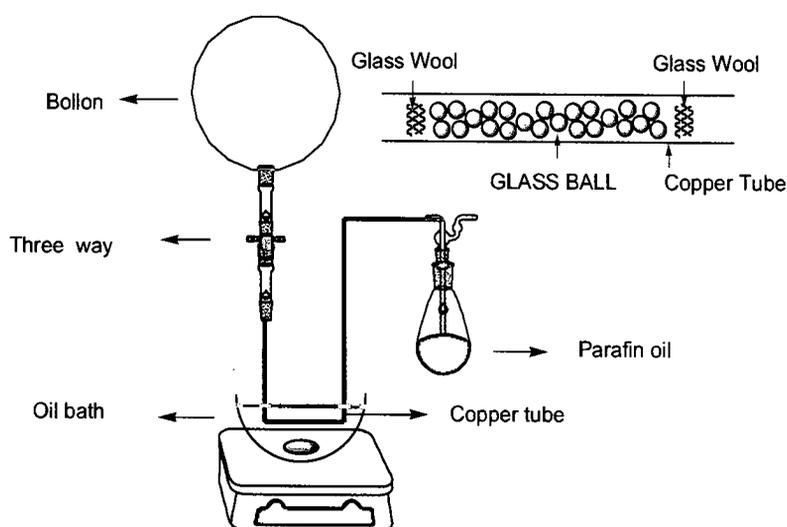


ภาพ 28 การติดตั้งอุปกรณ์ในการทำปฏิกิริยาในขวดแก้วทดลอง

ลักษณะของการทำปฏิกิริยาในขวดแก้วทดลองนี้ จะเป็นการเติมสารตั้งต้นของปฏิกิริยา ลงไปในขวดแก้วก้นกลมแบบ 2 คอ ขนาด 50 มิลลิลิตร ภายใต้สภาวะของแก๊สเฉื่อย จากนั้น ก็จะเป็นการเติมสารตัวเร่งปฏิกิริยาลงไป โดยการควบคุมสภาวะของปฏิกิริยาขวดแก้วก้นกลม เช่น อุณหภูมิให้เหมาะสมกับสภาพของปฏิกิริยานั้นๆ และทำปฏิกิริยาไปตามเวลาที่กำหนดจน สิ้นสุดปฏิกิริยา

วิธีที่ 2 การทำปฏิกิริยาโดยใช้ชุดปฏิกรณ์ท่อทองแดง (Copper Tube Reactor)

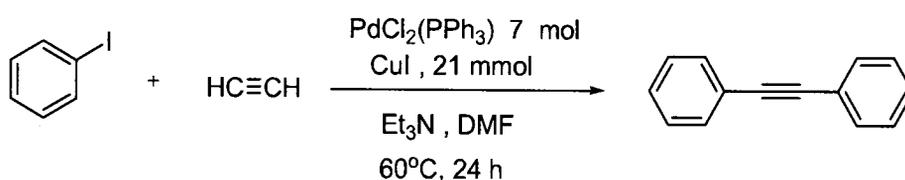
จะพบว่าลักษณะของการทำปฏิกิริยาในชุดปฏิกรณ์ท่อทองแดง จะเป็นการเติมสารตั้งต้น ของปฏิกิริยาลงไปในท่อทองแดงขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.8 เซนติเมตร ภายใต้สภาวะของแก๊ส เฉื่อยจากนั้นก็จะเป็นการเติมสารตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการควบคุมสภาวะของปฏิกิริยาในชุดการ ทดลองนี้ เช่น อุณหภูมิให้พอดีกับสภาพของปฏิกิริยานั้นๆ และทำปฏิกิริยาไปตามเวลาที่ กำหนดจนสิ้นสุดปฏิกิริยา ดังภาพ 29



ภาพ 29 การติดตั้งอุปกรณ์ในการทำปฏิกิริยาในชุดปฏิกิริยาในท่อทองแดง

การหาสภาวะที่เหมาะสมของการเกิดปฏิกิริยาเคมี

1. การสังเคราะห์ไดฟีนิลอะเซทิลีน โดยใช้ไอโอดобенซินเป็นสารตั้งต้นและใช้ไดคลอโรบิสไตรฟีนิลฟอสฟินแพลเลเดียม (II) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



ภาพ 30 การสังเคราะห์ไดฟีนิลอะเซทิลีน โดยใช้ไอโอดобенซินเป็นสารตั้งต้น และใช้ไดคลอโรบิสไตรฟีนิลฟอสฟินแพลเลเดียม (II) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

#### ขบวนการสังเคราะห์

1.1 ใส่สารละลายไอโอดобенซิน 1.0202 กรัม ในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 20 มิลลิลิตร ลงในขวดแก้วก้นกลมแบบ 2 คอ

1.2 เติมสารไดคลอโรบิสไตรฟีนิลฟอสฟินแพลเลเดียม (II) 7 มิลลิโมล 0.0490 กรัม และคอปเปอร์ (I) ไอโอดัด 14 มิลลิโมล 0.0260 กรัม

1.3 เติมสารไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 3.75 มิลลิลิตร และไตรเอทิลลามีน 1.25 มิลลิลิตร

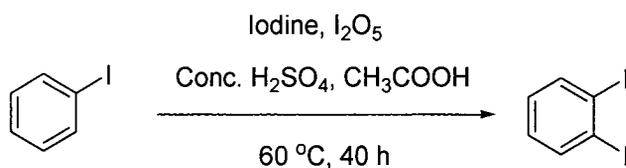
1.4 ทำการไล่แก๊สด้วยแก๊สอะเซทิลีนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์ (5 ลิตร)

1.5 ทำปฏิกิริยากันภายใต้บรรยากาศของแก๊สอะเซทิลีน ซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์

