

## บทที่ 3

## การทดลอง และผลการทดลอง

3.1 เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

## 3.1.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องแมสสเปกโตรมิเตอร์ (Mass Spectrometer) ของบริษัท Jeol, model JMS-DX-300/JMA 2000
2. เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, model 1760X ของบริษัท Perkin Elmer
3. เครื่อง Infrared Spectrophotometer model 781 ของบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา
4. เครื่อง Fourier Transform Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer, model AC-F 200 ของบริษัท Bruker Spectrospin ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
5. เครื่องมือวิเคราะห์หาปริมาณธาตุ คาร์บอน และไฮโดรเจน (elemental Analyser) ของบริษัท Perkin Elmer, model 240 ประเทศสหรัฐอเมริกา
6. เครื่องมือหาจุดหลอมเหลว Fisher Johns Melting Point Apparatus ของบริษัท Fisher Scientific ประเทศสหรัฐอเมริกา

7. เครื่องระเหยสุญญากาศแบบหมุน (rotary vacuum evaporator) ของบริษัท Eyela ประเทศญี่ปุ่น model A-35

8. เครื่องให้ความร้อนพร้อมเครื่องคนด้วยแม่เหล็ก (hot plate with magnetic stirrer) ยี่ห้อ Framo-Geratetechnik, model M21/1

### 3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. สารประกอบดีบุกอินทรีย์ รีเอเจนท์เกรด ได้แก่ bis-(tributyltin) oxide (TBTO) และ dibutyltin oxide ของบริษัท Fluka

2. ตัวทำละลายต่าง ๆ รีเอเจนท์เกรด เช่น hexane, ether, acetone, chloroform, toluene, 1-butanol, ethanol, methanol และ ethyl acetate ของบริษัท Fluka นำไปกลั่นที่อุณหภูมิจุดเดือด แล้วเก็บไว้ในภาชนะที่ปิดสนิท

3. Diethyl ether รีเอเจนท์เกรด ของบริษัท Fluka นำไปรีฟลักซ์กับโลหะโซเดียมเพื่อกำจัดน้ำออก กลั่นก่อนใช้

4. สารตั้งต้น รีเอเจนท์เกรด เช่น acrylonitril, acrylamide, allyl glycidyl ether, vinyl ethyl ether, vinyl butyl ether, cyanuric chloride และ ethylene diamine ของบริษัท Fluka

5. ตัวรีดิวส์รีเอเจนท์เกรด เช่น polymethylhydrosiloxane และ  $\text{LiAlH}_4$  ของบริษัท Fluka

6. ตัวเริ่มอนุมูล ของบริษัท TCI คือ  $\alpha, \alpha'$ -azobis(isobutyronitrile) ประเทศญี่ปุ่น

### 3.2 เทคนิคต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

ในการสังเคราะห์สารของการวิจัยครั้งนี้ ได้นำเทคนิคต่าง ๆ มาใช้เพื่อแยกสารให้บริสุทธิ์ โดยเทคนิคที่นำมาใช้ขึ้นอยู่กับความเหมาะสม และชนิดของสาร เทคนิคเหล่านี้คือ การกลั่นแบบลดความดัน โดยใช้เครื่องกลั่นลดความดัน Kugelrohr, การสกัด และโครมาโทกราฟีต่าง ๆ เช่น คอลัมน์โครมาโทกราฟี (column chromatography) ทินแลร์โครมาโทกราฟี (Thin Layer Chromatography) เปเปอร์โครมาโทกราฟี (Paper Chromatography) ซึ่งวิธีทำเหล่านี้ทำตามหนังสือของ Ralph J. Fessenden และ Joan J. Fessenden (70)

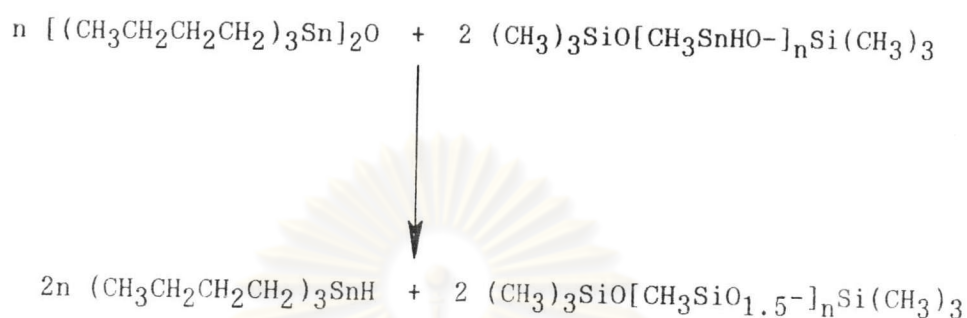
### 3.3 วิธีการเตรียมสาร

#### 3.3.1 การเตรียมสารประกอบดีบุกไฮไดรด์

สารประกอบดีบุกอินทรีย์ไฮไดรด์เตรียมโดยการรีดิวส์สารประกอบดีบุกอินทรีย์ออกไซด์ ด้วย polymethylhydrosiloxane ตามวิธีของ Hayashi K. (35)

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

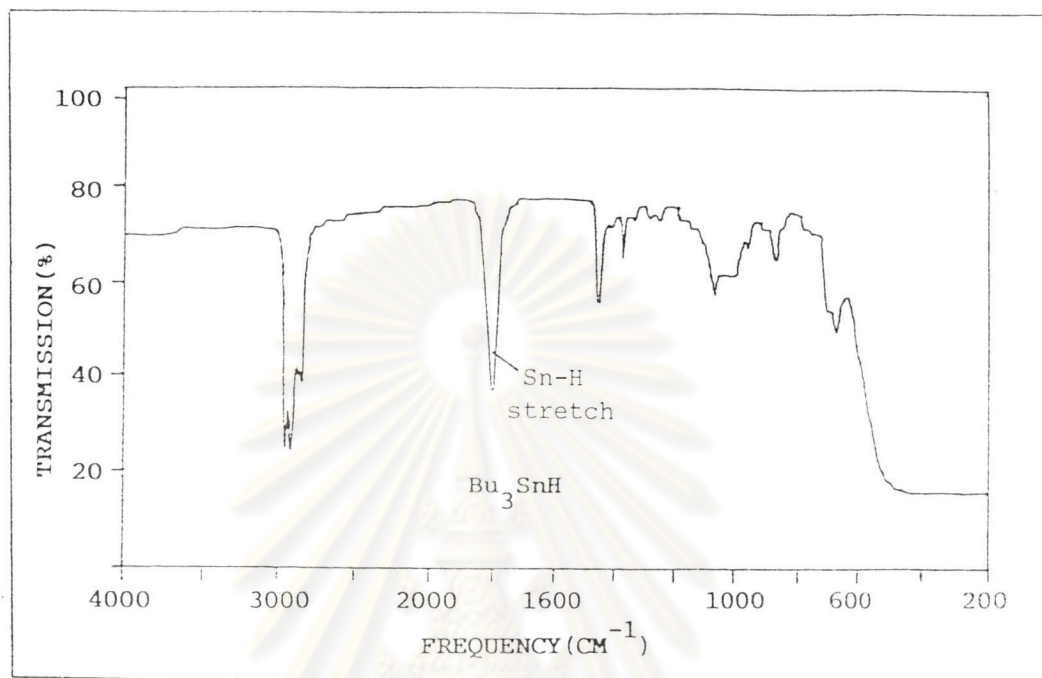
### 3.3.1.1 ไตรบิวทิลทิน ไฮดรอกไซด์



เตรียมได้โดยการนำ TBTO จำนวน 15.05 กรัม (0.025 โมล) ผสมกับ polymethylhydrosiloxane จำนวน 7.45 กรัม (0.05 โมล) คนที่อุณหภูมิห้อง โดยปราศจากตัวทำละลายเป็นเวลา 30 นาที หรือจนเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปกลั่นลดความดันเก็บที่อุณหภูมิ 120 °C ที่ 8.0 mmHg ได้ผลผลิต 90 % (13.095 กรัม, 0.045 โมล) เป็นของเหลวใส ไม่มีสี นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Infrared Spectrophotometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

อินฟราเรดสเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 2950-2840, 1800, 1455, 1370 และ 1669  $\text{cm}^{-1}$  ดังในรูปที่ 3.1

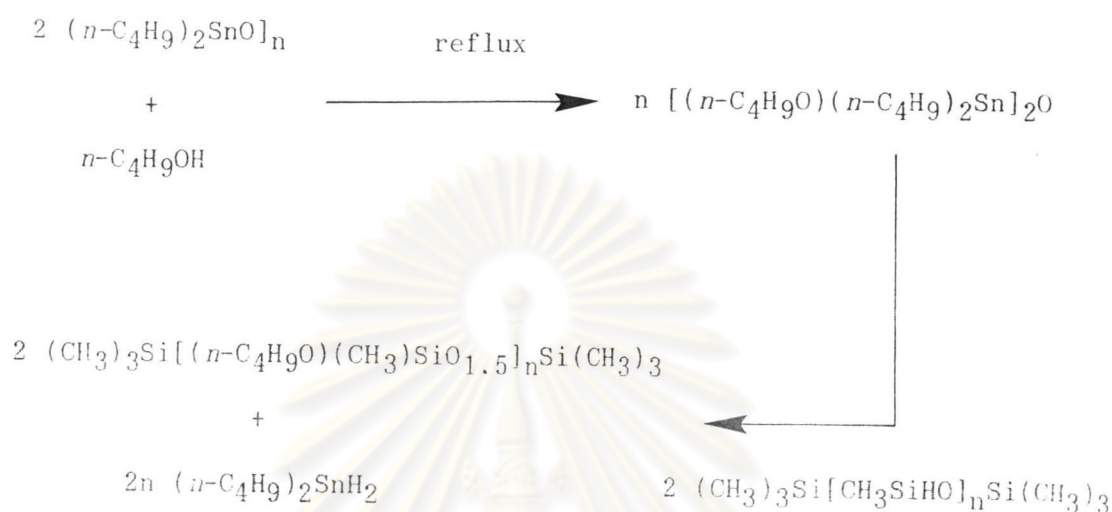
ศูนย์วิจัยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.1 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ ไดบุทิลทิน ไฮไดรด์

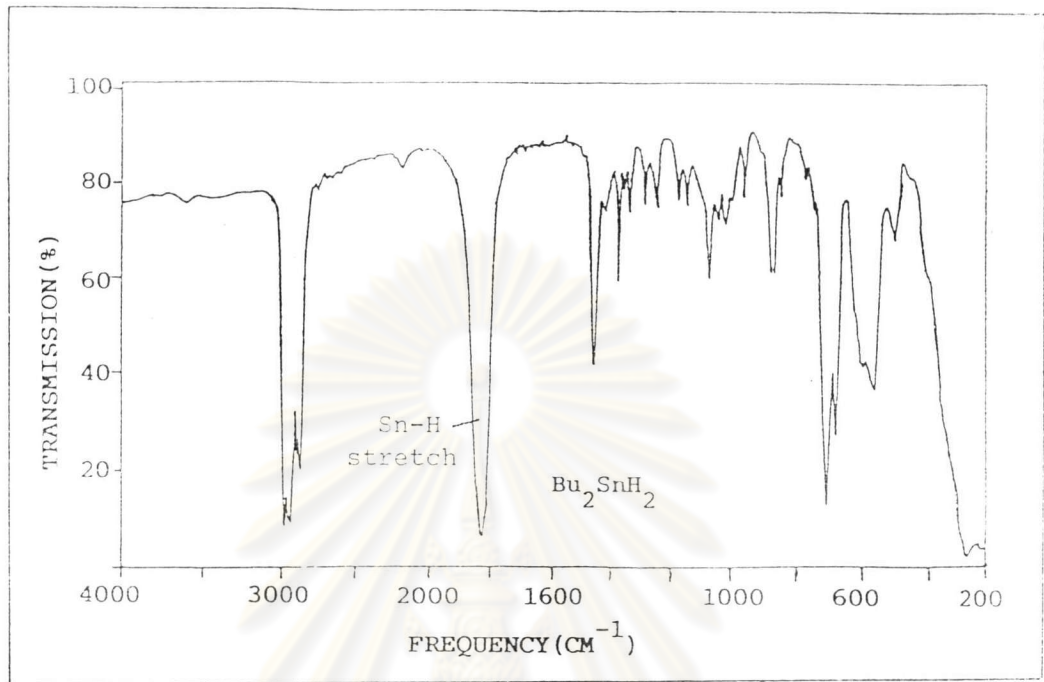
ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## 3.3.1.2 Dibutyltin hydride



เตรียมโดยนำ dibutyltin oxide จำนวน 7.47 กรัม (0.03 โมล) มารีฟลักซ์กับ 1-butanol จำนวน 500 มิลลิลิตร เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็น กรอง ทำแห้ง นำ  $BuOBu_2SnOSnBu_2OBu$  ที่ได้จำนวน 15.68 กรัม (0.025 โมล) ไปผสมกับ polymethyl hydrosiloxane จำนวน 15.02 กรัม (0.10 โมล) ทำเช่นเดียวกับการเตรียมสารประกอบ tributyltin hydride นำไปกลั่นลดความดัน เก็บที่อุณหภูมิ  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  ที่  $8.0\text{ mmHg}$  ได้ผลผลิต 98 % (5.75 กรัม, 0.0245 โมล) เป็นของเหลวใส ไม่มีสี นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Infrared Spectrophotometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

อินฟราเรดสเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 2960-2850, 1833, 1460, 1375 และ 710-680  $\text{cm}^{-1}$  ดังในรูปที่ 3.2



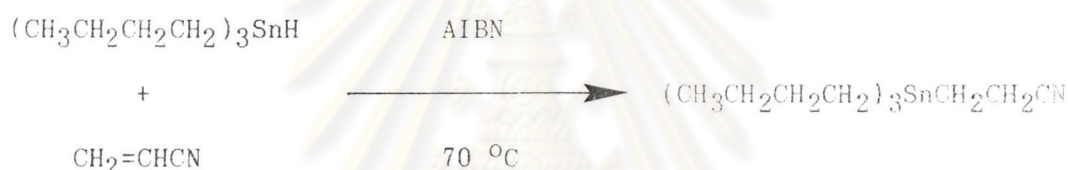
รูปที่ 3.2 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ ไดบิวทิลทิน ไฮดรไย

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.3.2 ไฮโดรสแตนเนชันของอัลคีนกับสารประกอบดีบุก hydride

การเตรียมสารประกอบดีบุกอินทรีย์ โดยการทำปฏิกิริยาไฮโดรสแตนเนชันระหว่าง สารประกอบดีบุก hydride กับ อัลคีน เตรียมตามวิธีของ G.J.M. Van Der Kerk และเพื่อนร่วมงาน (37)

#### 3.3.2.1 สารประกอบ ( 3-(tributylstannyl)propionitrile



นำของผสมของ tributyltin hydride จำนวน 7.27 กรัม ( 0.025 โมล) กับ acrylonitrile จำนวน 2.01 กรัม (0.038 โมล) และ AIBN จำนวน 0.18 กรัม (0.001 โมล) มาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 °C โดยวิธีรีฟลักซ์ (reflux) เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ใช้ chloroform สกัดแยกเอาสารผลิตภัณฑ์ออกมา นำไประเหยได้ chloroform โดยใช้เครื่องระเหยสุญญากาศแบบหมุน ทำให้บริสุทธิ์โดยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี(ใช้ silica gel เป็นตัวดูดซับ และชะล้างด้วยตัวทำละลายผสมของ hexane : chloroform ในอัตราส่วน 4 ต่อ 1 โดยปริมาตร) สารประกอบที่เตรียมได้มีลักษณะ เป็น ของเหลวใส ไม่มีสี ได้ผลผลิต 95% หนัก 8.17 กรัม (0.024 โมล) นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT IR Spectrophotometer และ FT NMR Spectrometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

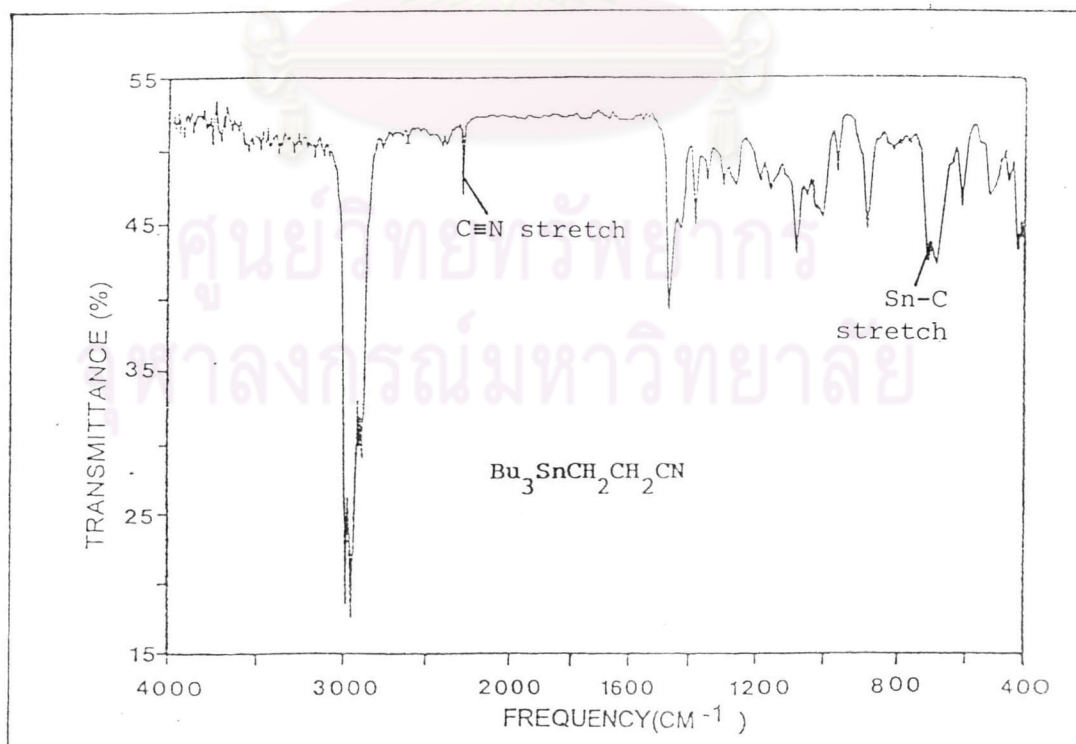


FT IR สเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 2958-2852, 2243, 1462, 1377, 692, 669. ( $\text{cm}^{-1}$ ) ดังในรูปที่ 3.3

