

⁵⁾ K. Morita, Bull. Chem. Soc. Japan 32, 227 (1959).

Experimenteller Teil

Schmelzpunkte (unkorrigiert): Kofler-Heiztisch.

Testosteron (2): Zu der auf 0°C gekühlten Lösung von 5 g 4-Androsten-3,17-dion (1) in 150 ml absol. Toluol werden innerhalb von 10 min 31 ml einer 20proz. Lösung von Diisobutylaluminiumhydrid in Toluol getropft. Nach 1 h bei 0°C gibt man 10 ml Aceton und 10 ml 2-Propanol zu, rührt 6 h bei Raumtemp., säuert bei Eiskühlung mit 1 N H₂SO₄ bis pH 2–3 an und verdünnt mit 100 ml Essigsäure-äthylester. Das nach Neutralwaschen mit Wasser und Abdestillieren des Lösungsmittels i. Vak. erhaltene kristalline Rohprodukt wird an Kieselgel mit Hexan/Aceton (0–30%) chromatographiert. Das chromatographisch einheitliche Testosteron (3.93 g, 79%) wird aus Isopropyläther kristallisiert. 3.16 g vom Schmp. 153–155°C (Lit.¹⁾ 154–155°C), $[\alpha]_D^{23} = +108^\circ$ ($c = 0.5$, CHCl₃).

20-Hydroxymethyl-4-pregnen-3-on (5): Die Lösung von 5 g 4 in 100 ml absol. Toluol wird bei 0°C innerhalb von 20 min mit 42.4 ml einer 20proz. Diisobutylaluminiumhydridlösung in Toluol versetzt. Nach einer Reaktionszeit von 3 h bei Eiskühlung gibt man 15 ml Aceton und 15 ml 2-Propanol tropfenweise zu, rührt für 10 h bei Raumtemp., säuert bei Eiskühlung mit 1 N H₂SO₄ bis pH 3 an und arbeitet auf. Aus der Chromatographie an Kieselgel mit Hexan/Aceton (0–30%) werden 3.78 g (82%) dünnsschichteneinheitliches 5 erhalten. Die Kristallisation ergibt 2.96 g, Schmp. 138–141°C (Lit.⁵⁾ 137–138°C).

[555/75]