- 1.6 ตั้งปฏิกิริยาทิ้งไว้  $60^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 24 ชั่วโมงเมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาแล้วนำไปทำการสกัดต่อ
- 1.7 หยดปฏิกิริยาด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์อิ่มตัว 30 มิลลิลิตรลงในขวดทดลอง
- 1.8 นำสารละลายในขวดแก้วก้นกลมใส่ลงในกรวยแยกแล้วสกัดด้วยเอทิลอะซีเตต 30 มิลลิลิตร 3 ครั้ง หลังจากนั้นให้ล้างชั้นสารละลายอินทรีย์ด้วยน้ำ 3 ครั้ง
- 1.9 นำชั้นสารละลายอินทรีย์มาทำให้แห้งโดยปราศจากน้ำ โดยเติมแมกนีเซียมซัลเฟต ประมาณ 5 กรัม
- 1.10 ระเหยตัวทำละลายด้วยการระเหยแบบลดความดัน โดยใช้เครื่องระเหย
- 1.11 นำส่วนสารอินทรีย์ที่เหลือมาผ่านคอลัมน์ของอลูมินา โดยใช้เฮกเซนกับไดคลอโรมีเทนที่บริสุทธิ์เป็นตัวชะ จะได้สารละลายสีเหลืองแล้วนำไประเหยจนตัวทำละลายระเหยไปหมด จะได้สารผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลืองต่อจากนั้นให้นำไปอบจนแห้งแล้วชั่งน้ำหนัก
- 1.12 นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์โดยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีของซิลิกาเจล 60 และใช้สารเฮกเซนและไดคลอโรมีเทนบริสุทธิ์อัตราส่วน 85 : 15 เป็นตัวชะ
- 1.13 เก็บสารผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็งสีน้ำตาลนี้ไว้ และนำมาทำให้บริสุทธิ์มากขึ้น โดยกระบวนการตกผลึก โดยใช้ระบบเฮกเซน : ไดคลอโรมีเทน ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ที่บริสุทธิ์ (m.p.  $68^{\circ}\text{C} - 70^{\circ}\text{C}$ ) เป็นผลึกสีขาว (216.8 มิลลิกรัม, ผลได้ร้อยละ 54)

### การเตรียมสารตั้งต้น

#### 1. การสังเคราะห์ออร์โธ-ไดไอโอดобенซินจากไอโอดобенซิน



ภาพ 31 การสังเคราะห์ออร์โธ-ไดไอโอดобенซินจากไอโอดобенซิน

#### ขบวนการสังเคราะห์

- 1.1 เตรียมขวดแก้วก้นกลมแบบ 3 คอ และแท่งแม่เหล็กที่อบจนแห้ง
- 1.2 เติมกรดอะซิติก 25 มิลลิลิตรลงในขวดแก้วก้นกลมแบบ 3 คอ

1.3 เติมไอโอดีน 5.5 กรัม (0.022 โมล) ไอโอดีนเพนทอกไซด์ 7.34 กรัม (0.022 โมล) และกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 60 ไมโครลิตร

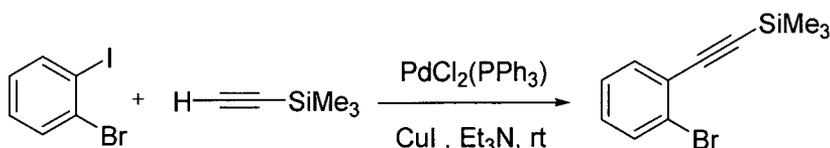
1.4 นำไปให้ความร้อนให้มีอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส พร้อมกับคนด้วยความเร็วคงที่

1.5 เมื่อมีอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ให้เติมไอโอดобенซีน 11.22 กรัม (0.055 โมล) ลงไป พร้อมทั้งให้ความร้อนและคนต่อไปเป็นเวลา 36 ชั่วโมง

1.6 เมื่อสีแดงของไอโอดีนจางลงจึงหยุดให้ความร้อน แล้วทำให้เย็นลง

1.7 เติมน้ำกลั่นลงไปเพื่อละลายไอโอดีนเพนทอกไซด์ ซึ่งออร์โธ-ไดไอโอดобенซีน และ ไอโอดобенซีนจะแยกอยู่ในชั้นสารละลายที่มีลักษณะเป็นน้ำมัน ส่วน 1,4-ไดไอโอดобенซีน จะมีลักษณะเป็นของแข็ง ซึ่งสามารถละลายได้ในเอทานอล

2. การสังเคราะห์ 2-โบรมอ-1-ไตรเมทิลซิลิลเอไทนิลเบนซีนจาก 2-โบรมอ-1-ไอโอดобенซีน



ภาพ 32 การสังเคราะห์ 2-โบรมอ-1-ไตรเมทิลซิลิลเอไทนิลเบนซีน จาก 2-โบรมอ-1-ไอโอดобенซีน

#### ขบวนการสังเคราะห์

2.1 เตรียมขวดแก้วกันกลมแบบ 2 คอ และแท่งแม่เหล็กที่อบจนแห้ง

2.2 เตรียมสาร 2-โบรมอ-1-ไอโอดобенซีน 5.66 กรัม (20 มิลลิโมล) และเติม ไตรเมทิลซิลิลอะเซทิลีน 2.75 กรัม (26 มิลลิโมล)

2.3 เติมไตรเอทิลลามีนบริสุทธิ์ 40 มิลลิลิตร ลงไปในขวดแก้วกันกลม

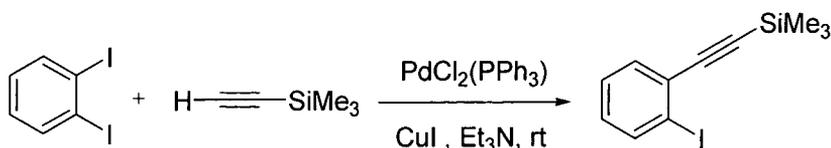
2.4 นำสารละลายไปทำให้เย็นในอ่างน้ำแข็ง โดยมีถุงโพลีเมอร์ที่บรรจุแก๊ส ไนโตรเจนเชื่อมต่อ

2.5 ปลดปล่อยแก๊สเข้า-ออก 3 ครั้ง

2.6 เติมโคบอลทโรบิสไตรีนฟอสฟีนแพลเลเดียม (II) 0.7019 กรัม (1 มิลลิโมล) กับคอปเปอร์ (I) ไอโอดไซด์ 0.0952 กรัม (0.5 มิลลิโมล) นำสารละลายที่ได้แยกแก๊สออก และทำให้อุ่นขึ้นจนถึงอุณหภูมิห้อง พร้อมกับคนที่มีอุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ภายใต้แก๊ส ไนโตรเจน