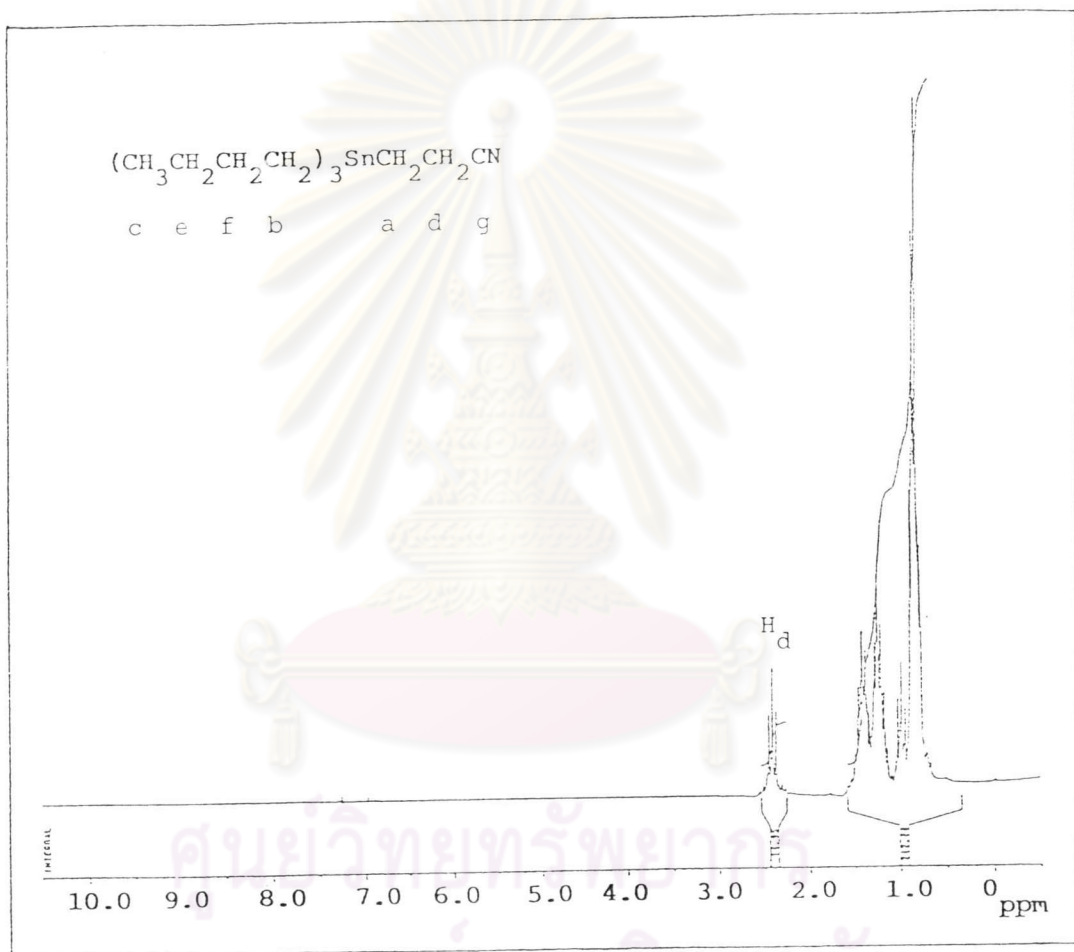
โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของโปรตอนที่เคมีลัซซิมท์ 2.40 (t, 2H); 1.46-1.38 (m, 6H); 1.36-1.17 (m, 6H); 0.98 (t, 2H); 0.87-0.78 (m, 15H) ppm. ดังในรูปที่ 3.4

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่เคมีลัซซิมท์ 3.98 (t,  $^1J(\text{C-Sn})=153$  Hz); 8.71 (t,  $^1J(\text{C-Sn})=165$  Hz); 13.46 (s); 14.55 (t,  $^2J(\text{C-Sn})=8$  Hz); 27.16 (t,  $^3J(\text{C-Sn})=27$  Hz); 28.90 (t,  $^2J(\text{C-Sn})=10$  Hz); 121.50 (s) ppm. ดังในรูปที่ 3.5

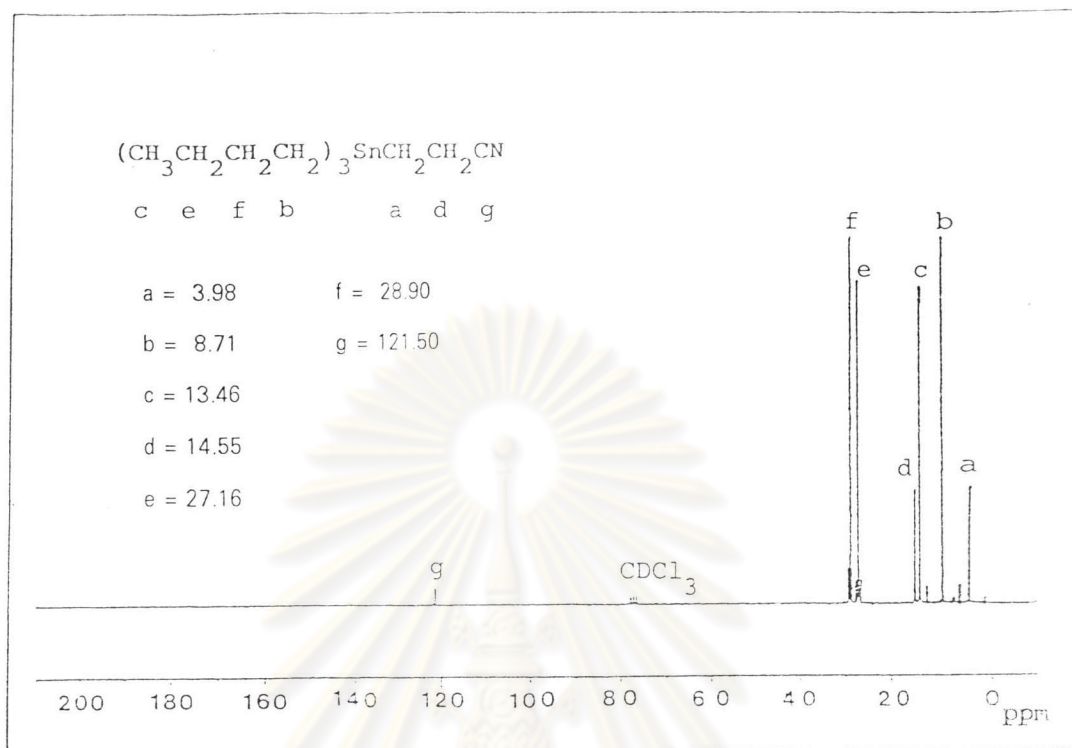
DEPT 135 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ปรากฏสัญญาณด้านบน (up phase) ของ  $\text{CH}_2$  ที่เคมีลัซซิมท์ 3.98, 8.71, 14.55, 27.16 และ 28.90 ppm. ปรากฏสัญญาณด้านล่าง (down phase) ของ  $\text{CH}_3$  ที่เคมีลัซซิมท์ 13.46 ppm. ดังในรูปที่ 3.6



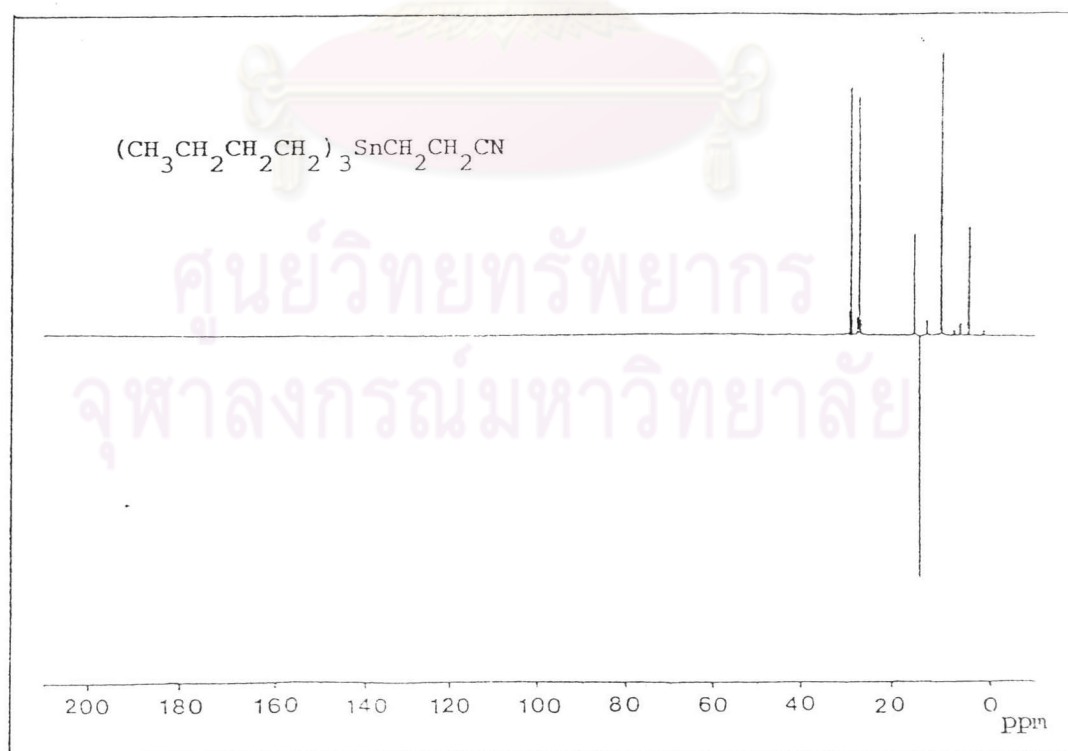
รูปที่ 3.3 FTIR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CN}$



รูปที่ 3.4  $^1\text{H-NMR}$  Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CN}$

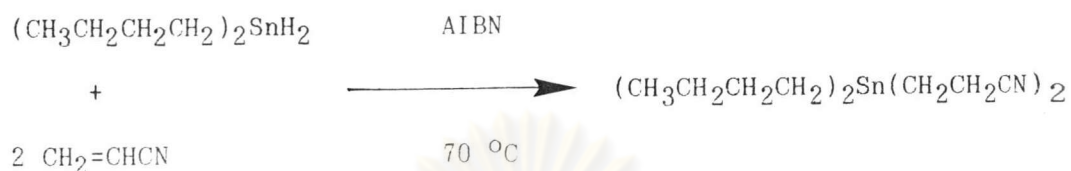


รูปที่ 3.5  $^{13}\text{C}$ -NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CN}$



รูปที่ 3.6 DEPT 135  $^{13}\text{C}$ -NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CN}$

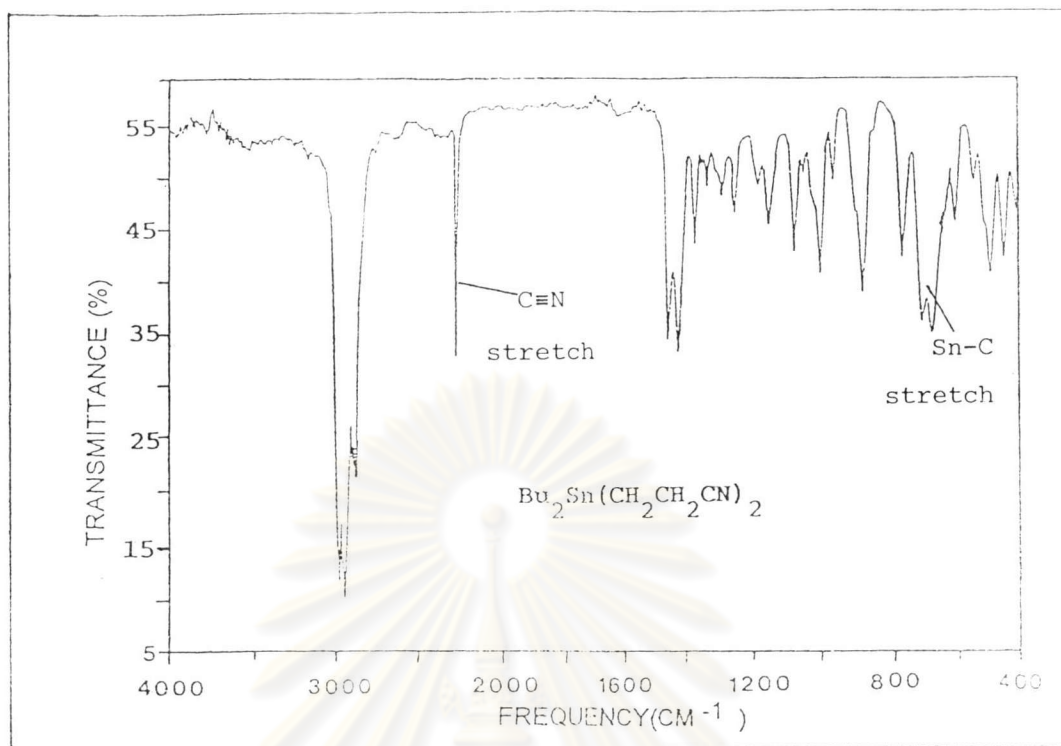
### 3.3.2.2 สารประกอบ 3,3'-(Dibutylstannylene)dipropionitrile



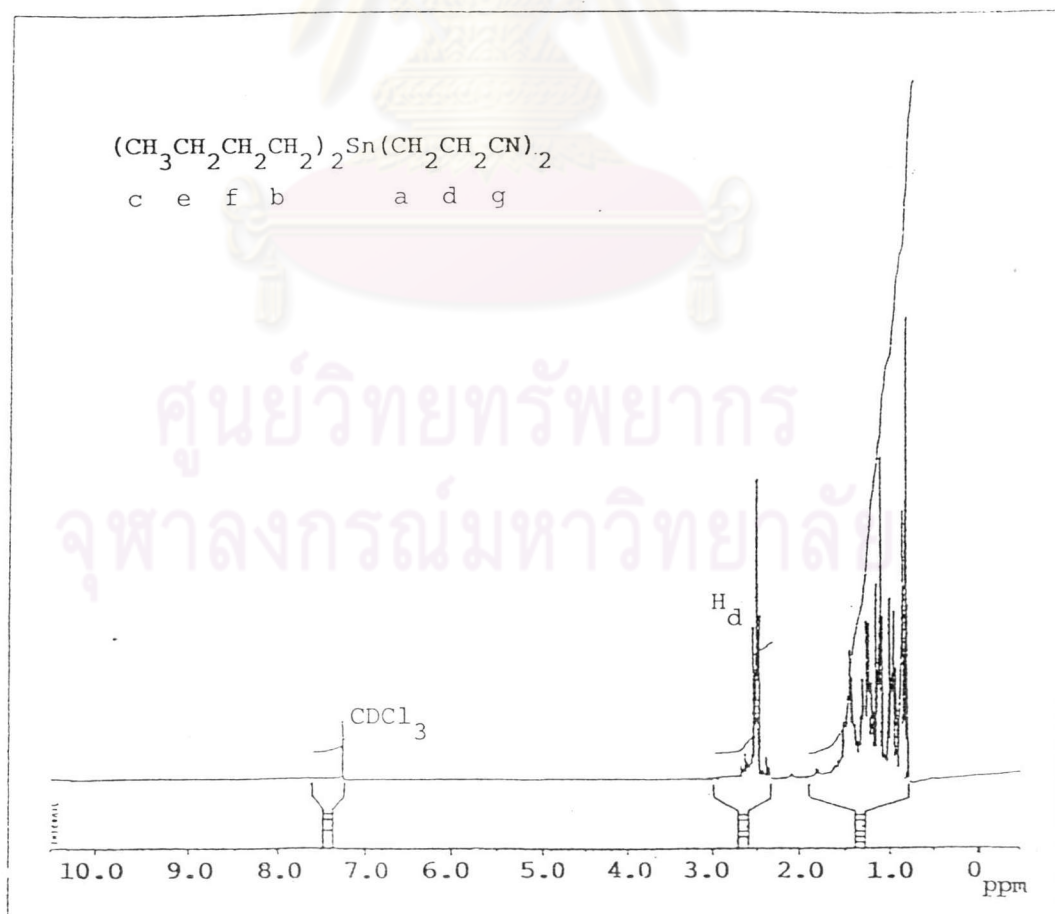
เตรียมโดยวิธีเดียวกับการเตรียม 3-(tributylstannyl) propionitrile โดยใช้ dibutyltin hydride จำนวน 5.87 กรัม (0.025 โมล) acrylonitrile จำนวน 3.98 กรัม (0.075 โมล) และ AIBN จำนวน 0.18 กรัม (0.001 โมล) ทำหน้าที่บริสุทธิ์โดยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี (ใช้ silica gel เป็นตัวดูดซับ และชะล้างด้วยตัวทำละลายผสมของ hexane ต่อ chloroform ในอัตราส่วน 4 : 1 โดยปริมาตร สารประกอบที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี ได้ผลผลิต 96% หนัก 8.19 กรัม (0.024 โมล) นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT IR Spectrophotometer และ FT NMR Spectrometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

FT IR สเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 2957-2853, 2243, 1463, 1378, 697 และ 669  $\text{cm}^{-1}$  ดังในรูปที่ 3.7

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของโปรตอนที่เคมีคัลชิฟท์ 2.52 (t, 4H); 1.50-1.41 (m, 4H); 1.31-1.20 (m, 4H); 1.17-1.09 (t, 4H); 1.02-0.93 (t, 4H); 0.88-0.80 (t, 6H) ppm. ดังในรูปที่ 3.8

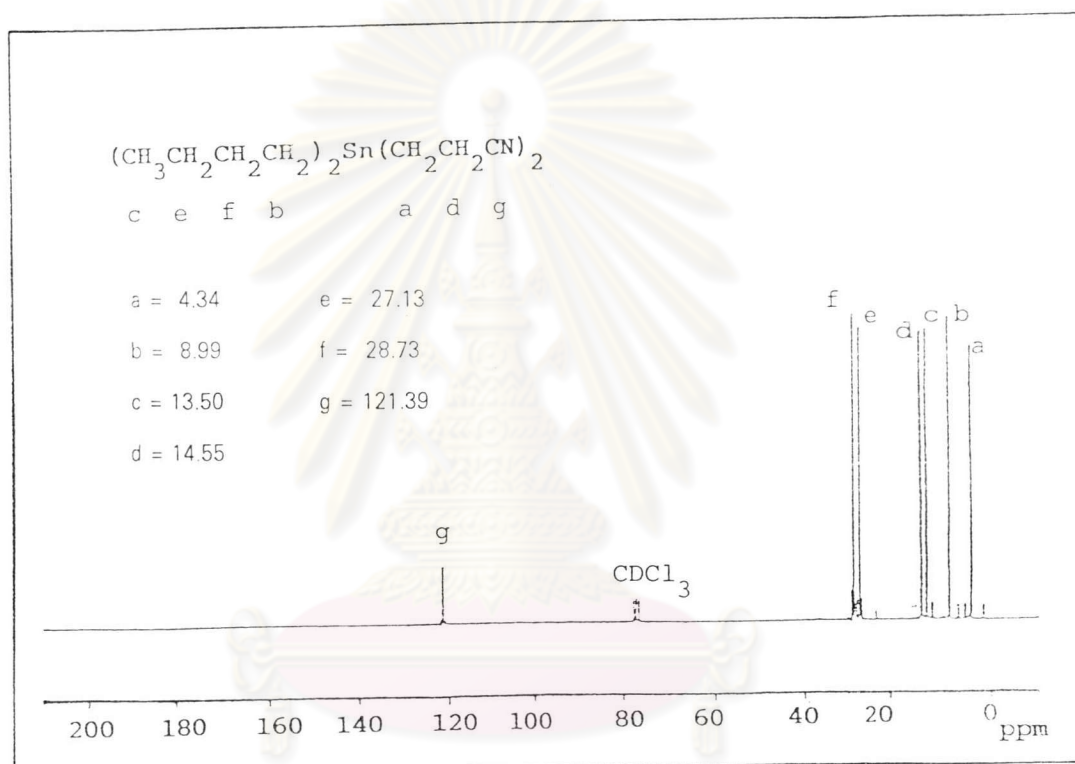


รูปที่ 3.7 FTIR Spectrum ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CN})_2$



รูปที่ 3.8  $^1\text{H-NMR}$  Spectrum ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CN})_2$

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) บราควิสัญญาณของคาร์บอนที่  
 เหมิลลิ่งพีท 4.34 (t,  $^1J(\text{C-Sn}) = 153 \text{ Hz}$ ); 8.99 (t,  $^1J(\text{C-Sn}) = 165 \text{ Hz}$ );  
 13.50 (s); 14.55 (t,  $^2J(\text{C-Sn}) = 8 \text{ Hz}$ ); 27.13 (t,  $^3J(\text{C-Sn}) = 27 \text{ Hz}$ );  
 28.73 (t,  $^2J(\text{C-Sn}) = 10 \text{ Hz}$ ) และ 121.39 (s) ppm. ดังานรูปที่ 3.9



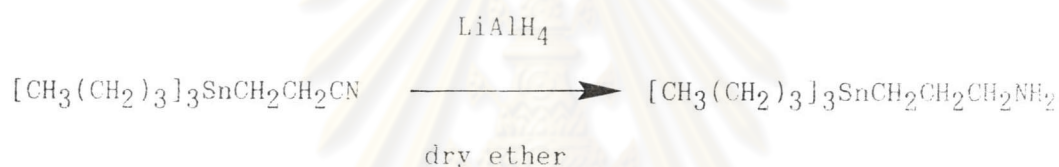
รูปที่ 3.9  $^{13}\text{C-NMR}$  Spectrum ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CN})_2$