2.7 สารอินทรีย์ที่ได้นำไประเหยโดยการลดความดัน ส่วนที่เหลือนำไปผ่านคอลัมน์ที่บรรจุอลูมินา โดยใช้เฮกเซนเป็นตัวชะสารจะได้สารของเหลวสีเหลือง ผลิตภัณฑ์ที่ได้ถูกทำให้บริสุทธิ์มากขึ้น โดยกระบวนการกลั่นแบบลดความดัน (132 °C-136 °C) ที่ความดัน 16 มิลลิเมตรปรอท ซึ่งจะได้สารผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลวสีเหลือง (4.46 กรัม, ผลได้ร้อยละ 88)

3. การสังเคราะห์ 2-ไอโอดो-1-ไตรเมทิลซิลิลเอทโรนิลเบนซีนจากออร์โธ-ไดไอโอดอเบนซีน



ภาพ 33 การสังเคราะห์ 2-ไอโอดอ-1-ไตรเมทิลซิลิลเอทโรนิลเบนซีน จากออร์โธ-ไดไอโอดอเบนซีน

#### ขบวนการสังเคราะห์

3.1 ใส่สารละลายออร์โธ-ไดไอโอดอเบนซีน 6.60 กรัม (1 มิลลิโมล) และไตรเมทิลซิลิลอะเซทิลีน 0.1375 กรัม (1.4 มิลลิโมล)

3.2 เติมไตรเอทิลลามีนบริสุทธิ์ 10 มิลลิลิตร และไดคลอโรบิส(ไตรฟีนิลฟอสฟีน) แพลเลเดียม (II) 79 มิลลิกรัม (0.1 มิลลิโมล)

3.3 เติมคอปเปอร์ (I) ไอโอดอ 9.5 มิลลิกรัม (0.05 มิลลิโมล)

3.4 คนสารละลายตลอดเวลาด้วยแท่งกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน

3.5 หยุดปฏิกิริยาด้วยการเติมสารละลายอิมิตัวของแอมโมเนียมคลอไรด์ 30 มิลลิลิตร ลงในขวดปฏิกิริยา

3.6 นำสารละลายในขวดแก้วก้นกลมใส่ลงในกรวยแยกแล้วสกัดด้วยเอทิลอะซีเตต 30 มิลลิลิตร 3 ครั้งหลังจากนั้นให้ล้างชั้นสารละลายอินทรีย์ด้วยน้ำ 3 ครั้ง

3.7 นำชั้นสารละลายอินทรีย์มาทำให้แห้ง โดยเติมสารแมกนีเซียมซัลเฟตลงไปประมาณ 5 กรัม

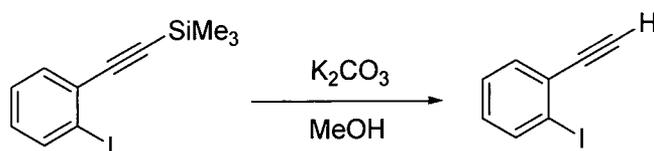
3.8 ระเหยตัวทำละลายด้วยการระเหย โดยใช้เครื่องระเหยแบบลดความดัน

3.9 นำส่วนที่เหลือมาผ่านคอลัมน์ของอลูมินา โดยใช้เฮกเซนบริสุทธิ์เป็นตัวชะจะได้สารละลายสีเหลือง

3.10 นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์ โดยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีของซิลิกาเจล 60 และใช้เฮกเซนบริสุทธิ์เป็นตัวชะ

3.11 เก็บสารผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลวสีเหลืองนี้ไว้และนำมาทำให้บริสุทธิ์มากขึ้น โดยกระบวนการกลั่นแบบลดความดัน ( $72^{\circ}\text{C} - 72^{\circ}\text{C}$ ) 5 มิลลิเมตรปรอท ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ที่บริสุทธิ์เป็นของเหลวสีเหลือง (0.21 กรัม, ผลได้ร้อยละ 82)

#### 4. การสังเคราะห์ 1-เอไธนิล-2-ไอโอดobenซีนจาก 2-ไอโอดो-1-ไตรเมทิลซิลิลเอไธนิลเบนซีน



ภาพ 34 การสังเคราะห์ 1-เอไธนิล-2-ไอโอดobenซีน  
จาก 2-ไอโอดอ-1-ไตรเมทิลซิลิลเอไธนิลเบนซีน

#### ขบวนการสังเคราะห์

4.1 เตรียมขวดแก้วกันกลมแบบ 2 คอ ขนาด 50 มิลลิลิตร และแห้งแม่เหล็กที่อบจนแห้งแล้ว

4.2 ใส่สารละลาย 2-ไอโอดอ-1-ไตรเมทิลซิลิลเอไธนิลเบนซีน 0.90 กรัม (3 มิลลิโมล)

4.3 เติมเมทานอลบริสุทธิ์ 10 มิลลิลิตร และโพแทสเซียมคาร์บอเนต 70 มิลลิกรัม

4.4 คนสารละลายตลอดเวลาด้วยแท่งกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาทีภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน

4.5 หยุดปฏิกิริยาด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์อิ่มตัว 30 มิลลิลิตรลงในขวดทดลอง

4.6 นำสารละลายในขวดแก้วกันกลมใส่ลงในกรวยแยกแล้วสกัดด้วยเอทิลอะซีเตต 30 มิลลิลิตร 3 ครั้ง หลังจากนั้นให้ล้างชั้นสารละลายอินทรีย์ด้วยน้ำ 3 ครั้ง

4.7 นำชิ้นสารละลายสารอินทรีย์มาทำให้แห้ง โดยเติมสารแมกนีเซียมประมาณ 5 กรัม

4.8 ระเหยตัวทำละลายด้วยการระเหยแบบลดความดัน

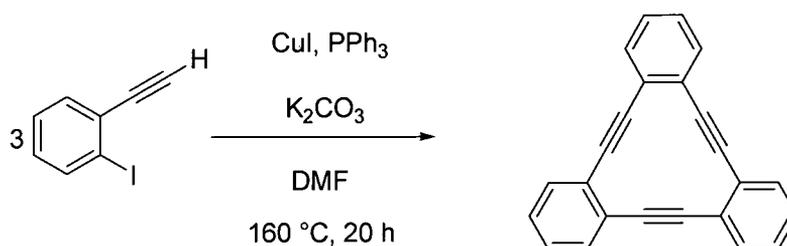
4.9 นำส่วนที่เหลือมาผ่านคอลัมน์ของอลูมินาใช้เฮกเซนบริสุทธิ์เป็นตัวชะ จะได้สารละลายสีน้ำตาลแดง

4.10 นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์ โดยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีของซิลิกาเจล 60 และใช้เฮกเซนบริสุทธิ์เป็นตัวชะ

4.11 เก็บสารผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลวสีน้ำตาลแดงนี้ไว้ และนำมาทำให้บริสุทธิ์มากขึ้น โดยกระบวนการกลั่นแบบลดความดัน ( $86^{\circ}\text{C} - 89^{\circ}\text{C}$ ) 5 มิลลิเมตรปรอท ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ที่บริสุทธิ์เป็นของเหลวของเหลวสีน้ำตาลแดง (0.52 กรัม, ผลได้ร้อยละ 74)

**การทำปฏิกิริยาไตรเมอไรเซชันในชุดปฏิกรณ์ทองแดง โดยการให้ความร้อนและใช้สารประกอบเกลือของทองแดงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา**

1. การสังเคราะห์ไตรเบนไซลเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน โดยใช้ Copper-mediated Aryl-alkynyl coupling



ภาพ 35 การสังเคราะห์ไตรเบนไซลเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน โดยใช้ Copper-mediated Aryl-alkynyl coupling

#### ขบวนการสังเคราะห์

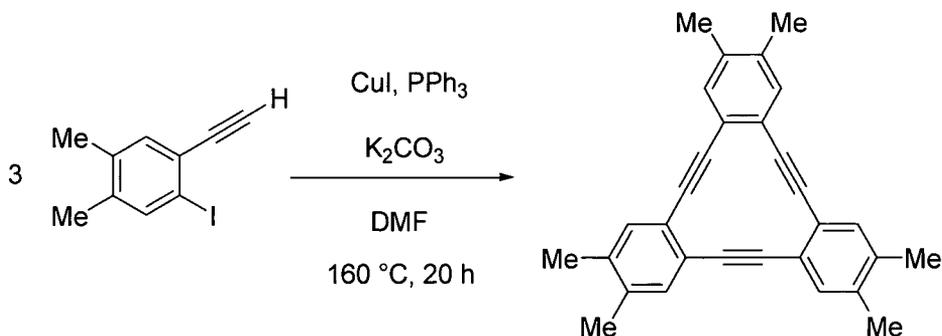
1.1 ใส่สารละลาย 1-เอทโรนิล-2-ไอโอดobenซีน 3.0 มิลลิโมล ลงในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 10.0 มิลลิลิตร แล้วใส่ลงในท่อปฏิกรณ์ทองแดง

1.2 เติมสารไตรฟีนิลฟอสฟีน 30 มิลลิโมล และสารคอปเปอร์ (I) ไอโอดด์ 10 มิลลิโมล

1.3 เติมสารโพแทสเซียมคาร์บอเนต 7 มิลลิโมล

- 1.4 ทำการไล่แก๊สด้วยแก๊สไนโตรเจนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์ที่บรรจุแก๊สไนโตรเจน
- 1.5 ทำปฏิกิริยากันภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน ซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์
- 1.6 ตั้งปฏิกิริยาไว้ที่ 60 – 120 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงเมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาแล้วนำไปสกัดต่อ
- 1.7 หยุดปฏิกิริยาด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์อิ่มตัว 30 มิลลิลิตรลงในขวดทดลอง
- 1.8 นำสารละลายในขวดแก้วก้นกลมใส่ในกรวยแยกแล้วสกัดด้วยเอทิลอะซิเตต ปริมาตร 30 มิลลิลิตร 3 ครั้งหลังจากนั้นให้ล้างชั้นสารละลายอินทรีย์ด้วยน้ำ 3 ครั้ง
- 1.9 นำชั้นสารละลายอินทรีย์มาทำให้แห้ง โดยเติมแมกนีเซียมซัลเฟต ประมาณ 5 กรัม
- 1.10 ระเหยตัวทำละลายด้วยการระเหยแบบลดความดัน
- 1.11 นำส่วนสารอินทรีย์ที่เหลือมาผ่านคอลัมน์ของอลูมินา โดยใช้เฮกเซนบริสุทธิ์ กับไดคลอโรมีเทนบริสุทธิ์เป็นตัวชะจะได้สารละลายสีเหลืองแล้วนำไประเหยแบบลดความดันจนตัวทำละลายระเหยไปหมด จะได้สารผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลือง ต่อจากนั้นให้นำไปอบให้แห้งแล้วชั่งน้ำหนัก
- 1.12 นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์ โดยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีของซิลิกาเจล 60 ใช้เฮกเซนและไดคลอโรมีเทนอัตราส่วน 80 : 20 เป็นตัวชะ
- 1.13 เก็บสารผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็งสีเหลืองนี้ไว้และนำมาทำให้บริสุทธิ์มากขึ้น โดยกระบวนการตกผลึกโดยใช้ระบบเฮกเซน : ไดคลอโรมีเทน ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ที่บริสุทธิ์ (m.p. 209 °C - 210 °C) เป็นผลึกสีเหลือง (ผลได้ร้อยละ 56)

2. การสังเคราะห์เฮกซะเมทิลไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน โดยใช้ Copper-mediated Aryl-alkynyl coupling



ภาพ 36 การสังเคราะห์เฮกซะเมทิลไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน โดยใช้ Copper-mediated Aryl – alkynyl coupling