ศูนย์วิจัยที่รักยกย่อง  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.3.3 การเตรียมสารประกอบดีบุกอินทรีย์ amino โดยการรีดิวซ์ดีบุกอินทรีย์ nitrile ด้วย $\text{LiAlH}_4$

ในการเตรียมสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ amino โดยการรีดิวซ์สารประกอบดีบุกอินทรีย์ nitrile ด้วย  $\text{LiAlH}_4$  ทำตามวิธีของ van der Kerk และ Noltes (42)

#### 3.3.3.1 สารประกอบ 3-(Tributylstannyl) propanamine



สารประกอบ 3-(tributylstannyl)propanamine เตรียมโดยนำ  $\text{LiAlH}_4$  ที่บดแล้วจำนวน 0.76 กรัม (0.02 ไร่ล) ใส่ในขวดกันกลม 2 คอขนาด 250 มิลลิลิตร เติม dry ether จำนวน 100 มิลลิลิตร คอด้านบนต่อด้วยคอนเดนเซอร์ที่มี drying tube อยู่ด้านบน อีกคอต่อด้วย dropping funnel ที่มี 3-(tributylstannyl)propionitrile จำนวน 3.44 กรัม (0.01 ไร่ล) ละลายใน dry ether จำนวน 50 มิลลิลิตร จัดเครื่องมือให้ขวดกันกลมวางบน cooling bath ที่มี magnetic stirrer อยู่ด้านล่าง ใส่ magnetic bar ลงในขวดกันกลม ทำให้อยู่ที่อุณหภูมิประมาณ 0-10 °C ค่อยๆหยดสารจาก dropping funnel พร้อมคนไปด้วย จนหมด แล้วคนต่อที่อุณหภูมินี้อีก เป็นเวลา 6 ชั่วโมง หรือจนกระทั่งปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ (ทดสอบโดยทำ TLC เทียบกับสารตั้งต้น) ทำลาย  $\text{LiAlH}_4$  ที่เหลือด้วยน้ำแข็งจำนวน 10 กรัม รินเอาชั้นของ ether ออกทำให้ปราศจากน้ำโดย dry ด้วย anhyd.  $\text{MgSO}_4$  ระเหยไล่ ether ออกที่อุณหภูมิต่ำกว่า 20 °C โดยใช้เครื่องระเหยสุญญากาศแบบหมุน สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็น ของเหลวใส ไม่มีสี หนัก 3.48 กรัม (98%) น้ำสารที่

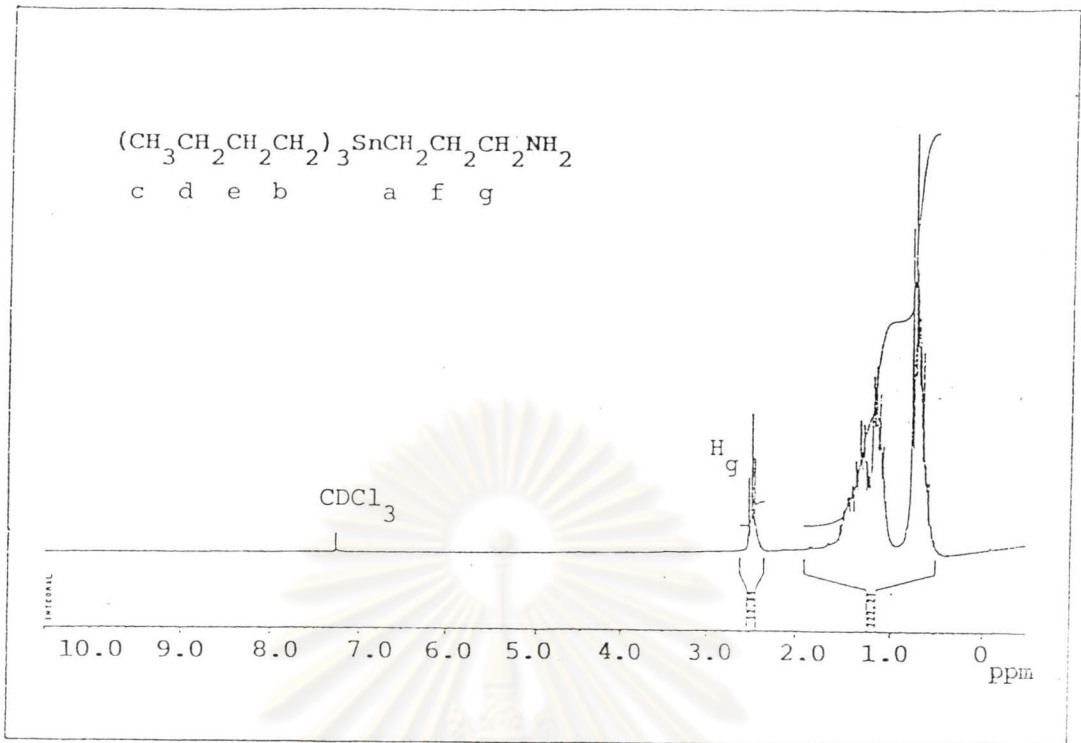
ส่งวิเคราะห์ได้ปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT IR Spectrophotometer, FT NMR Spectrometer และ Mass Spectrometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของโปรตอนที่เคมีคัลชิฟท์ 2.47 (t, 2H); 1.45-1.05 (m, 14H); 0.76-0.56 (m, 17H) ppm. ดังในรูปที่ 3.11

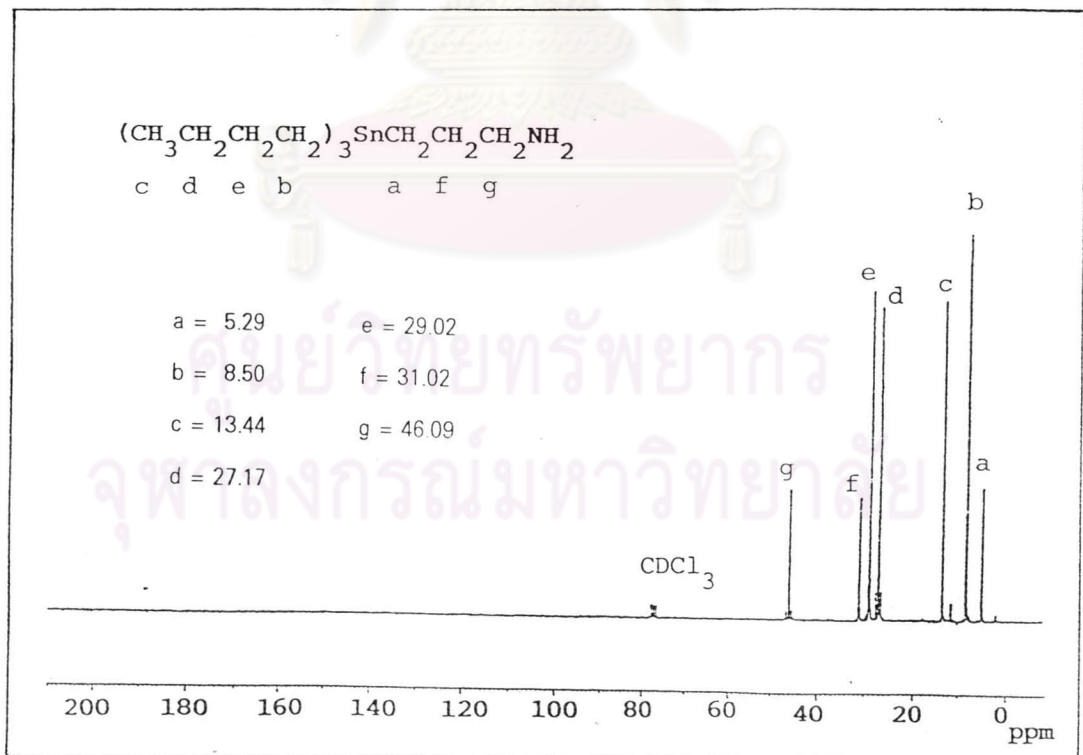
คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่เคมีคัลชิฟท์ 5.29 (t,  $^1\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 154 \text{ Hz}$ ); 8.50 (t,  $^1\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 153 \text{ Hz}$ ); 13.44 (s); 27.17 (t,  $^3\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 26 \text{ Hz}$ ); 29.02 (t,  $^2\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 10 \text{ Hz}$ ); 31.02 (t,  $^2\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 9 \text{ Hz}$ ) และ 46.09 (t,  $^3\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 30 \text{ Hz}$ ) ppm. ดังในรูปที่ 3.12

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



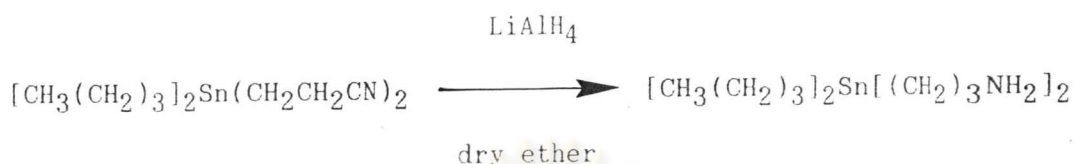


รูปที่ 3.  $^1\text{H-NMR}$  Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$



รูปที่ 3.1  $^{13}\text{C-NMR}$  Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$

### 3.3.3.2 สารประกอบ 3,3'-(Dibutylstannylene)dipropanamine



เตรียมโดยวิธีเดียวกับข้อ 1. โดยใช้ 3,3'-(dibutylstannylene) dipropionitrile จำนวน 3.41 กรัม (0.01 โมล) ใช้ LiAlH<sub>4</sub> จำนวน 1.52 กรัม (0.04 โมล) ที่อุณหภูมิ 0-10 °C สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็น ของเหลวใส ไม่มีสีหนัก 3.32 กรัม (95 %) นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT IR Spectrophotometer , FT NMR Spectrometer และ Mass Spectrometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

FT IR สเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 3372, 2956-2851, 1671, 1595, 1463, 1370, 1072 และ 670 cm.<sup>-1</sup> ดังในรูปที่ 3.13

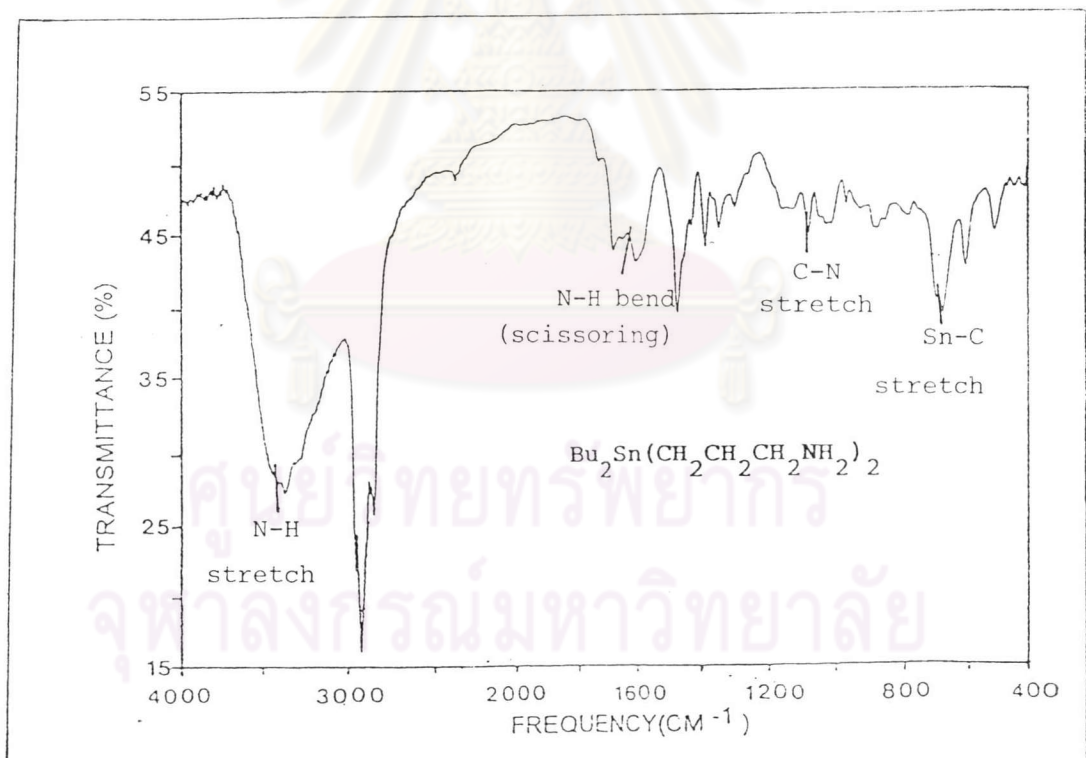
โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl<sub>3</sub>) ปรากฏสัญญาณของโปรตอนที่เคมีคัลชิฟท์ 2.40 (t, 4H); 1.65 (m, 4H); 1.46-1.34 (m, 4H); 1.31-1.15 (m, 4H); 1.12-1.01 (t, 4H) และ 0.97-0.80 (m, 14H) ppm. ดังในรูปที่ 3.14

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl<sub>3</sub>) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่เคมีคัลชิฟท์ 5.29 (t, <sup>1</sup>J(C-Sn) = 154 Hz); 8.51 (t, <sup>1</sup>J(C-Sn) = 153 Hz); 13.42 (s); 27.10 (t, <sup>3</sup>J(C-Sn) = 27 Hz); 28.92 (t, <sup>2</sup>J(C-Sn) = 10 Hz); 30.78 (t, <sup>2</sup>J(C-Sn) = 9 Hz) และ 45.87 (t, <sup>3</sup>J(C-Sn) = 31 Hz) ppm. ดังในรูปที่ 3.15

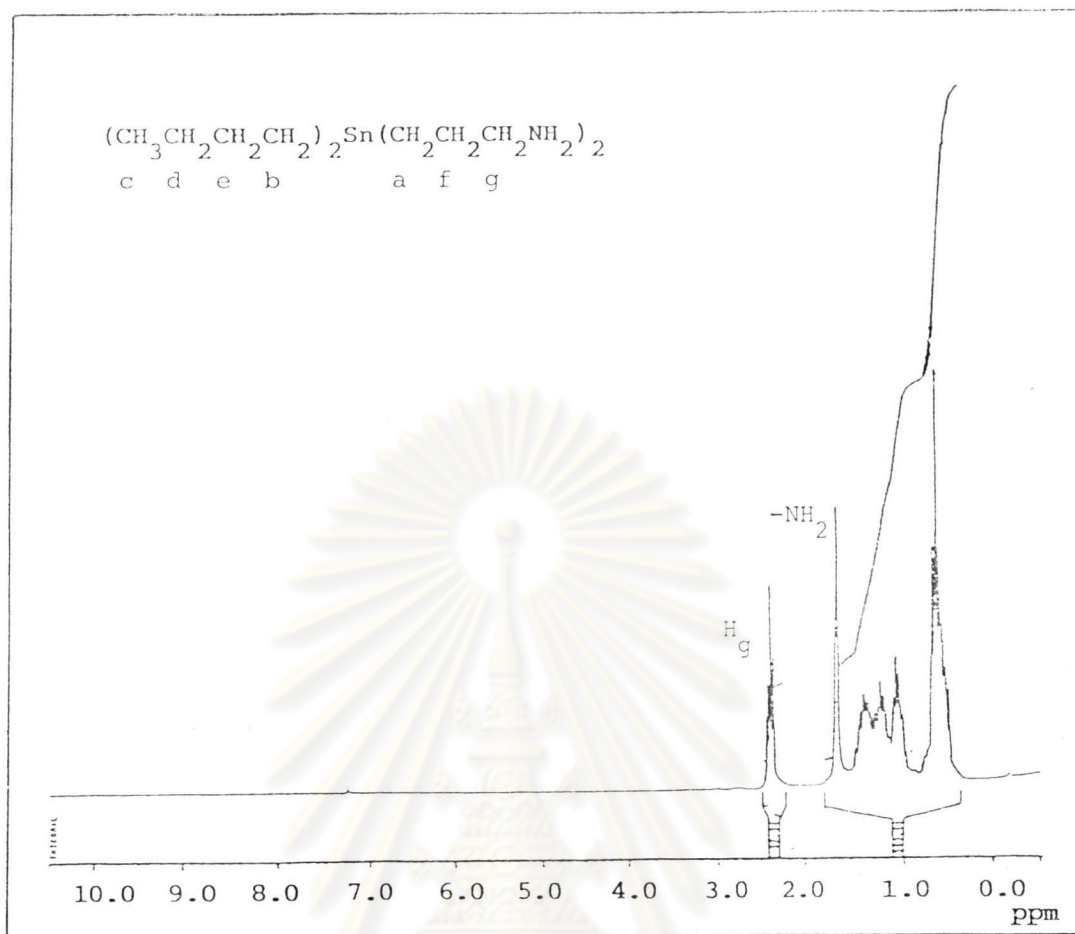
แบบสเปกตรัม: ปรากฏสัญญาณของไอออนเชิงบวก ( $M^+$ ) ที่  $m/e$  349 นอกจากนี้ยังมี  
 วมสัญญาณที่ 345, 292, 236, 178, 136, 121, 58 และ 44 ดังในรูปที่ 3.16

การวิเคราะห์ทางเปอร์เซ็นต์องค์ประกอบของธาตุ ปรากฏผลดังนี้

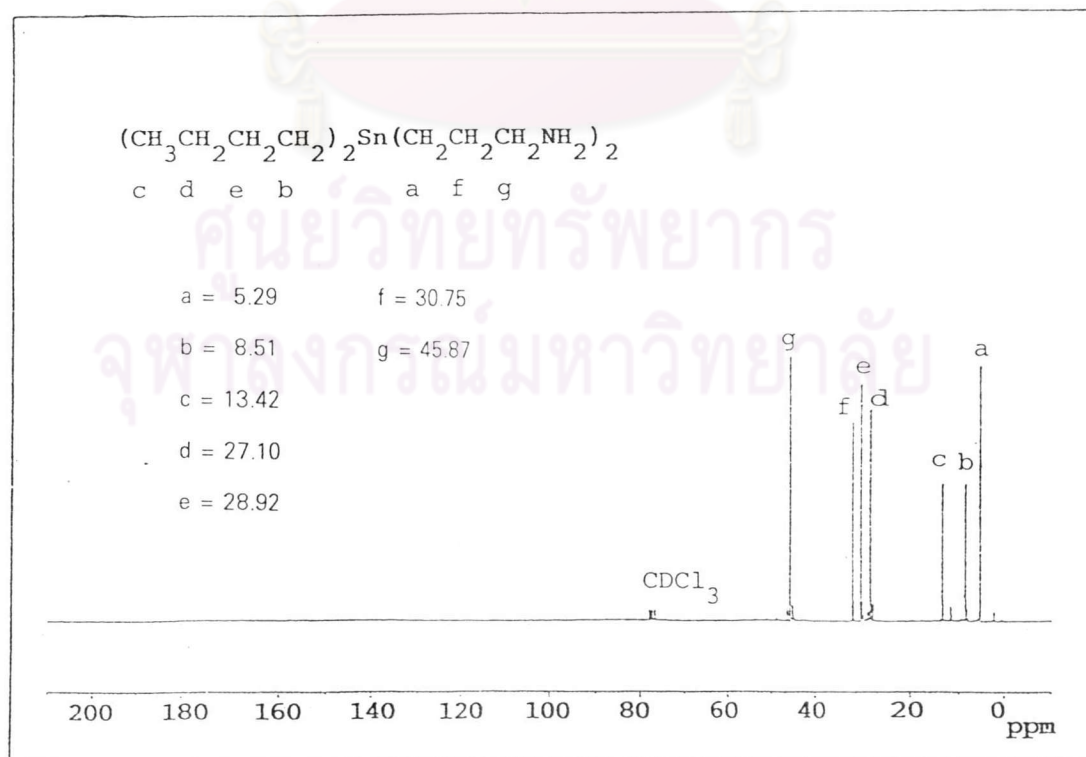
	%C	%H	%N
คำนวณจากสูตรโมเลกุล	48.00	9.70	6.80
จากการวิเคราะห์ธาตุ	46.22	9.35	6.44