ขบวนการสังเคราะห์

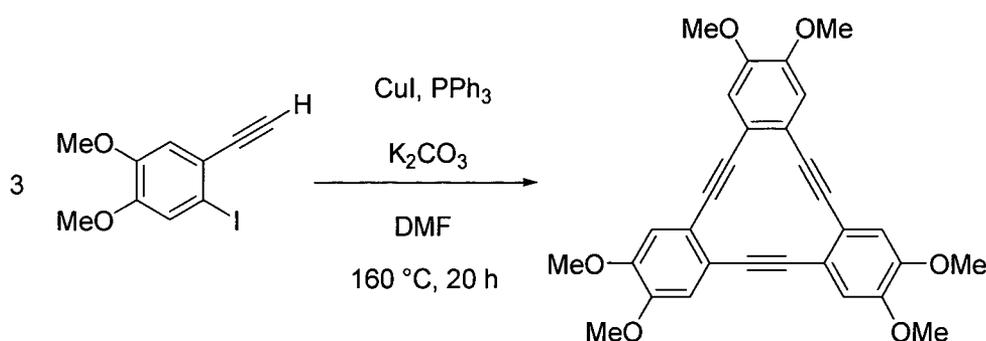
- 2.1 ใส่สารละลาย 1-เอทไธนิล-2-ไอโอดอ-4,5-ไดเมทิลเบนซีน 3.0 มิลลิโมลลงใน ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 10.0 มิลลิลิตร แล้วใส่ลงในท่อปฏิกรณ์ทองแดง
- 2.2 เติมสารไตรฟีนิลฟอสฟีน 30 มิลลิโมล และสารคอปเปอร์ (I) ไอโอดอ 10 มิลลิโมล
- 2.3 เติมสารโพแทสเซียมคาร์บอเนต 7 มิลลิโมล 0.0200 กรัม
- 2.4 ทำการไล่แก๊สด้วยแก๊สไนโตรเจนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์ที่บรรจุแก๊สไนโตรเจน
- 2.5 ทำปฏิกิริยากันภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์
- 2.6 ตั้งปฏิกิริยาไว้ที่ 60 - 160 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมงเมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาแล้วนำไปสกัดต่อ
- 2.7 หยุดปฏิกิริยาด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์อิ่มตัว 30 มิลลิลิตร ลงไปในขวดทดลอง
- 2.8 นำสารละลายในขวดทดลองใส่ลงในกรวยแยกแล้วสกัดด้วยเอทิลอะซิเตต ปริมาตร 30 มิลลิลิตร 3 ครั้ง หลังจากนั้นให้ล้างชั้นสารละลายอินทรีย์ด้วยน้ำ 3 ครั้ง
- 2.9 นำชั้นสารละลายอินทรีย์มาทำให้แห้ง โดยเติมสารแมกนีเซียมซัลเฟตประมาณ 5 กรัม
- 2.10 ระเหยตัวทำละลายด้วยการระเหยโดยการลดความดัน

2.11 นำส่วนสารอินทรีย์ที่เหลือมาผ่านคอลัมน์ของอลูมินาโดยใช้เฮกเซนกับ ไดคลอโรมีเทนบริสุทธิ์เป็นตัวชะจะได้สารละลายสีเหลืองแล้วนำไประเหยโดยการลดความดันจน ตัวทำละลายระเหยไปหมดจะได้สารผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลือง ต่อกจากนั้นให้นำไปอบจนแห้ง แล้วชั่งน้ำหนัก

2.12 นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์ โดยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีของซิลิกาเจล 60 ใช้สารเฮกเซนและไดคลอโรมีเทนอัตราส่วน 80:20 เป็นตัวชะ

2.13 เก็บสารผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็งสีเหลืองนี้ไว้และนำมาทำให้บริสุทธิ์มากขึ้น โดยกระบวนการตกผลึกโดยใช้ระบบเฮกเซน: ไดคลอโรมีเทนซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ที่บริสุทธิ์เป็นผลึก สีเหลือง (ผลได้ร้อยละ 18)

3. การสังเคราะห์เฮกซะเมทอกซีไตรเบนโซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน โดยใช้ Copper-mediated Aryl-alkynyl coupling



ภาพ 37 การสังเคราะห์เฮกซะเมทอกซีไตรเบนโซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน โดยใช้ Copper-mediated Aryl-alkynyl coupling

#### ขบวนการสังเคราะห์

3.1 ใส่สารละลาย 1-เอทไธนิล-2-ไอโอดอ-4,5-ไดเมทอกซีเบนซีน 3.0 มิลลิโมล ลงในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 10.0 มิลลิลิตร แล้วใส่ลงในท่อปฏิกรณ์ทองแดง

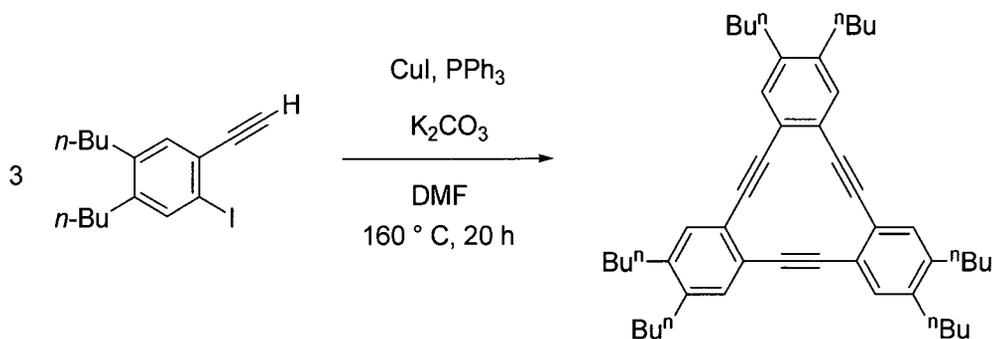
3.2 เติมสารไตรฟีนิลฟอสฟีน 30 มิลลิโมล และสารคอปเปอร์ (I) ไอโอดอได์ 10 มิลลิโมล

3.3 เติมสารโพแทสเซียมคาร์บอเนต 7 มิลลิโมล 0.0200 กรัม

3.4 ทำการไล่แก๊สด้วยแก๊สไนโตรเจนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์ที่บรรจุแก๊ส ไนโตรเจน

- 3.5 ทำปฏิกิริยากันภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน ซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์
- 3.6 ตั้งปฏิกิริยาไว้ที่ 60 - 160 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมงเมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาแล้วนำไปสกัดต่อ
- 3.7 หยุดปฏิกิริยาด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์อิ่มตัว 30 มิลลิลิตร ลงไปในขวดทดลอง
- 3.8 นำสารละลายในขวดทดลอง ใส่ลงในกรวยแยกแล้วสกัดด้วยเอทิลอะซีเตต ปริมาตร 30 มิลลิลิตร 3 ครั้ง หลังจากนั้นให้ล้างชั้นสารละลายอินทรีย์ด้วยน้ำ 3 ครั้ง
- 3.9 นำชั้นสารละลายอินทรีย์มาทำให้แห้ง โดยเติมสารแมกนีเซียมซัลเฟต ประมาณ 5 กรัม
- 3.10 ระเหยตัวทำละลายด้วยการระเหยโดยการลดความดัน
- 3.11 นำส่วนสารอินทรีย์ที่เหลือมาผ่านคอลัมน์ของอลูมินา โดยใช้สารเฮกเซนกับ ไดคลอโรมีเทนบริสุทธิ์เป็นตัวชะ จะได้สารละลายสีเหลืองแล้วนำไประเหยจนตัวทำละลายระเหยไปหมด จะได้สารผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลืองต่อจากนั้นให้นำไปอบจนแห้งแล้วชั่งน้ำหนัก
- 3.12 นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์ โดยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีของซิลิกาเจล 60 ใช้สารเฮกเซน และไดคลอโรมีเทนอัตราส่วน 80 : 20 เป็นตัวชะ
- 3.13 เก็บสารผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็งสีเหลืองนี้ไว้และนำมาทำให้บริสุทธิ์มากขึ้น โดยกระบวนการตกผลึกโดยใช้ระบบเฮกเซน : ไตรคลอโรมีเทน ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ที่บริสุทธิ์เป็นผลึกสีส้มเหลือง (ผลได้ร้อยละ 16)