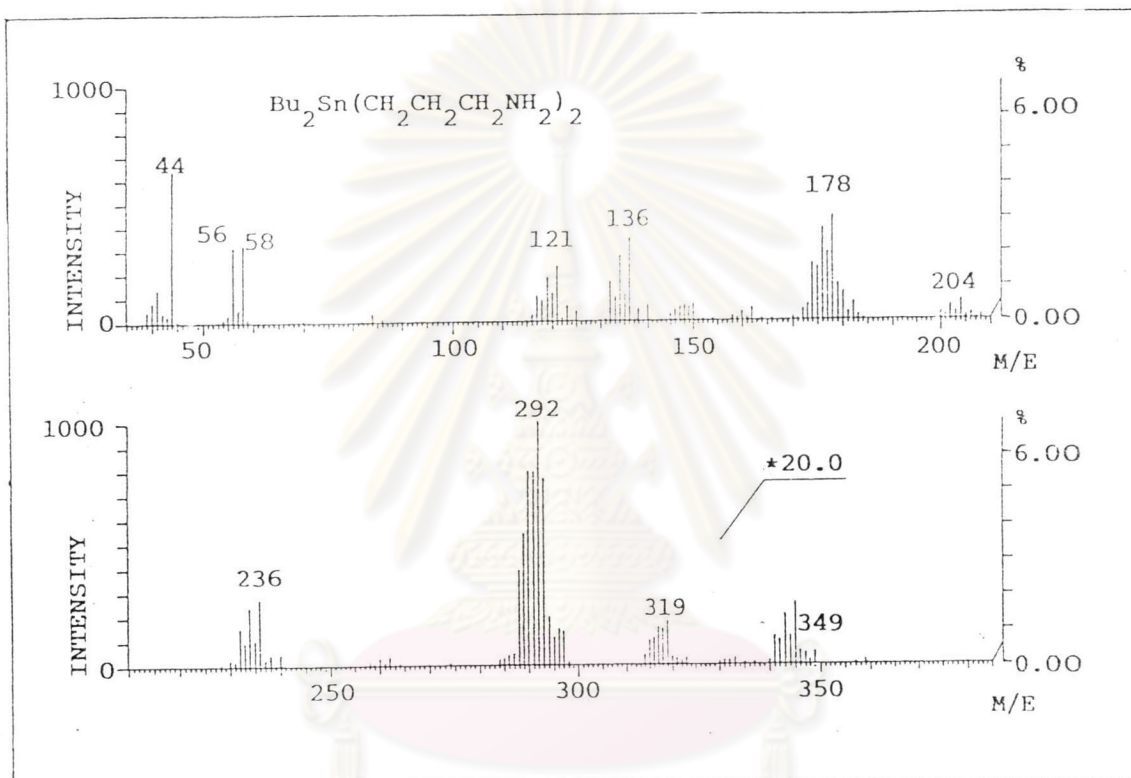
รูปที่ 3.13 FTIR Spectrum ของ  $Bu_2Sn(CH_2CH_2CH_2NH_2)_2$



รูปที่ 3.14  $^1\text{H-NMR}$  Spectrum ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_2$



รูปที่ 3.15  $^{13}\text{C-NMR}$  Spectrum ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_2$

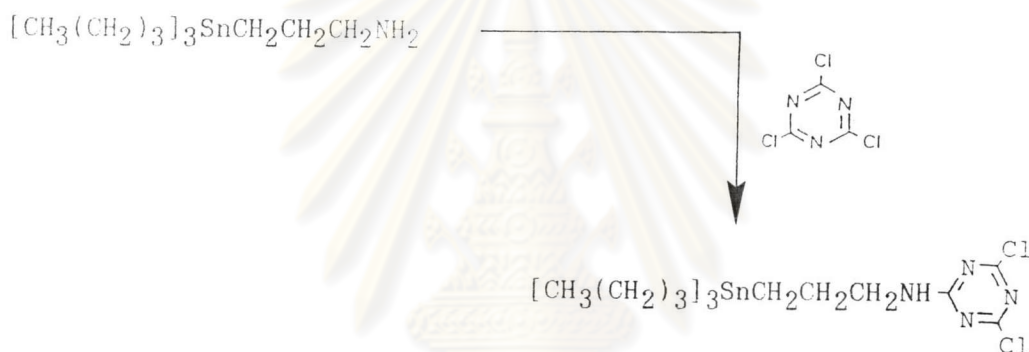
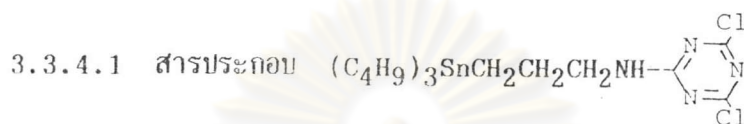


รูปที่ 3.16 แมสสเปกตรัม ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_2$

ศูนย์วิจัยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.3.4 ปฏิกิริยาของหมู่ amino ในสารประกอบสติบุกอินทรีย์กับ cyanuric chloride

ในการทำปฏิกิริยาระหว่างสารประกอบสติบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ amino กับ cyanuric Chloride ทำตามวิธีของ Koopman และ Daams (60)



ละลายสารประกอบ cyanuric chloride จำนวน 0.92 กรัม (0.005 โมล) ด้วย dry acetone จำนวน 200 มิลลิลิตร ในขวดก้นกลมขนาด 500 มิลลิลิตร ต่อ dropping funnel ขนาด 100 มิลลิลิตร ที่มีสารประกอบ 3-(tributylstannyl) propanamine จำนวน 1.74 กรัม (0.005 โมล) ละลายใน dry acetone 50 มิลลิลิตร นำไปแช่เย็นบน cooling bath ที่วางอยู่บน magnetic stirrer จนสารละลายมีอุณหภูมิประมาณ 0-5 °C ใส่ magnetic bar คน แล้วค่อยๆ หยดสารละลายจาก dropping funnel จนหมด คนต่อที่อุณหภูมินี้อีก 30 นาที กรอง นำสารละลายที่กรองได้ไประเหยใส่ acetone ออกด้วยใช้เครื่องระเหยสุญญากาศแบบหมุน สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็นของเหลวข้นสีเหลืองอ่อน ทำหีบรีสุทซ์ด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี (ใช้ silica gel เป็นตัวดูดซับ และชะล้างด้วย chloroform) ได้ yield 89 % (2.21 กรัม, 0.0045 โมล) เป็นของเหลวข้น สีเหลืองอ่อน นำสารที่สังเคราะห์ได้ ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT IR

Spectrophotometer, FT NMR Spectrometer และ Mass Spectrometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

FT IR สเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 3282, 2957-2853, 1618, 1552, 1515, 1458, 1354, 1239, 1150, 847, 668  $\text{cm}^{-1}$  ดังในรูปที่ 3.17

$^1\text{H}$  NMR สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของโปรตอนที่มีเคมีคัลชิฟต์ 7.21, 7.18(t,1H); 3.42(q,2H); 1.74(m,2H); 1.40(m,6H); 1.23(m,6H); 0.96-0.67(m,17H) ppm. ดังในรูปที่ 3.18

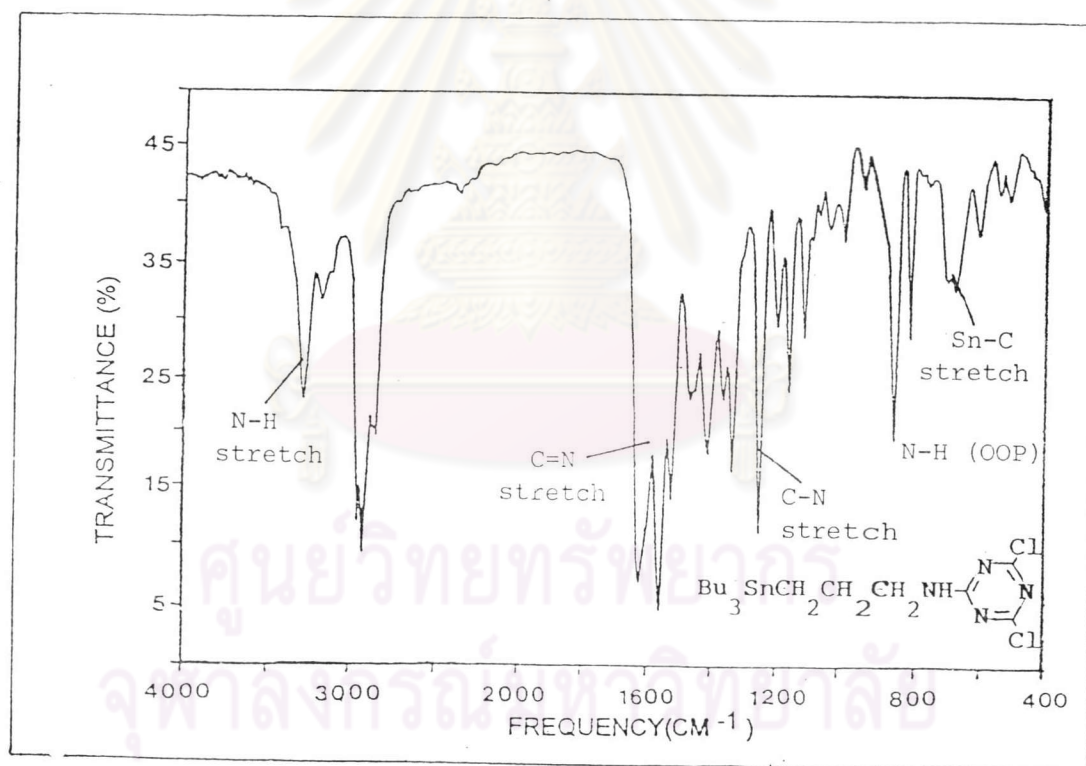
$^{13}\text{C}$  NMR สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่มีเคมีคัลชิฟต์ 5.12 (t,  $^1\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 148$  Hz); 8.66 (t,  $^1\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 165$  Hz); 13.58 (s); 26.51 (t,  $^2\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 8$  Hz); 27.25 (t,  $^3\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 27$  Hz); 29.09 (t,  $^2\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 10$  Hz); 45.21 (t,  $^3\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 33$  Hz); 165.58(s); 169.31(s); และ 170.85(s) ppm. ดังในรูปที่ 3.19

DEPT 135  $^{13}\text{C}$  NMR สเปกตรัม ปรากฏสัญญาณด้านบน (up phase) ของ  $\text{CH}_2$  ที่มีเคมีคัลชิฟต์ 5.12, 8.66, 26.51, 27.25, 29.09, 45.21 ppm ปรากฏสัญญาณด้านล่าง (down phase) ของ  $\text{CH}_3$  ที่มีเคมีคัลชิฟต์ 13.58 ppm ดังในรูปที่ 3.20

Mass Spectrometry ปรากฏสัญญาณของไอออนเชิงบวก ( $\text{M}^+$ ) ที่  $m/e$  439 นอกจากนี้ยังพบสัญญาณที่ 325, 177, 167, 149 และ 93 ดังในรูปที่ 3.21

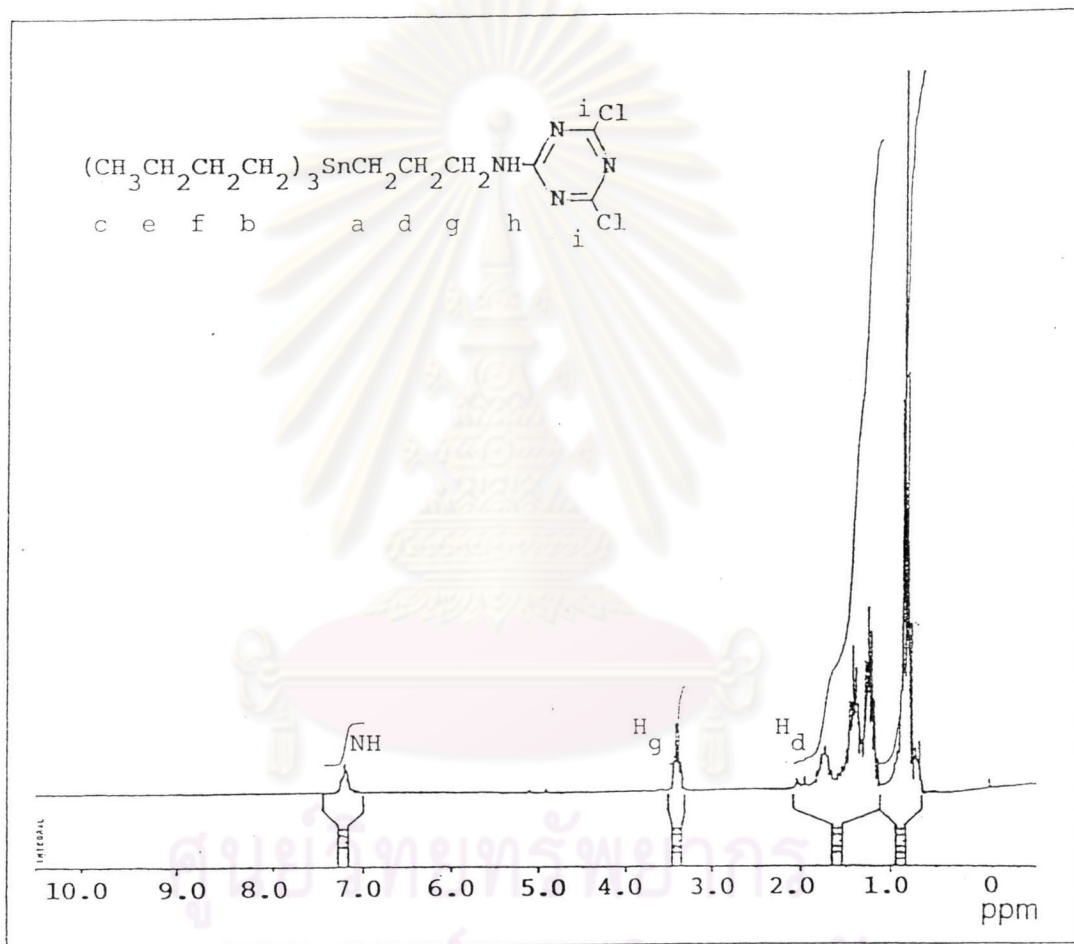
การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์องค์ประกอบของธาตุ ปรากฏผลดังนี้

	%C	%H	%N
คำนวณจากสูตรโมเลกุล	43.5	6.80	11.30
จากการวิเคราะห์ธาตุ	44.3	7.17	11.43

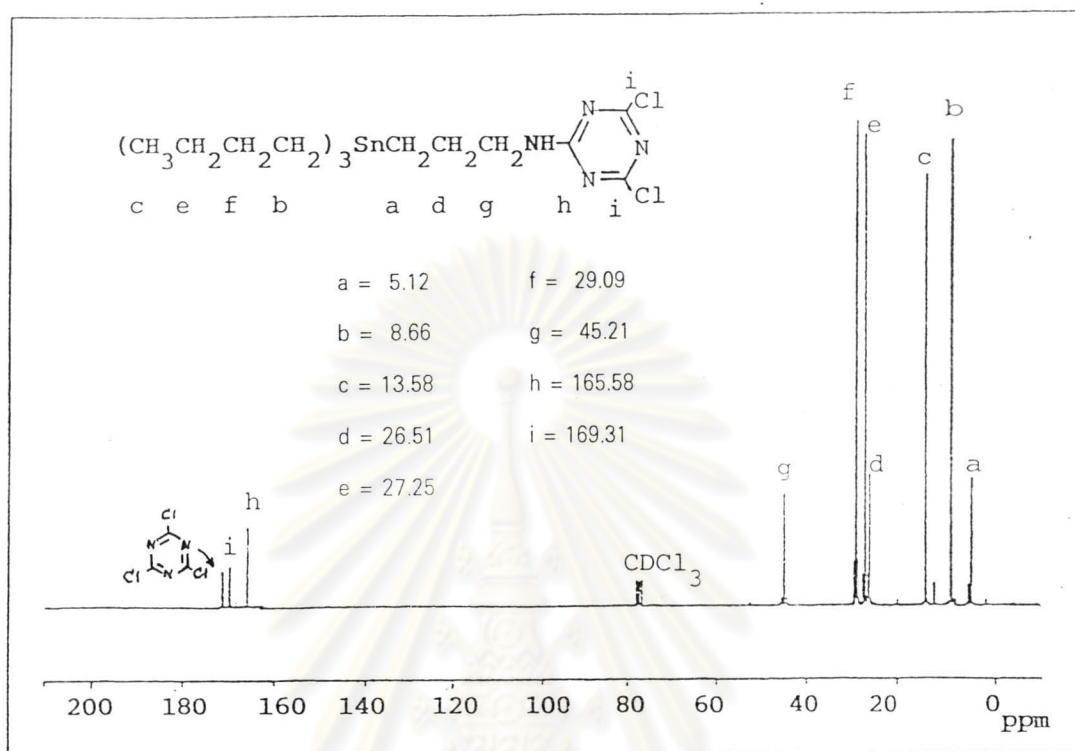


รูปที่ 3.17 FTIR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}-\text{C}_4\text{H}_2\text{N}_2\text{Cl}_2$



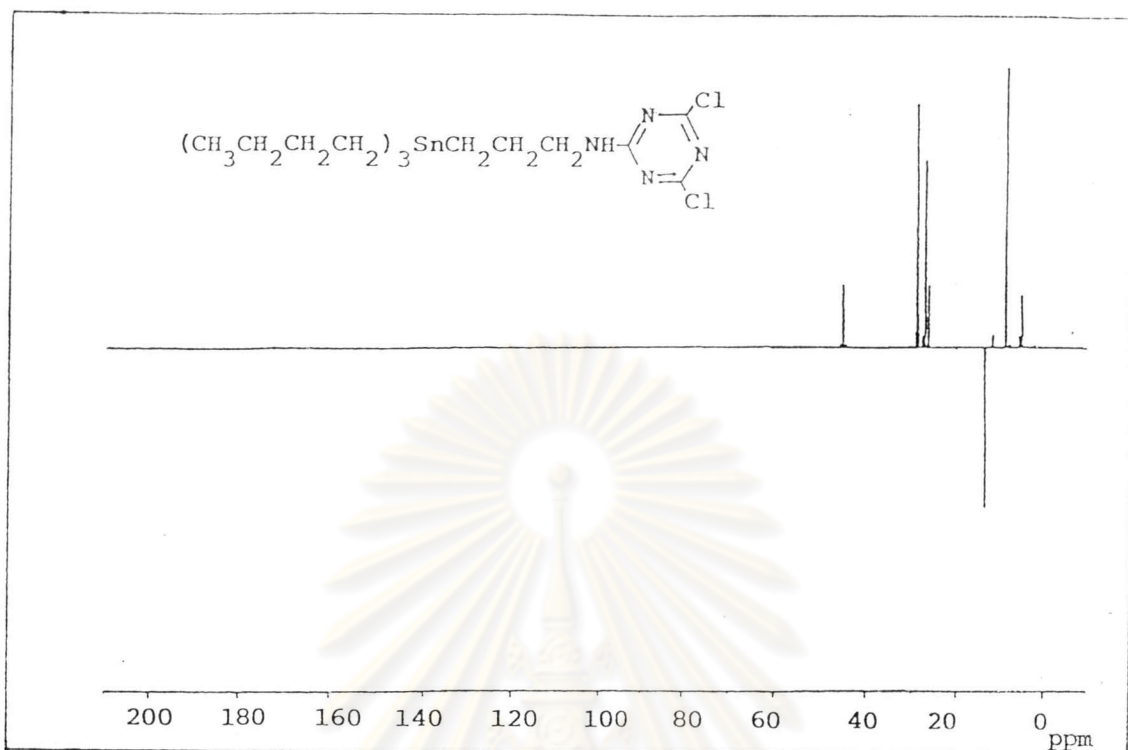


รูปที่ 3.18  $^1\text{H-NMR}$  Spectrum ของ  $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2)_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}-\begin{array}{c} \text{N} \begin{array}{l} \text{Cl} \\ \text{Cl} \end{array} \\ \text{N} \end{array}$

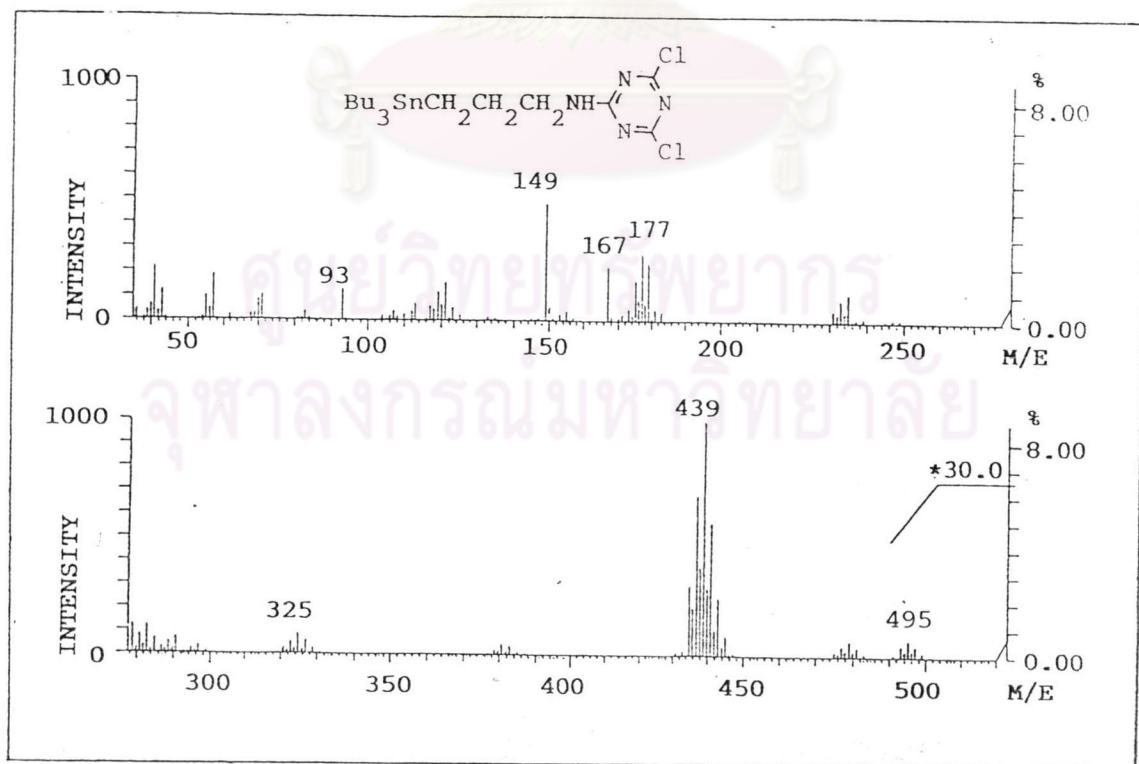


รูปที่ 3.19  $^{13}\text{C}$ -NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}-\text{N}(\text{Cl})_2$

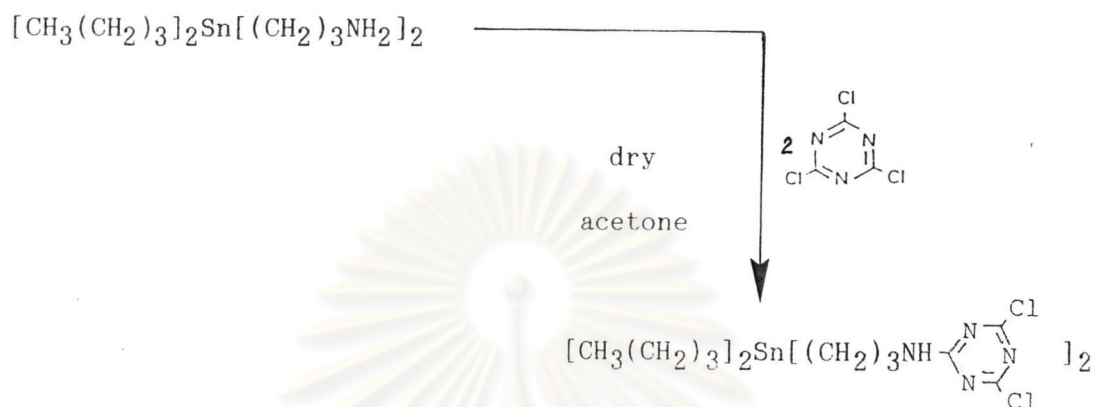
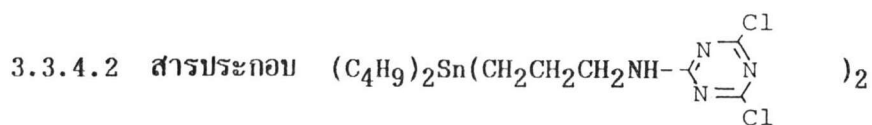
ศูนย์วิทยทรัพยากร  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.20 DEPT  $^{13}\text{C}$ -NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}-\text{N}(\text{Cl})_2$



รูปที่ 3.21 แมสสเปกตรัม ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}-\text{N}(\text{Cl})_2$



เตรียมโดยวิธีเดียวกันกับข้อ 1.1 ซึ่ สารประกอบ cyanuric chloride จำนวน 1.84 กรัม (0.01 โมล) สารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene)dipropanamine จำนวน 1.75 กรัม (0.005 โมล) สารประกอบที่ได้เป็นของแข็งสีขาว ทาหับบริสุทธิ์โดยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี (ใช้ silica gel เป็นตัวดูดซับ และชะล้างด้วย chloroform) ได้ผลผลิต 86 % (2.77 กรัม, 0.0043 โมล) มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาว มีจุดหลอมเหลว 87-88 °C นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT IR Spectrophotometer, FT NMR Spectrometer และ Mass Spectrometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

FT IR สเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 3273, 2953-2814, 1622, 1554, 1519, 1436, 1362, 1235, 1151, 1102, 847 และ 670  $cm^{-1}$  ดังในรูปที่ 3.22

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $CDCl_3$ ) ปรากฏสัญญาณของโปรตอนที่เคมีคัลชิฟท์ 7.10 (t, 2H); 3.42 (q, 4H); 1.83-1.67 (m, 4H); 1.47-1.34 (m, 4H); 1.30-1.16 (m, 4H) และ 0.88-0.71 (m, 14H) ppm. ดังในรูปที่ 3.23

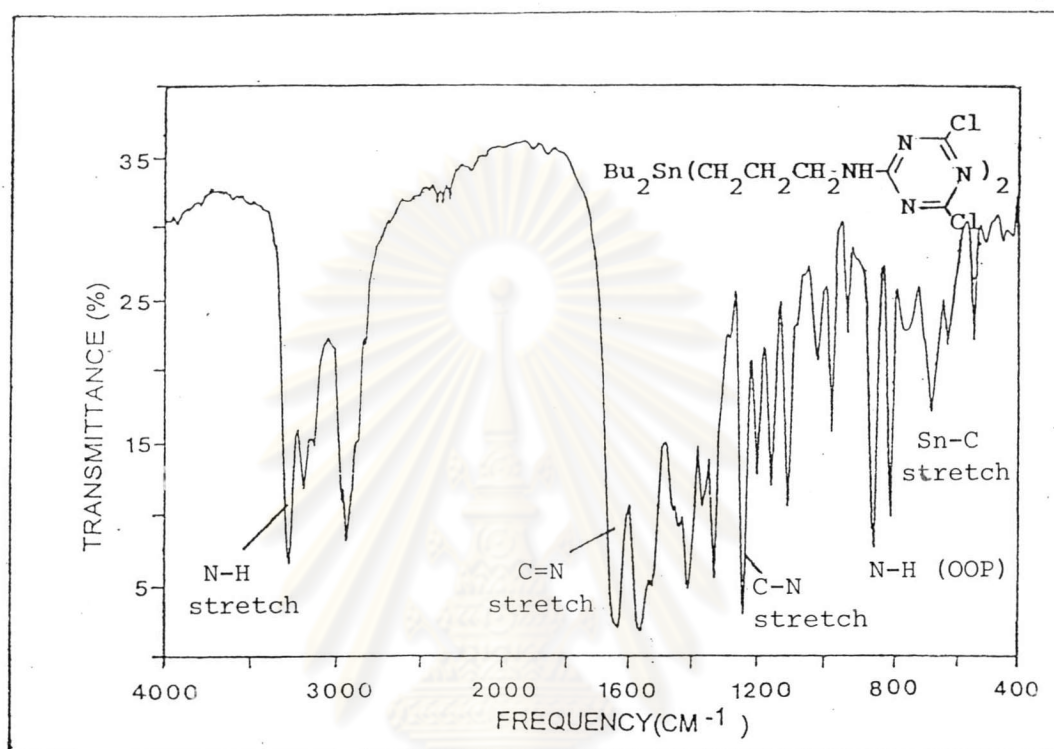
คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่เคมีคัลชิฟท์ 5.20 (t,  $^1\text{J}(\text{C-Sn}) = 148 \text{ Hz}$ ); 8.75 (t,  $^1\text{J}(\text{C-Sn}) = 165 \text{ Hz}$ ); 13.61 (s); 26.46 (t,  $^2\text{J}(\text{C-Sn}) = 8 \text{ Hz}$ ); 27.22 (t,  $^3\text{J}(\text{C-Sn}) = 27 \text{ Hz}$ ); 29.03 (t,  $^2\text{J}(\text{C-Sn}) = 10 \text{ Hz}$ ); 45.09 (t,  $^3\text{J}(\text{C-Sn}) = 33 \text{ Hz}$ ); 165.59(s); 169.35(s) และ 170.86(s) ppm. ตั้งจนวนรูปที่ 3.24

แมสสเปกตรัม ปรากฏสัญญาณของไอออนเชิงริบเลกุล ( $\text{M}^+$ ) ที่ m/e 645 นอกจากนี้ยังพบสัญญาณที่ 587, 439, 283, 177 และ 93 ตั้งจนวนรูปที่ 3.25

การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์องค์ประกอบของธาตุ ปรากฏผลดังนี้

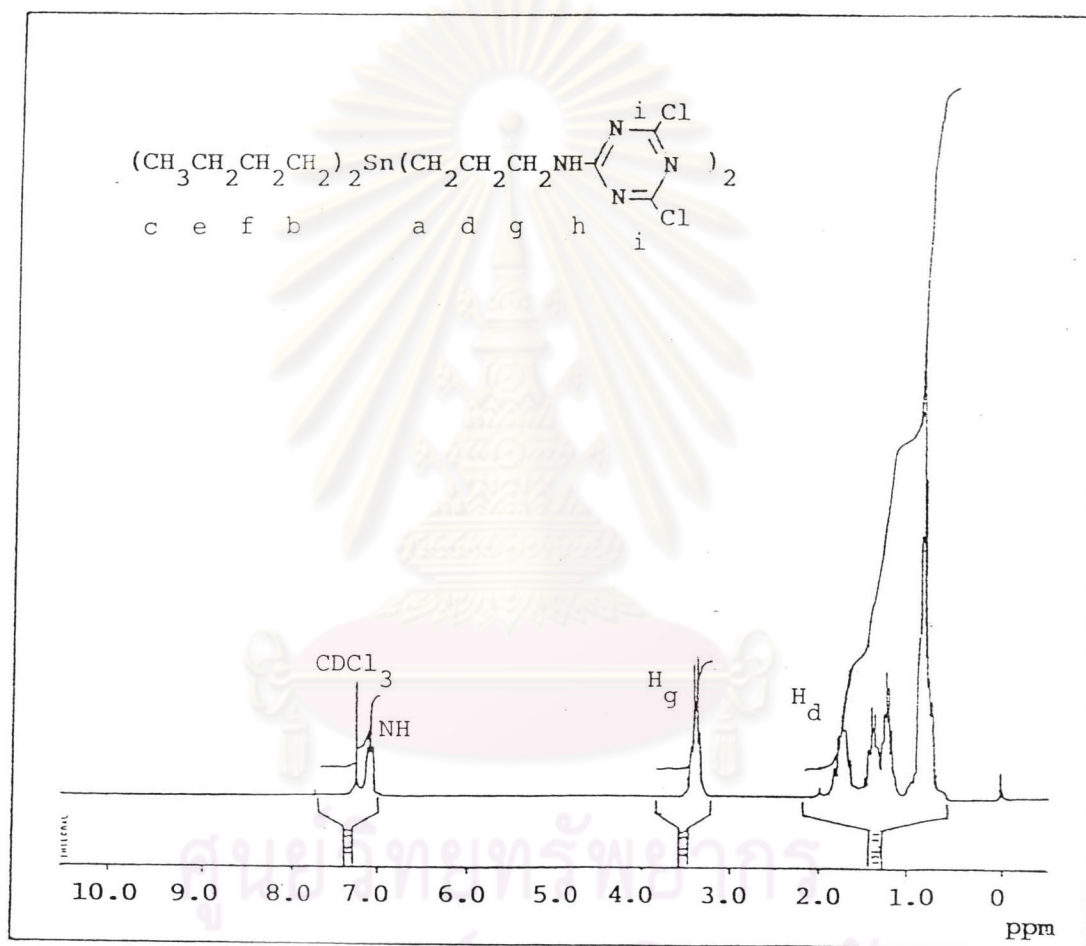
	%C	%H	%N
คำนวณจากสูตรริบเลกุล	37.1	4.95	17.3
จากการวิเคราะห์หาธาตุ	38.0	5.11	17.2

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

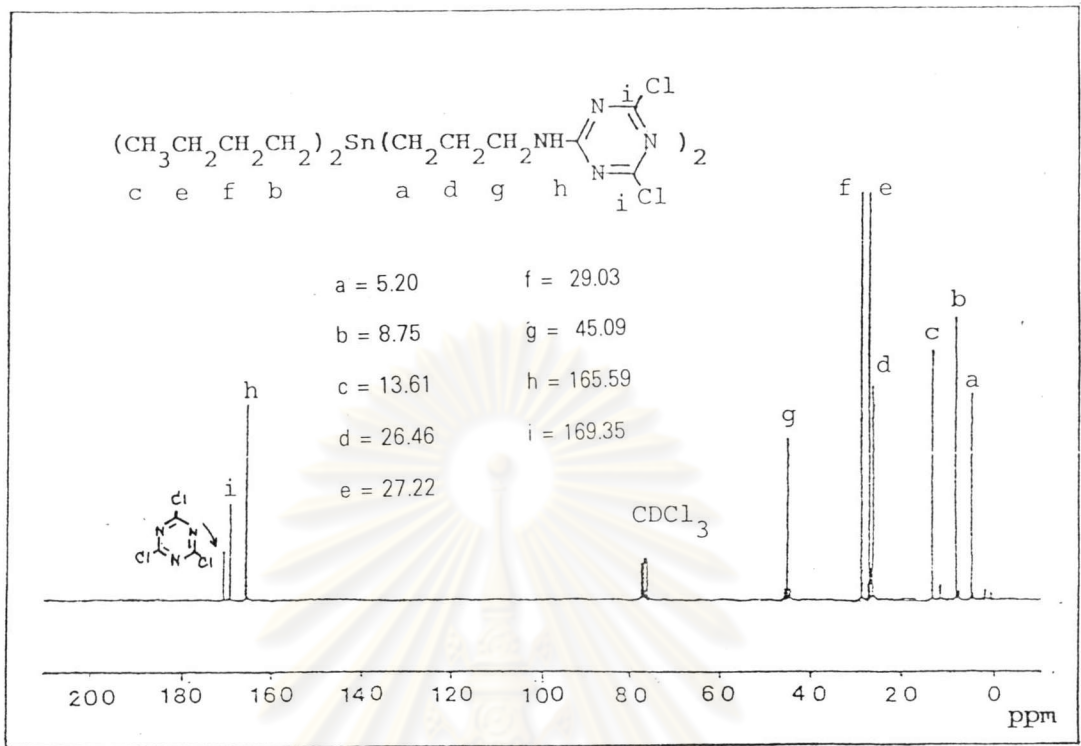


รูปที่ 3.22 FTIR Spectrum ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_2\text{N}_2\text{Cl}_2)_2$

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



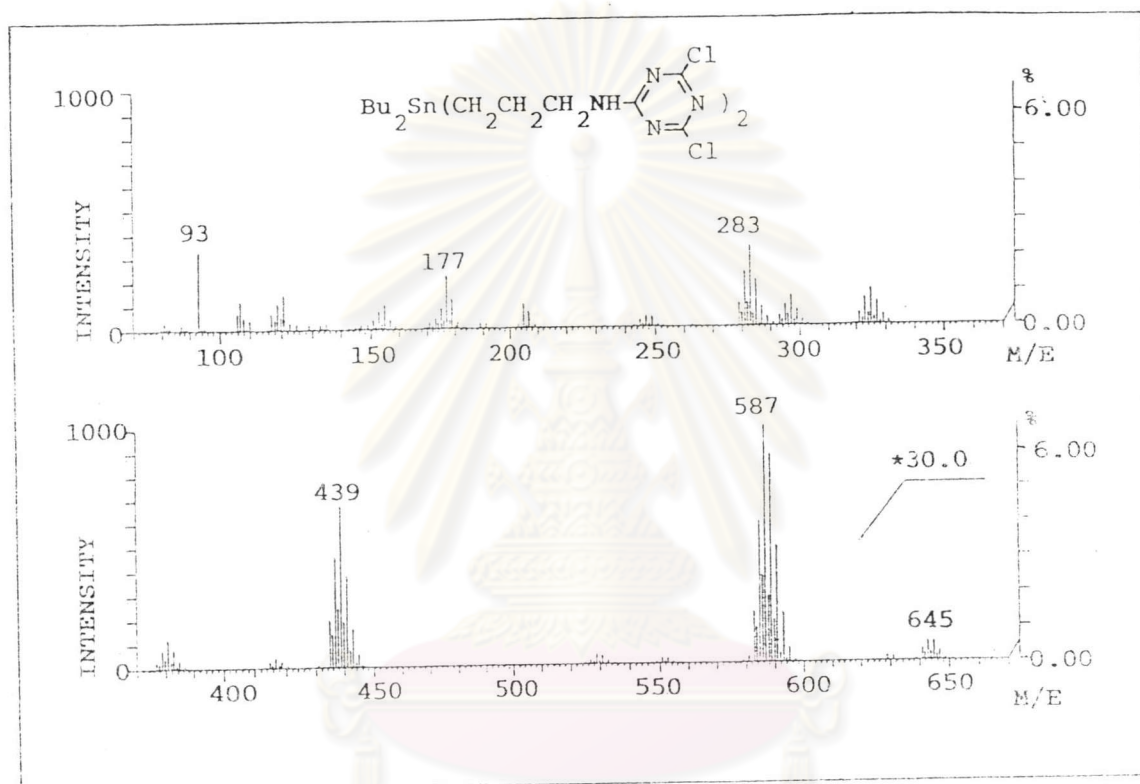
รูปที่ 3.23 <sup>1</sup>H-NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}-\text{N}(\text{Cl})_2)_2$



รูปที่ 3.24  $^{13}\text{C}$ -NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}-\text{N}(\text{Cl})_2)_2$

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย





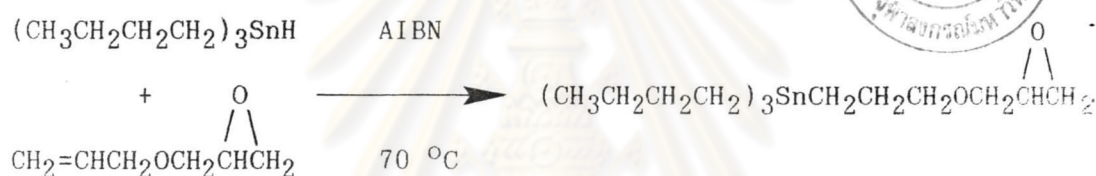
รูปที่ 3.25 แมสสเปกตรัม ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_3\text{N}_2\text{Cl}_2)_2$

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.3.5 การเตรียมสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ epoxide ether

การเตรียมสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ epoxide ether เตรียมโดยการทำปฏิกิริยาไฮโดรสแตนเนชันของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ไฮโดรด์ กับ allyl glycidyl ether ตามวิธีของ van der Kerk และเพื่อนร่วมงาน (37)