4. การสังเคราะห์เฮกซะบิวทิลไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน โดยใช้  
Copper-mediated Aryl-alkynyl coupling



ภาพ 38 การสังเคราะห์เฮกซะบิวทิลไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน  
โดยใช้ Copper-mediated Aryl-alkynyl coupling

ขบวนการสังเคราะห์

- 4.1 ใส่สารละลาย 1-เอทิล-2-ไอโอดอ-4,5-ไดบิวทิลเบนซีน 3.0 มิลลิโมลลงในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 10.0 มิลลิลิตร แล้วใส่ลงในท่อปฏิกรณ์ทองแดง
- 4.2 เติมสารไตรฟีนิลฟอสฟีน 30 มิลลิโมล และสารคอปเปอร์ (I) ไอโอดอได์ 10 มิลลิโมล
- 4.3 เติมสารโพแทสเซียมคาร์บอเนต 7 มิลลิโมล 0.0200 กรัม
- 4.4 ทำการไล่แก๊สด้วยแก๊สไนโตรเจนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์ที่บรรจุแก๊สไนโตรเจน
- 4.5 ทำปฏิกิริยากันภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์
- 4.6 ตั้งปฏิกิริยาไว้ที่ 60 - 160°C เป็นเวลา 20 ชั่วโมงเมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาแล้วนำไปสกัดต่อ
- 4.7 หยุดปฏิกิริยาด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์อิ่มตัว 30 มิลลิลิตรลงไปในช่วงทดลอง
- 4.8 นำสารละลายในช่วงทดลองใส่ลงในกรวยแยกแล้วสกัดด้วยเอทิลอะซิเตต ปริมาตร 30 มิลลิลิตร 3 ครั้ง หลังจากนั้นให้ล้างชั้นสารละลายอินทรีย์ด้วยน้ำ 3 ครั้ง
- 4.9 นำชั้นสารละลายอินทรีย์มาทำให้แห้ง โดยเติมสารแมกนีเซียมซัลเฟต ประมาณ 5 กรัม
- 4.10 ระเหยตัวทำละลายด้วยการระเหยโดยการลดความดัน

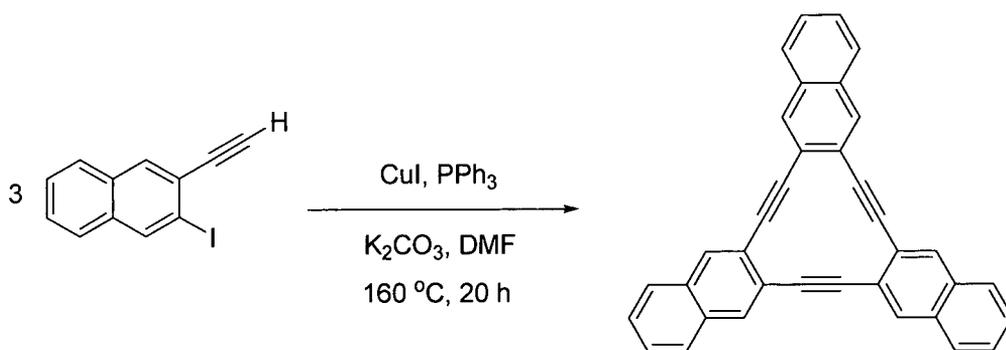
4.11 นำส่วนสารอินทรีย์ที่เหลือมาผ่านคอลัมน์ของอลูมินาโดยใช้เฮกเซนกับ ไดคลอ โรมีเทนบริสุทธิ์เป็นตัวชะจะได้สารละลายสีเหลืองแล้วนำไประเหยโดยการลดความดันจน ตัวทำละลายระเหยไปหมดจะได้สารผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลืองต่อจากนั้นให้นำไปอบจนแห้ง แล้วชั่งน้ำหนัก

4.12 นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์ โดยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีของซิลิกา เจล 60 ใช้สารเฮกเซนและไดคลอโรมีเทนอัตราส่วน 80:20 เป็นตัวชะ

4.13 เก็บสารผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็งสีเหลืองนี้ไว้และนำมาทำให้บริสุทธิ์มากขึ้น โดยกระบวนการตกผลึกโดยใช้ระบบเฮกเซน: ไตรคลอโรมีเทนซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ที่บริสุทธิ์เป็นผลึก สีเหลือง (ผลได้ร้อยละ 14)

## 5. การสังเคราะห์สารประกอบไตรแนพทาลีนโนเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลีน โดยใช้ Copper-mediated Aryl-alkynyl coupling

การสังเคราะห์สารประกอบไตรแนพทาลีนโนเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลีน สามารถสังเคราะห์โดยใช้ท่อปฏิกรณ์ทองแดงและอาศัยปฏิกิริยา Cyclotrimerization ของสารประกอบ ออร์โธ-ไอโอดิเอทโรนิลแนพทาลีน ที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น Copper iodide ที่ทำปฏิกิริยาร่วมกับ Triphenylphosphine (PPh<sub>3</sub>) (ปฏิกิริยาแสดงดังภาพ 28) ซึ่งสภาวะในการสังเคราะห์สารประกอบ สรุปลังตาราง 2



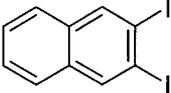
ภาพ 39 การสังเคราะห์ไตรแนพทาลีนโนเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลีน โดยใช้ Copper-mediated Aryl – alkynyl coupling