#### 3.3.5.1 การเตรียมสารประกอบ tributyl [3-(oxiranylmethoxy) propyl ] stannane



นำของผสมของ tributyltin hydride จำนวน 7.27 กรัม (0.025 โมล) กับ allyl glycidyl ether จำนวน 4.34 กรัม (0.038 โมล) และ AIBN จำนวน 0.18 กรัม (0.001 โมล) มาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำไปกลั่นลดความดันโดยใช้เครื่อง kugelrohr เพื่อกลั่นเอา allyl glycidyl ether ที่เหลือจากปฏิกิริยาออกไป ส่วนที่เหลือจากการกลั่นนำไปทำหับรึสุทธ์ โดยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี (ใช้ silica gel เป็นตัวดูดซับ และชะล้างด้วยตัวทำละลายผสมของ hexane ต่อ chloroform ในอัตราส่วน 1 : 4 โดยปริมาตร สารประกอบที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี ได้ผลผลิต 88% หนัก 8.91 กรัม (0.02 โมล) นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT IR Spectrophotometer และ FT NMR Spectrometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

อินฟราเรดสเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 2956-2854, 1463, 1377, 1252, 1109, 846, 759, 690, 668  $\text{cm}^{-1}$  ดังในรูปที่ 3.26

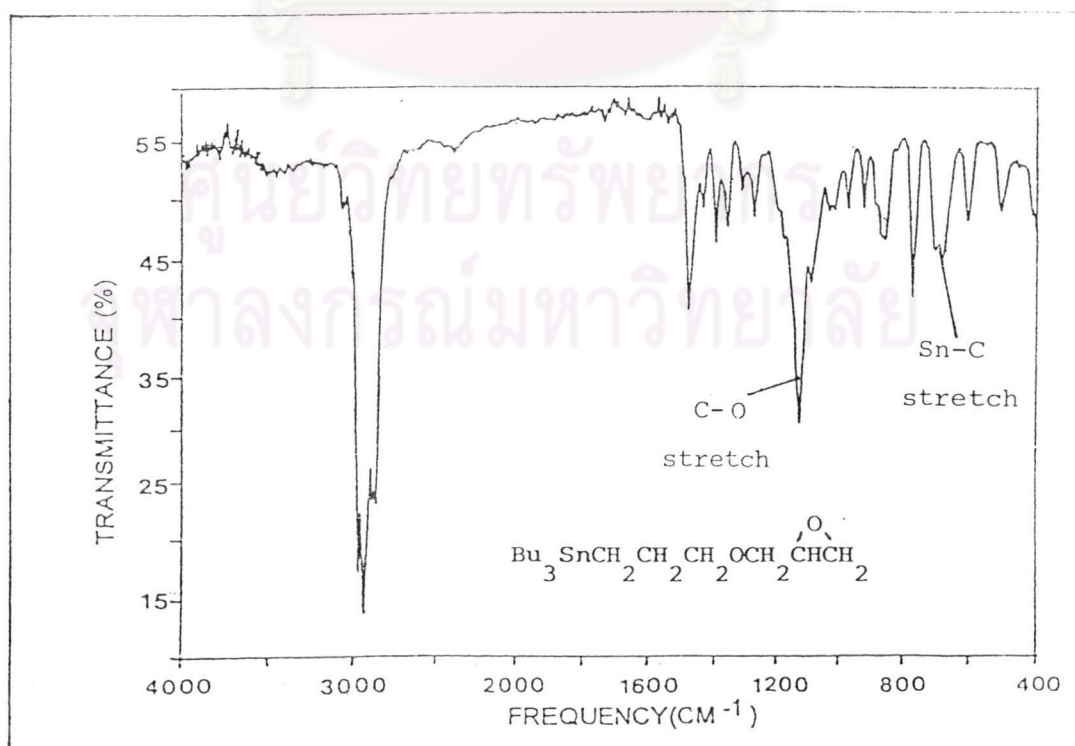
โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของโปรตอนที่เคมีคัลชิฟท์ 3.44 (dd, 1H); 3.42 (dd, 1H); 3.21-3.07 (m, 2H); 2.88 (m, 1H); 2.54 (dd, 1H); 2.50 (dd, 2H); 1.54-1.50 (m, 2H); 1.25-1.22 (m, 6H); 1.12-1.01 (m, 6H); 0.69-0.51 (m, 17H) ppm. ดังในรูปที่ 3.27

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่เคมีคัลชิฟท์ 4.04 (t,  $^1J(\text{C-Sn}) = 154 \text{ Hz}$ ); 8.36 (t,  $^1J(\text{C-Sn}) = 152 \text{ Hz}$ ); 13.24 (s); 26.56 (t,  $^2J(\text{C-Sn}) = 8 \text{ Hz}$ ); 26.97 (t,  $^3J(\text{C-Sn}) = 27 \text{ Hz}$ ); 28.81 (t,  $^2J(\text{C-Sn}) = 10 \text{ Hz}$ ); 43.73 (s); 50.34 (s); 71.11 (s); 74.61 (t,  $^3J(\text{C-Sn}) = 30 \text{ Hz}$ ) ppm. ดังในรูปที่ 3.28

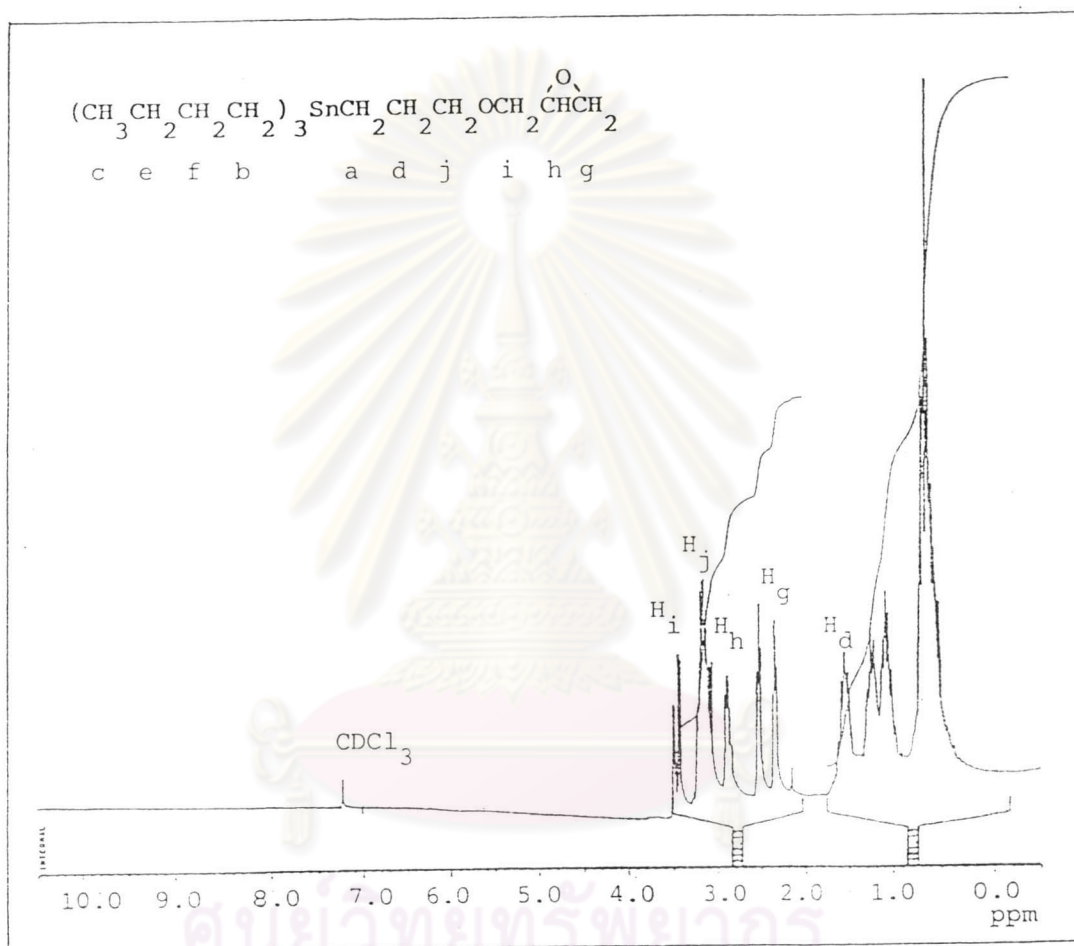
COSY สเปกตรัม แสดงในรูปที่ 3.29

NOESY สเปกตรัม แสดงในรูปที่ 3.30

$^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  shift correlations สเปกตรัม แสดงในรูปที่ 3.31

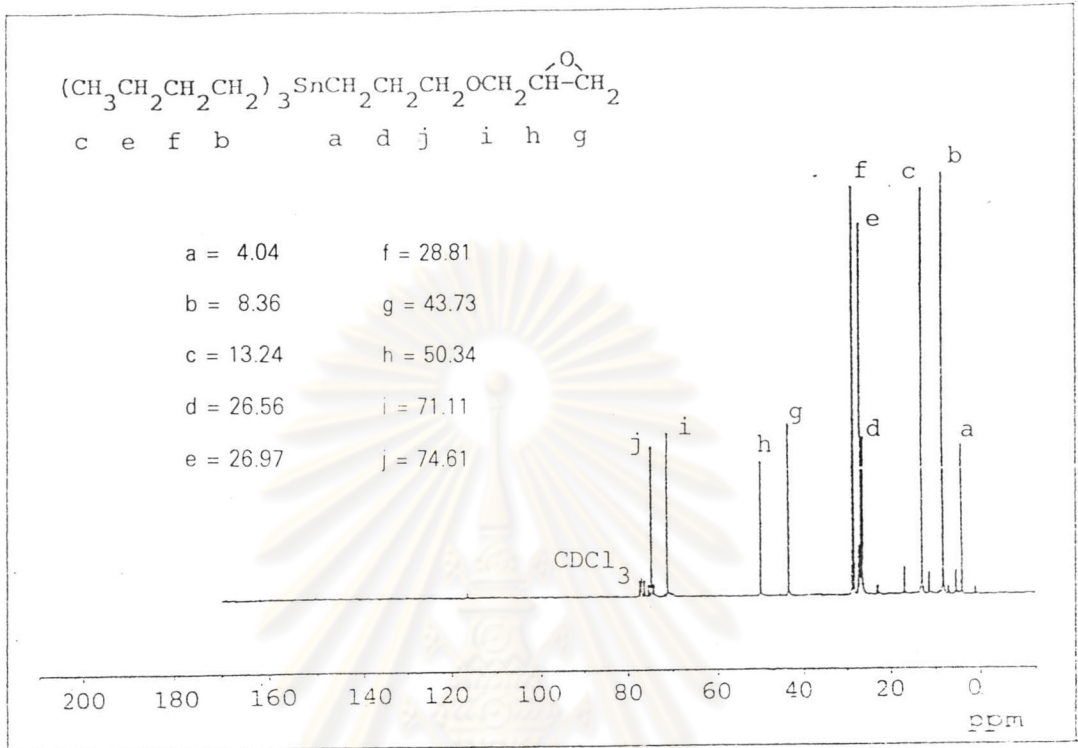


รูปที่ 3.26 FTIR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$



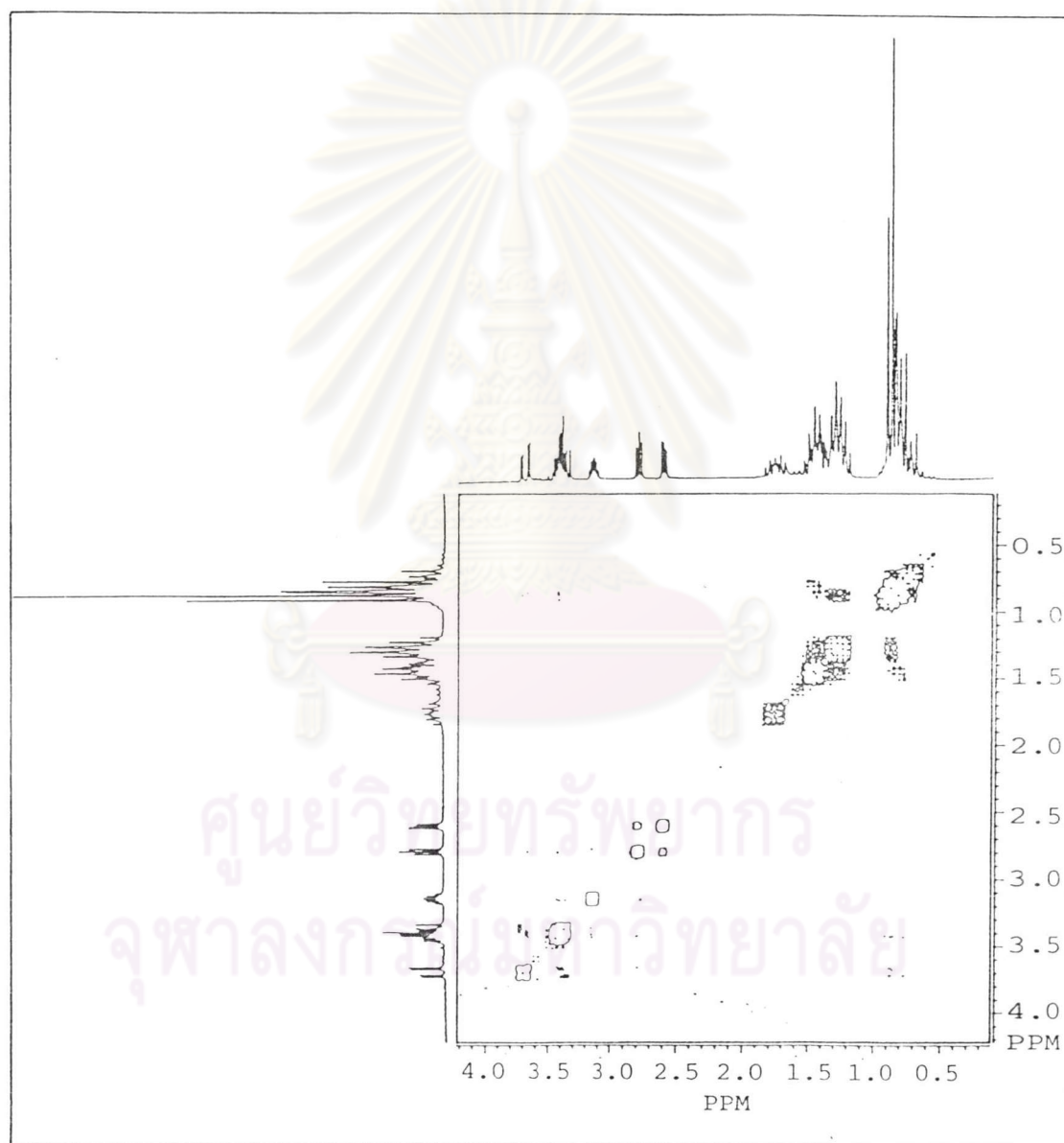
รูปที่ 3.27  $^1\text{H-NMR}$  Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{C}}}\text{CH}_2$

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

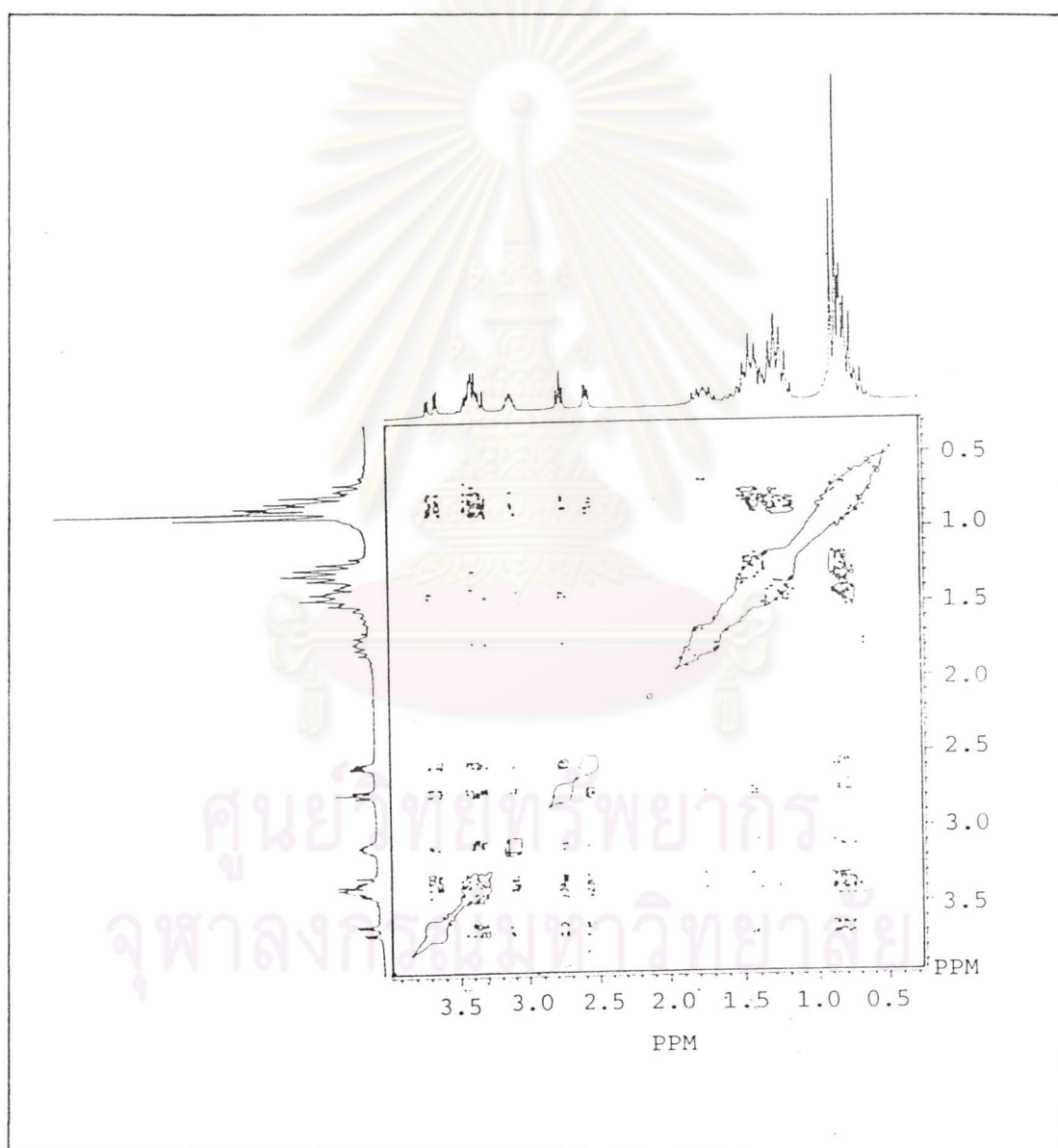


รูปที่ 3.28 <sup>13</sup>C-NMR Spectrum ของ Bu<sub>3</sub>SnCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>CH(O)CH<sub>2</sub>

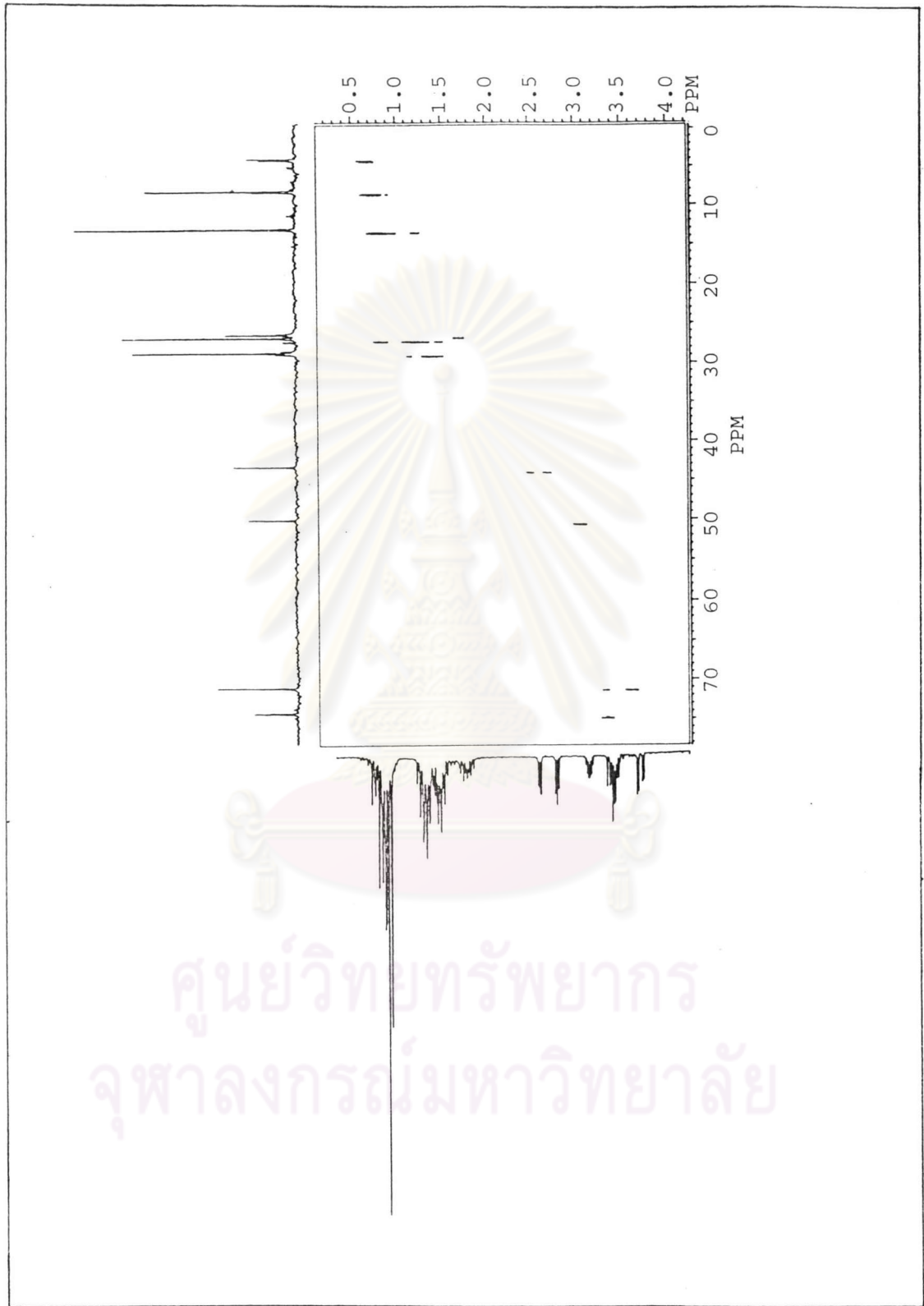
ศูนย์วิทยทรัพยากร  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.29 COSY Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\overset{\text{O}}{\text{C}}\text{HCH}_2$



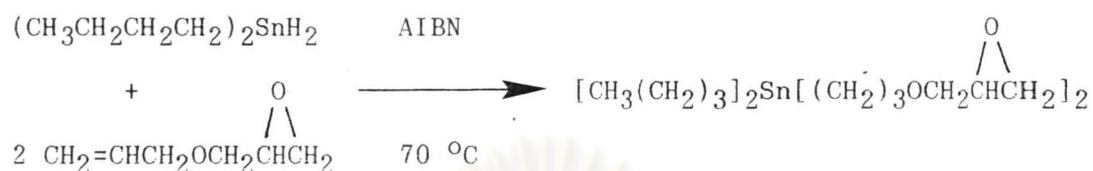
รูปที่ 3.30 NOESY Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$



รูปที่ 3.31  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  Shift Correlations Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{Sn}(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\overset{\text{O}}{\text{C}}\text{HCH}_2$



### 3.3.5.2 Dibutylbis[3-(oxiranylmethoxy)propyl] stannane



เตรียมตามวิธีในข้อ 1. โดยใช้ dibutyltin hydride จำนวน 5.87 กรัม (0.025 โมล) allyl glycidyl ether จำนวน 8.56 กรัม (0.075 โมล) และ AIBN จำนวน 0.18 กรัม (0.001 โมล) ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้บริสุทธิ์โดยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี (ใช้ silica gel เป็นตัวดูดซับ และชะล้างด้วย chloroform) สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็น ของเหลวใส ไม่มีสี ได้ผลผลิต 78% (หนัก 9.03 กรัม ; 0.02 โมล) นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT IR Spectrophotometer และ FT NMR Spectrometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

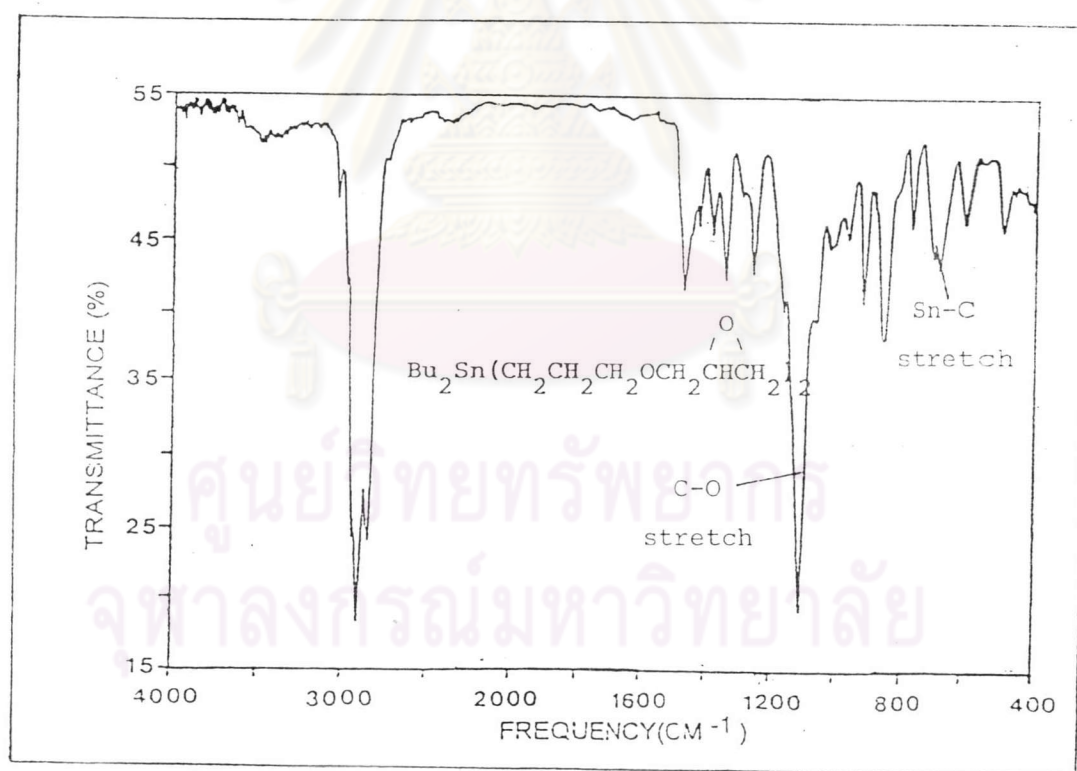
FT IR สเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 2994-2856, 1462, 1378, 1253, 1108, 910, 847 และ 691-671  $\text{cm}^{-1}$  ดังในรูปที่ 3.32

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของโปรตอนที่เคมีคัลชิฟท์ 3.65(dd, 2H); 3.59(dd, 2H); 3.38-3.24(m, 4H); 3.07(dd, 2H); 3.01(dd, 2H); 2.72(dd, 2H); 2.53 (dd, 2H); 1.77-1.62 (m, 4H); 1.46-1.29 (m, 4H); 1.26-1.12(m, 4H) และ 0.83-0.65 (m, 14H) ppm. ดังในรูปที่ 3.33

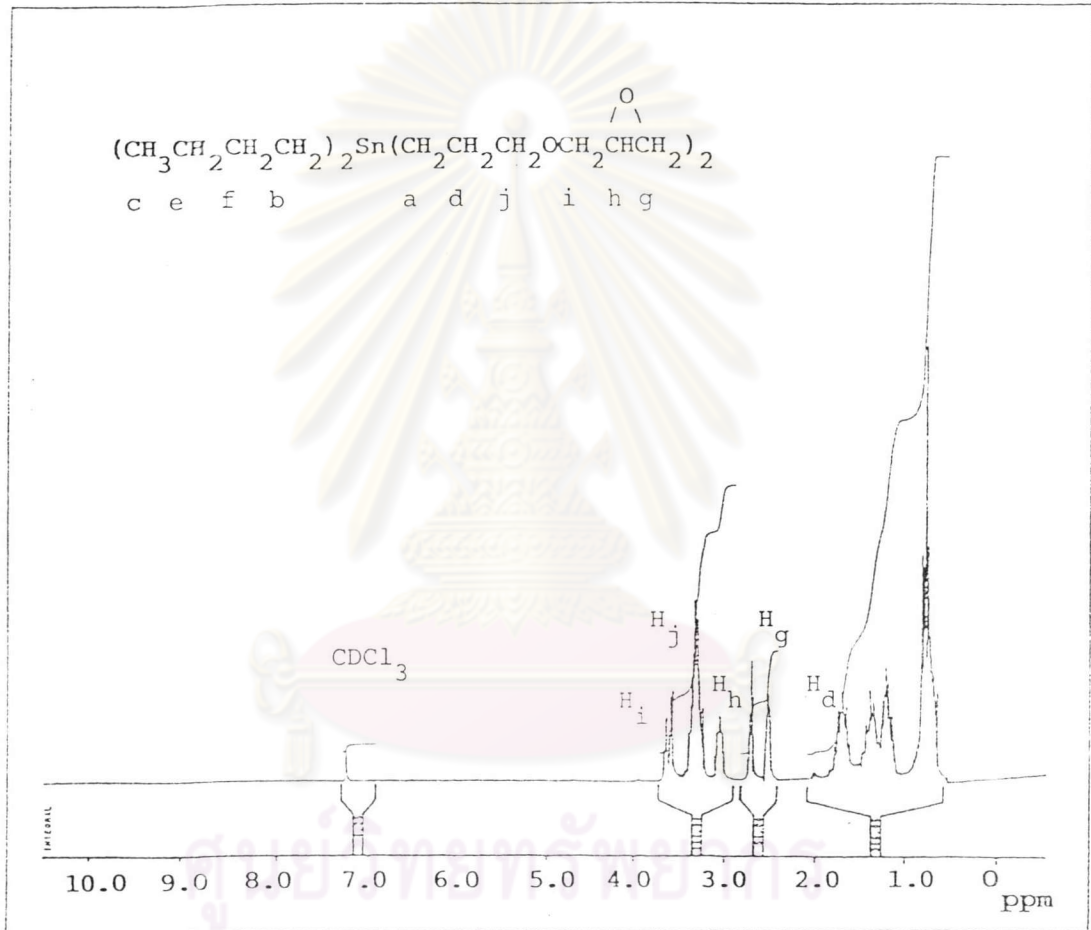
คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่เคมีคัลชิฟท์ 4.36 (t,  $^1\text{J}(\text{C-Sn}) = 155 \text{ Hz}$ ); 8.70 (t,  $^1\text{J}(\text{C-Sn}) = 162 \text{ Hz}$ ); 13.57 (s); 26.78 (t,  $^2\text{J}(\text{C-Sn}) = 9 \text{ Hz}$ ); 27.25 (t,  $^3\text{J}(\text{C-Sn}) = 27 \text{ Hz}$ );

29.03 (t,  $^2J(C-Sn) = 10$  Hz); 44.14 (s); 50.68 (s); 71.41 (s);  
74.83 (t,  $^3J(C-Sn) = 31$  Hz) ppm. ดังในรูปที่ 3.34

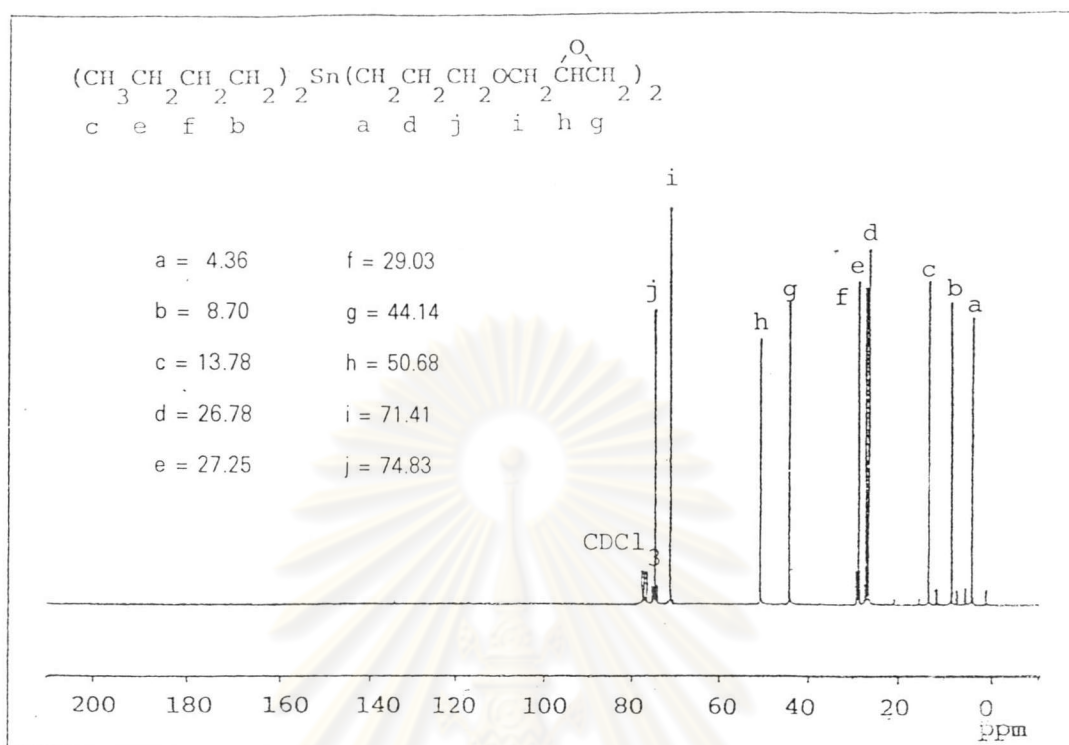
DEPT 135 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ปรากฏสัญญาณด้านบน (up phase) ของ  $CH_3$  ที่เคมีคัลชิฟท์ 4.36, 8.70, 26.78, 27.25, 29.03, 44.14, 71.41 และ 74.83 ppm ปรากฏสัญญาณด้านล่าง (down phase) ของ  $CH_3$  ที่เคมีคัลชิฟท์ 13.57 ppm และของ CH ที่เคมีคัลชิฟท์ 50.68 ppm ดังในรูปที่ 3.35



รูปที่ 3.32 FTIR Spectrum ของ  $Bu_2Sn(CH_2CH_2CH_2OCH_2CHCH_2)_2$

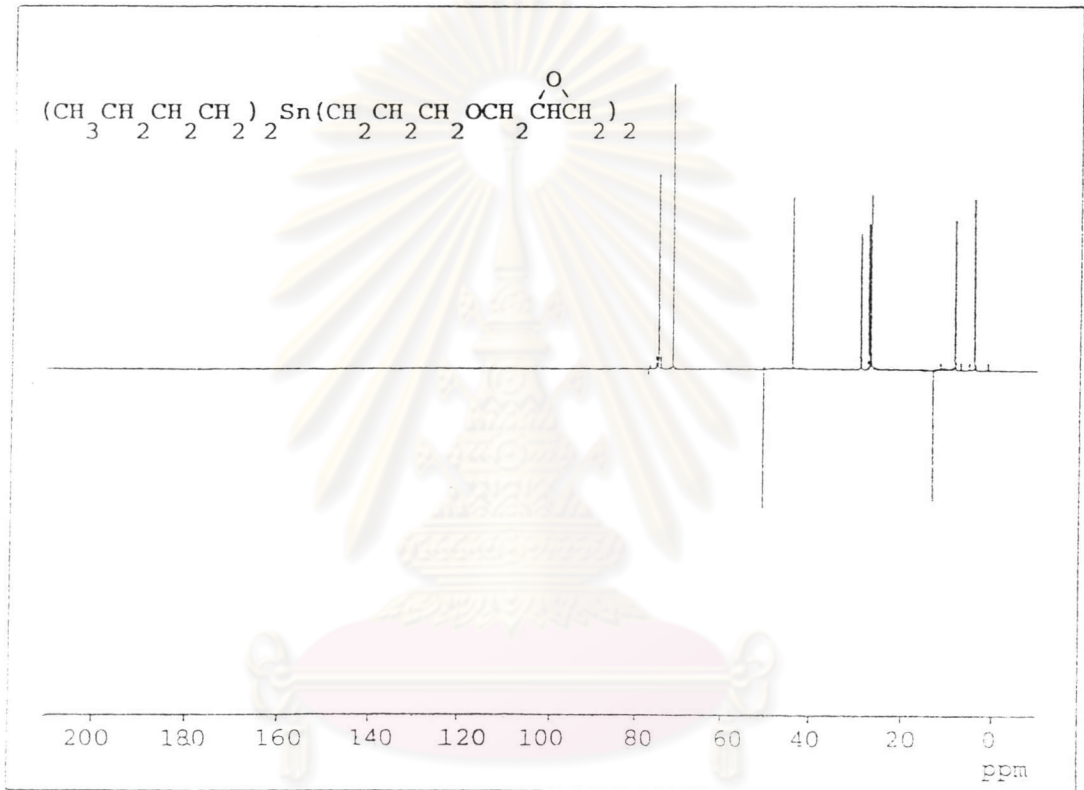


รูปที่ 3.33  $^1\text{H-NMR}$  Spectrum ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CHCH}_2)_2$



รูปที่ 3.34  $^{13}\text{C}$ -NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\overset{\text{O}}{\text{C}}\text{HCH}_2)_2$

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



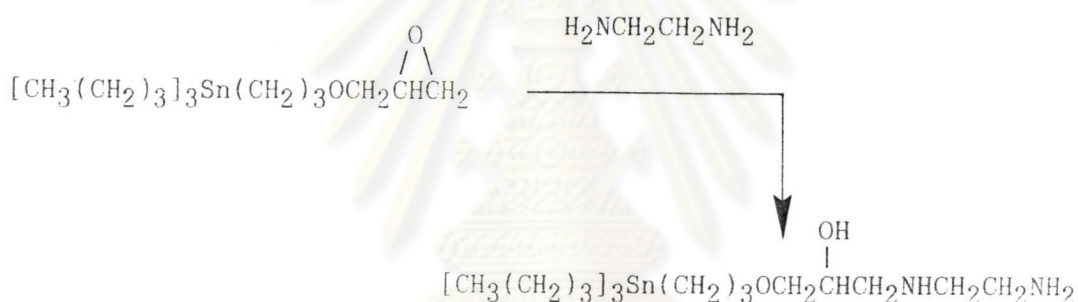
รูปที่ 3.35 DEPT 135  $^{13}\text{C}$ -NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2)_2$

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.3.6 ปฏิกิริยาการเปิดวง epoxide ของสารประกอบคีบูกอินทรีย์ที่มีหมู่ epoxy ether โดยสารประกอบ ethylene diamine

ในการเปิดวง epoxide ของสารประกอบคีบูกอินทรีย์ที่มีหมู่ epoxy ether โดย ethylene diamine เตรียมโดยดัดแปลงวิธีการของ Pollard และเพื่อนร่วมงาน(44)