### ขบวนการสังเคราะห์

- 3.1 ใส่สาร 2,3-ไดไฮโดรโตนแพทาลีน 0.3800 กรัม ในตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ลงในปฏิกรณ์ในท่อทองแดง
- 3.2 ทำการไล่แก๊สด้วยแก๊สไนโตรเจนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์ที่บรรจุแก๊สไนโตรเจน
- 3.3 เติมไตรฟีนิลฟอสฟีน 0.5245 กรัม และคอปเปอร์(I) ไฮไดรด์ 14 มิลลิโมล 0.0200 กรัม
- 3.4 เติมไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 3.75 มิลลิลิตร และไตรเอทิลลามีน 1.25 มิลลิลิตร
- 3.5 ทำการไล่แก๊สด้วยแก๊สอะเซทิลีนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์ที่บรรจุแก๊สอะเซทิลีน
- 3.6 ทำปฏิกิริยากันภายใต้บรรยากาศของแก๊สอะเซทิลีนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์ที่บรรจุแก๊สแก๊สอะเซทิลีน
- 3.7 ตั้งปฏิกิริยาไว้ที่ 160 °C (ชุดที่ 1,3) เป็นเวลา 20 ชั่วโมงเมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาแล้วนำไปสกัดต่อ
- 3.8 หยุดปฏิกิริยาด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์อิ่มตัว 30 มิลลิลิตรลงในขวดทดลอง
- 3.9 นำสารละลายในขวดทดลองมาถ่ายใส่ในกรวยแยกแล้วสกัดด้วยเอทิลอะซีเตต 30 มิลลิลิตร 3 ครั้ง หลังจากนั้นให้ล้างชั้นสารละลายอินทรีย์ด้วยน้ำ 3 ครั้ง
- 3.10 นำชั้นสารละลายอินทรีย์มาทำให้แห้ง โดยเติมสารแมกนีเซียมซัลเฟต ประมาณ 5 กรัม
- 3.11 ระเหยตัวทำละลายด้วยการระเหยแบบลดความดัน โดยใช้เครื่องกลั่นแบบลดความดัน
- 3.12 นำส่วนสารอินทรีย์ที่เหลือมาผ่านคอลัมน์ของอลูมินา โดยใช้เฮกเซนกับไดคลอโรมีเทนบริสุทธิ์เป็นตัวชะจะได้สารละลายสีเหลืองแล้วนำไประเหยจนตัวทำละลายระเหยไปหมด จะได้สารผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลือง ต่อจากนั้นให้นำไปอบจนแห้งแล้วชั่งน้ำหนัก
- 3.13 นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์ โดยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีของซิลิกาเจล 60 ใช้สารเฮกเซนและไดคลอโรมีเทนอัตราส่วน 80 : 20 เป็นตัวชะ
- 3.14 เก็บสารผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็งสีเหลืองนี้ไว้และนำมาทำให้บริสุทธิ์มากขึ้นโดยการตกผลึกโดยใช้ระบบเฮกเซน : ไตรคลอโรมีเทน ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ไตรเนพทาลีนโนเฮกเซตดี

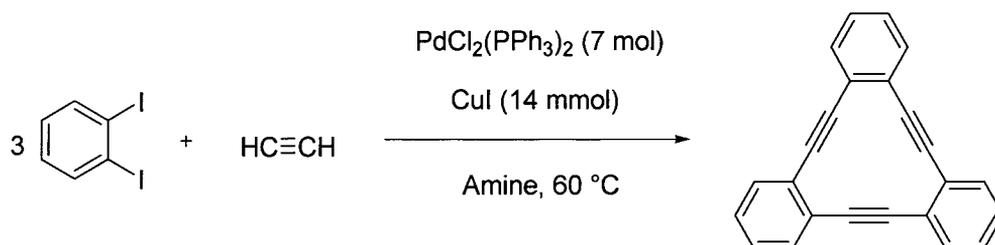
ไฮโดร[12]แอนนูลินที่บริสุทธิ์ (m.p. > 250°C) เป็นผลึกสีขาว (297.08 มิลลิกรัม, ผลผลิตที่ได้ร้อยละ 22)

ตาราง 2 สภาวะในการสังเคราะห์สารประกอบไตรแนพทาลินโนเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน

Run	 (mmol)	CuI (mmol)	PPh <sub>3</sub> (mmol)	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (mmol)	DMF (mmol)	Time (h)	Temp. (°C)
1	3.0	0.15	0.15	1.5	10.0	20	160

การทำปฏิกิริยาโพลิโกเมอไรเซชัน โดยการให้ความร้อนและใช้สารประกอบของแพลเลเดียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

1. การสังเคราะห์ไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน โดยใช้แพลเลเดียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



ภาพ 40 การสังเคราะห์ไตรเบนไซเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลิน โดยใช้แพลเลเดียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

#### ขบวนการสังเคราะห์

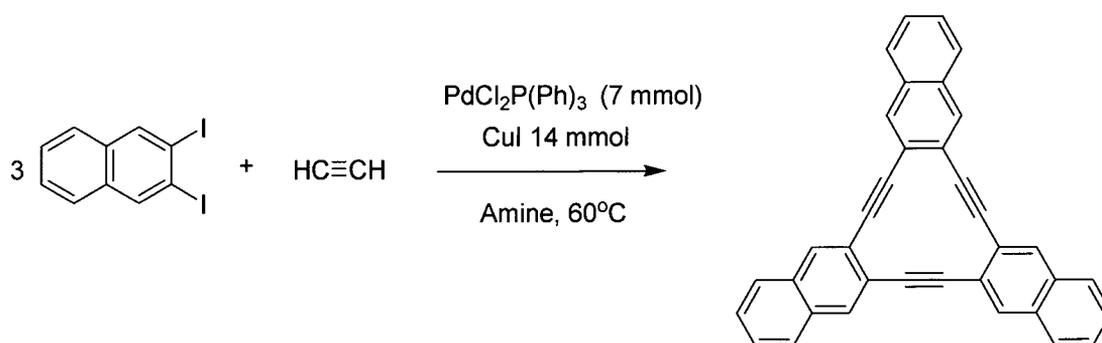
1.1 ใส่สารละลายออร์โธ-ไดไฮโดเบนซีน 0.132 กรัม ในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ลงในขวดแก้วกันกลมแบบ 2 คอ

1.2 เติมไดคลอโรบิสไตรีนิลฟอสฟีนแพลเลเดียม (ii) 7 มิลลิโมล คอปเปอร์ (i) ไฮไดรด์ 14 มิลลิโมล 2.67 กรัม

1.3 เติมไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 3.75 มิลลิลิตร และไตรเอทิลลามีน 1.25 มิลลิลิตร

- 1.4 ทำการไล่แก๊สด้วยแก๊สอะเซทิลีนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์
- 1.5 ทำปฏิกิริยากันภายใต้บรรยากาศของแก๊สอะเซทิลีนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์
- 1.6 ตั้งปฏิกิริยาทิ้งไว้ 40 - 60 °C เป็นเวลา 22 ชั่วโมงเมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาแล้วนำไปทำการสกัดต่อ
  - 1.7 หยุดปฏิกิริยาด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์อิ่มตัว 30 มิลลิลิตรลงในขวดทดลอง
  - 1.8 นำสารละลายในขวดแก้วก้นกลมใส่ลงในกรวยแยกแล้วสกัดด้วยเอทิลอะซิเตต 30 มิลลิลิตร 3 ครั้ง หลังจากนั้นให้ล้างชั้นสารละลายอินทรีย์ด้วยน้ำ 3 ครั้ง
  - 1.9 นำชั้นสารละลายอินทรีย์มาทำให้แห้ง โดยเติมสารแมกนีเซียมซัลเฟต ประมาณ 5 กรัม
  - 1.10 ระเหยตัวทำละลายด้วยการระเหยแบบลดความดัน
  - 1.11 นำส่วนสารอินทรีย์ที่เหลือมาผ่านคอลัมน์ของอลูมินา โดยใช้เฮกเซนกับไดคลอโรมีเทนบริสุทธิ์เป็นตัวชะจะได้สารละลายสีเหลือง แล้วนำไประเหยจนตัวทำละลายระเหยไปหมดจะได้สารผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลืองต่อจากนั้นให้นำไปอบจนแห้งแล้วชั่งน้ำหนัก
  - 1.12 นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์ โดยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีของซิลิกาเจล 60 ใช้เฮกเซนและไดคลอโรมีเทน อัตราส่วน 70 : 30 เป็นตัวชะ
  - 1.13 เก็บสารผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็งสีน้ำตาลนี้ไว้ และนำมาทำให้บริสุทธิ์มากขึ้นโดยกระบวนการตกผลึก โดยใช้ระบบเฮกเซน: ไตรคลอโรมีเทน ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ที่บริสุทธิ์ (m.p. >250 °C) เป็นผลึกสีน้ำตาลอ่อน (117.8 มิลลิกรัม, ผลได้ร้อยละ 37)

2. การสังเคราะห์ไตรแนพทาลีนโนเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลีน โดยใช้แพลเลเดียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



ภาพ 41 การสังเคราะห์ไตรแนพทาลีนโนเฮกซะดีไฮโดร[12]แอนนูลีน โดยใช้แพลเลเดียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

**ขบวนการสังเคราะห์**

- 2.1 ใส่สารละลาย 2,3-ไดไอโอดีนแนพทาลีน 379.96 กรัม ในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ลงในขวดแก้วกันกลมแบบ 2 คอ
- 2.2 เติมไดคัลโคโรบิสไตรีนฟอสฟีนแพลเลเดียม (II) 7 มิลลิโมล คอปเปอร์ (I) ไอโอไดด์ 14 มิลลิโมล 2.67 กรัม
- 2.3 เติมไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 3.75 มิลลิลิตรและไตรเอทิลลามีน 1.25 มิลลิลิตร ชุด 1,2 (ชุดที่ 3 ใส่เมอร์โฟลีน)
- 2.4 ทำการไล่แก๊สด้วยแก๊สอะเซทิลีนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์ที่บรรจุแก๊สอะเซทิลีน
- 2.5 ทำปฏิกิริยากันภายใต้บรรยากาศของแก๊สอะเซทิลีนซึ่งบรรจุอยู่ในถุงโพลีเมอร์ที่บรรจุแก๊สแก๊สอะเซทิลีน
- 2.6 ตั้งปฏิกิริยาไว้ที่ 80 – 120 °C (ชุดที่ 1,3) เป็นเวลา 24 ชั่วโมงเมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาแล้วนำไปสกัดต่อ
- 2.7 หยุดปฏิกิริยาด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์อิ่มตัว 30 มิลลิลิตร ลงในขวดทดลอง
- 2.8 นำสารละลายในขวดทดลองมาถ่ายใส่ในกรวยแยกแล้วสกัดด้วยเอทิลอะซีเตต 30 มิลลิลิตร 3 ครั้ง หลังจากนั้นให้ล้างชั้นสารละลายอินทรีย์ด้วยน้ำ 3 ครั้ง

2.9 นำชั้นสารละลายอินทรีย์มาทำให้แห้ง โดยเติมสารแมกนีเซียมซัลเฟต ประมาณ 5 กรัม

2.10 ระเหยตัวทำละลายด้วยการระเหยแบบลดความดัน โดยใช้เครื่องกลั่นแบบลดความดัน

2.11 นำส่วนสารอินทรีย์ที่เหลือมาผ่าคอลัมน์ของอลูมินา โดยใช้เฮกเซนกับไดคลอโรมีเทนบริสุทธิ์เป็นตัวชะจะได้สารละลายสีเหลืองแล้วนำไประเหยจนตัวทำละลายระเหยไปหมด จะได้สารผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลือง ต่อจากนั้นให้นำไปอบจนแห้งแล้วชั่งน้ำหนัก

2.12 นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์ โดยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีของซิลิกาเจล 60 ใช้สารเฮกเซนและไดคลอโรมีเทนอัตราส่วน 80 : 20 เป็นตัวชะ

2.13 เก็บสารผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็งสีเหลืองนี้ไว้และนำมาทำให้บริสุทธิ์มากขึ้น โดยการตกผลึกโดยใช้ระบบเฮกเซน : ไตรคลอโรมีเทน ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ไตรเนพทาลินโนเฮกเซดีไฮโดร[12]แอนนูลินที่บริสุทธิ์ (m.p. > 250°C) เป็นผลึกสีเหลือง (148.54 มิลลิกรัม, ผลได้ร้อยละ 11