#### 3.3.6.1 $(C_4H_9)_3SnCH_2CH_2CH_2OCH_2CH(OH)CH_2NHCH_2CH_2NH_2$ )



นำสารประกอบ ethylene diamine จำนวน 1.5 กรัม (0.025 โมล) ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 50 มิลลิลิตร นำไปแช่เย็นใน cooling bath ซึ่งวางอยู่บน magnetic stirrer ที่อุณหภูมิประมาณ 5-10 °C ใส่ magnetic bar แล้วค่อย ๆ หยด สารประกอบ tributyl[3-(oxiranylmethoxy)propyl]stannane จำนวน 2.03 กรัม(0.005 โมล) พร้อมคน หลังจากหยดหมดแล้ว คนต่ออีก 4 ชั่วโมง แล้วล้างด้วยน้ำเย็นครั้งละ 25 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง สารประกอบที่ได้จะมีลักษณะเป็นวุ้นสีขาวขุ่น สกัดด้วย chloroform ต่อ น้ำ (4 : 1) ครั้งละ 50 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง นำชั้น chloroform มาทำให้ปราศจากน้ำด้วย anhydrous  $MgSO_4$  กรอง นำชั้น chloroform มาระเหยออก โดยใช้เครื่องระเหยสูญญากาศแบบหมุน (ระเหยที่อุณหภูมิไม่เกิน 30 °C) จะได้สารประกอบเป็น ของเหลวขุ่นไม่มีสี หนัก 1.98 กรัม (85 %) นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT IR

Spectrophotometer, FT NMR Spectrometer และ Mass Spectrometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

FT IR สเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 3308, 2956-2853, 1665, 1461, 1377, 1180-1044, 872 และ 689-669  $\text{cm}^{-1}$  ดังในรูปที่ 3.36

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของโปรตอนที่เคมีคัลชิฟต์ 3.81 (m, 1H); 3.36-3.29 (m, 4H); 2.95 (s, 2H); 2.76-2.57 (m, 6H); 1.77-1.61 (m, 2H); 1.49-1.33 (m, 6H); 1.29-1.15 (m, 6H) และ 0.86-0.62 (m, 15H) ppm. ในสารละลายที่เจือจาง ดังในรูปที่ 3.37A และในสารละลายที่เข้มข้น แสดงการ shift ของสัญญาณที่เคมีคัลชิฟต์ 2.95 ppm. ไปที่เคมีคัลชิฟต์ 3.15 ppm. ดังในรูปที่ 3.37B

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่เคมีคัลชิฟต์ 4.14 (t,  $^1J(\text{C-Sn}) = 153 \text{ Hz}$ ); 8.52 (t,  $^1J(\text{C-Sn}) = 159 \text{ Hz}$ ); 13.47 (s); 26.67 (t,  $^2J(\text{C-Sn}) = 9 \text{ Hz}$ ); 27.15 (t,  $^3J(\text{C-Sn}) = 26 \text{ Hz}$ ); 28.99 (t,  $^2J(\text{C-Sn}) = 10 \text{ Hz}$ ); 40.90(s); 51.19(s); 52.24(s); 68.50(s); 73.58(s) และ 74.88 (t,  $^3J(\text{C-Sn}) = 31 \text{ Hz}$ ) ppm. ดังในรูปที่ 3.38

DEPT 135 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ปรากฏสัญญาณด้านบน (up phase) ของ  $\text{CH}_2$  ที่เคมีคัลชิฟต์ 4.14, 8.52, 26.67, 27.15, 28.99, 40.90, 51.19, 52.24, 73.58 และ 74.88 ppm. ปรากฏสัญญาณด้านล่าง (down phase) ของ  $\text{CH}_3$  ที่เคมีคัลชิฟต์ 13.47 ppm. และของ CH ที่เคมีคัลชิฟต์ 68.50 ppm. ดังในรูปที่ 3.39

COSY สเปกตรัม แสดงในรูปที่ 3.40

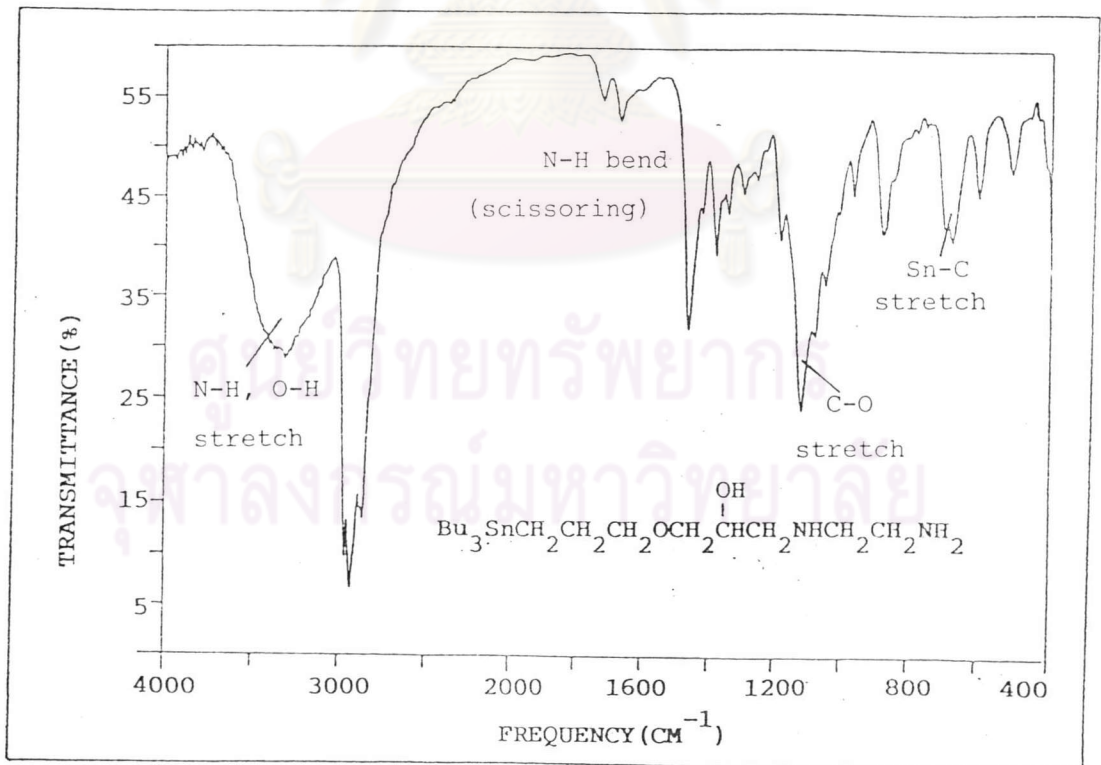
NOESY สเปกตรัม แสดงในรูปที่ 3.41

$^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  shift correlations สเปกตรัม แสดงในรูปที่ 3.42

แมสสเปกตรัม ปรากฏสัญญาณของไอออนเชิงบวก (M<sup>+</sup>) ที่ m/e 465 นอกจากนี้ ยังพบสัญญาณที่ 435, 409, 348, 291, 235, 177, 143, 98 ดังในรูปที่ 3.43

การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์องค์ประกอบของธาตุ ปรากฏผลดังนี้

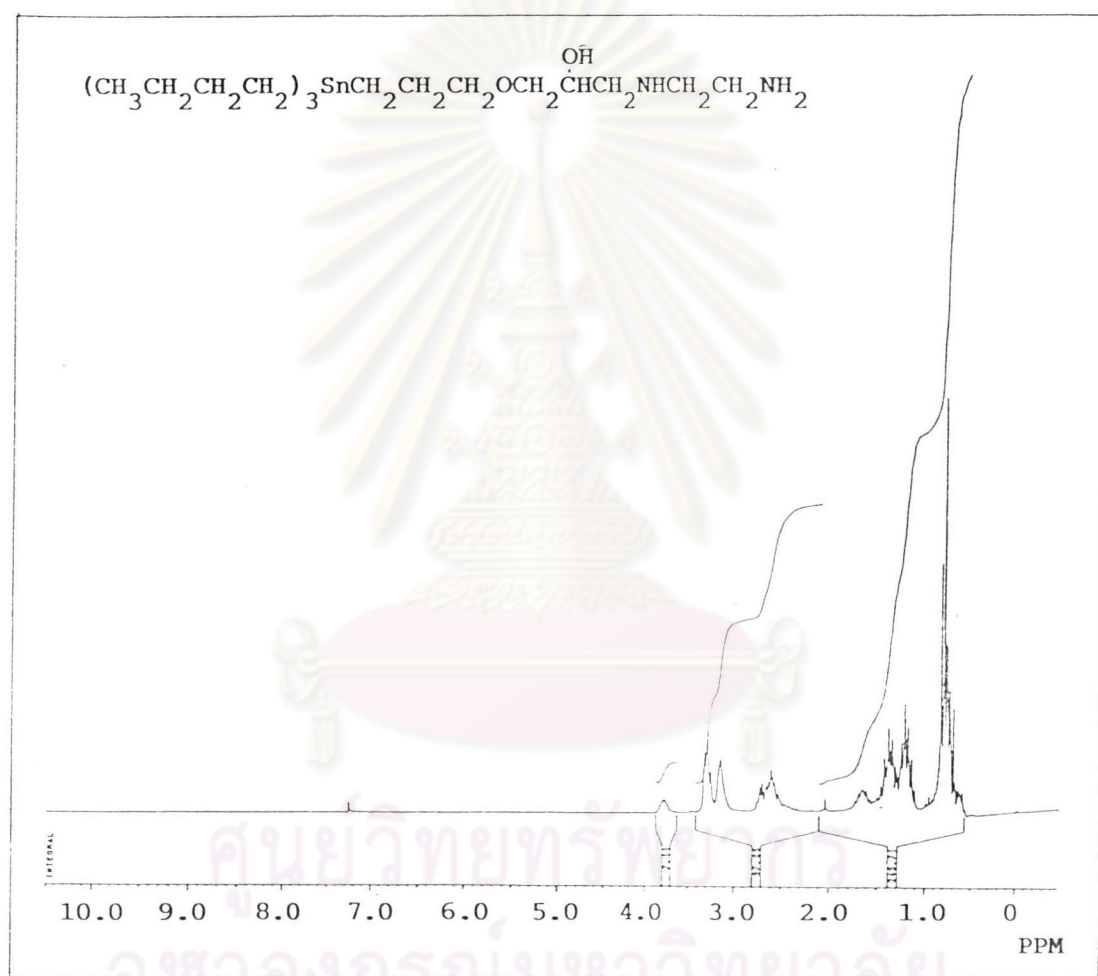
	%C	%H	%N
คำนวณจากสูตรโมเลกุล	51.60	9.9	5.16
จากการวิเคราะห์หาธาตุ	47.95	9.9	5.10



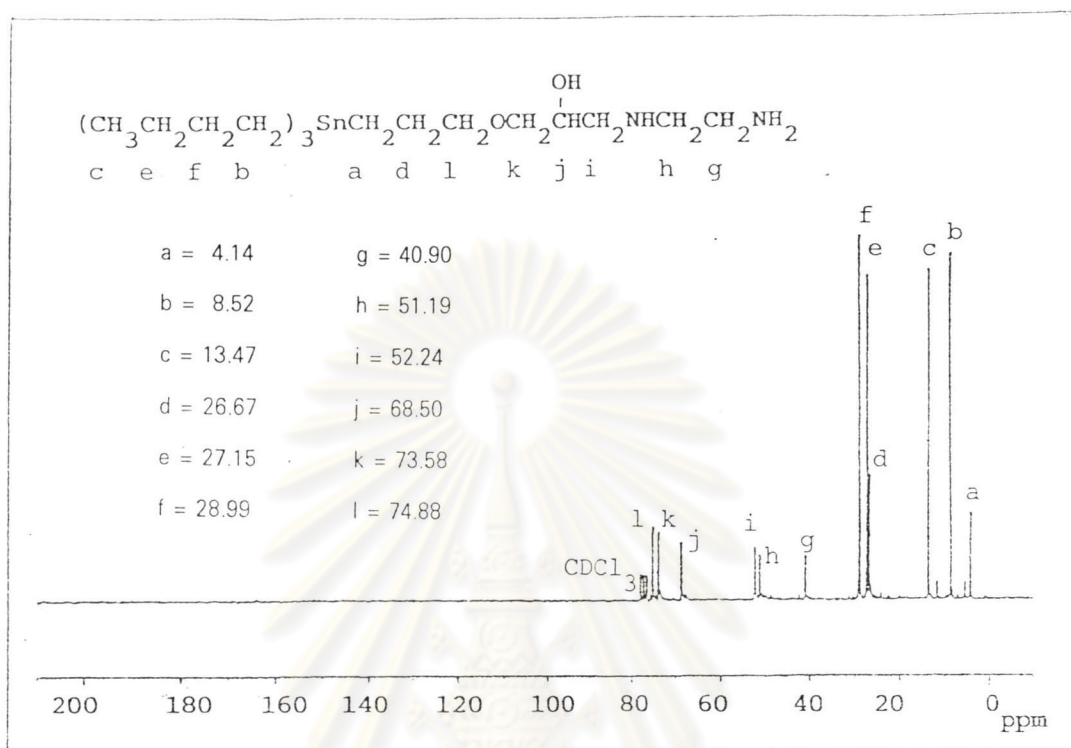
รูปที่ 3.36 FTIR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{Sn}(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\overset{\text{OH}}{\underset{|}{\text{C}}}\text{HCH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$





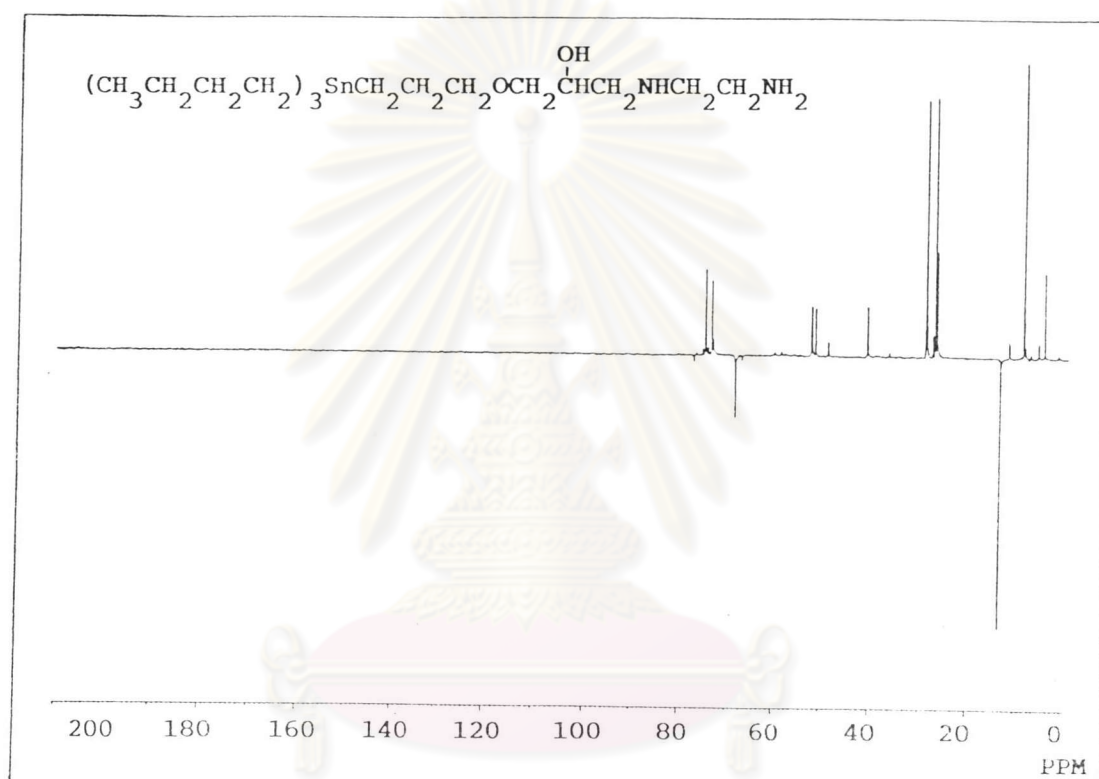


รูปที่ 3.37B  $^1\text{H-NMR}$  Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{Sn}(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\overset{\text{OH}}{\text{C}}\text{HCH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$   
 ในสารละลายที่ เข้มข้น

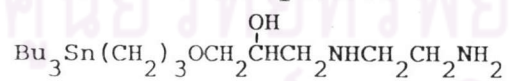


รูปที่ 3.38  $^{13}\text{C}$ -NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{Sn}(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\overset{\text{OH}}{\underset{|}{\text{C}}}\text{HCH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$

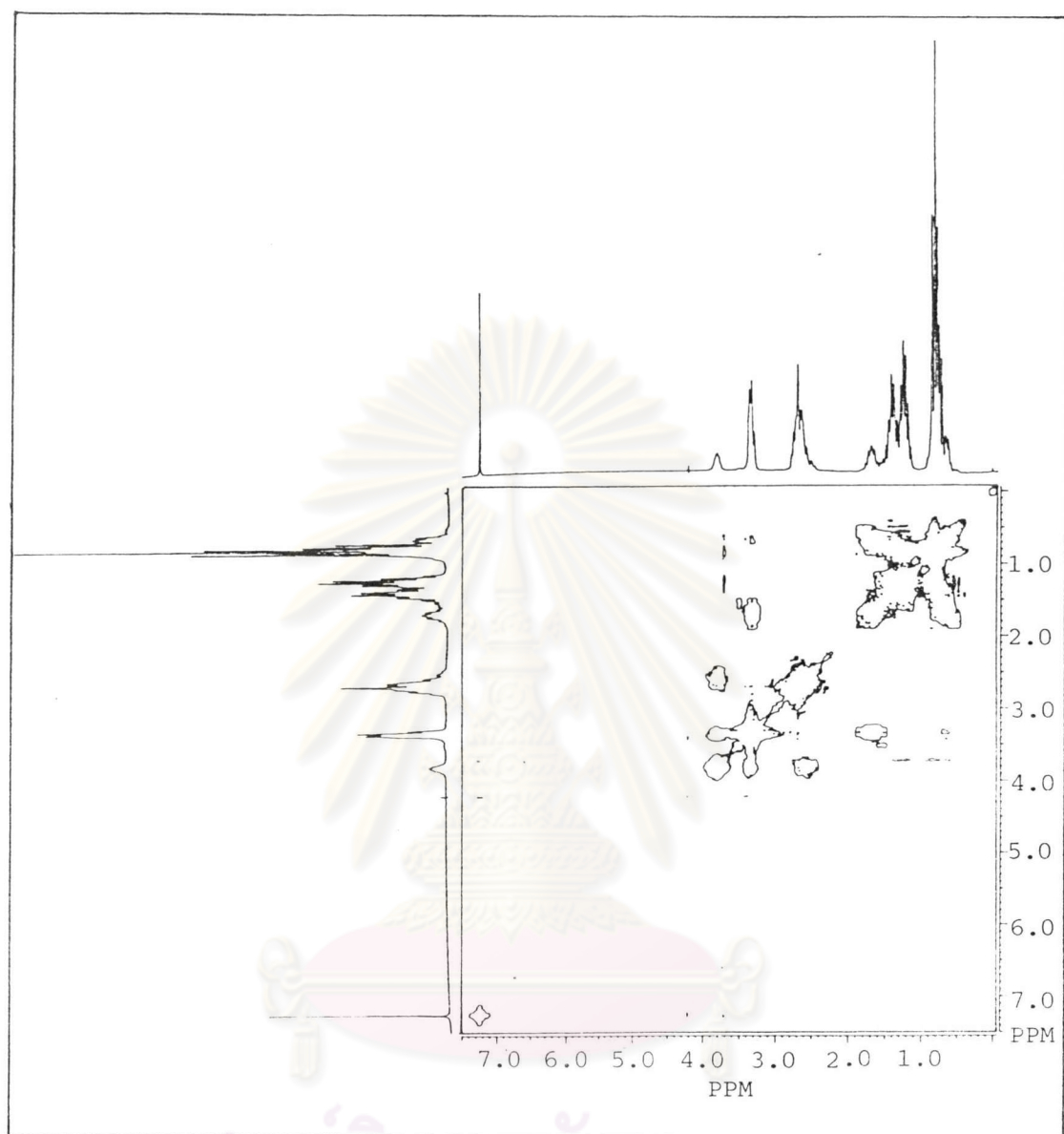
ศูนย์วิทยทรัพยากร  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.39 DEPT 135  $^{13}\text{C}$ -NMR Spectrum ของ

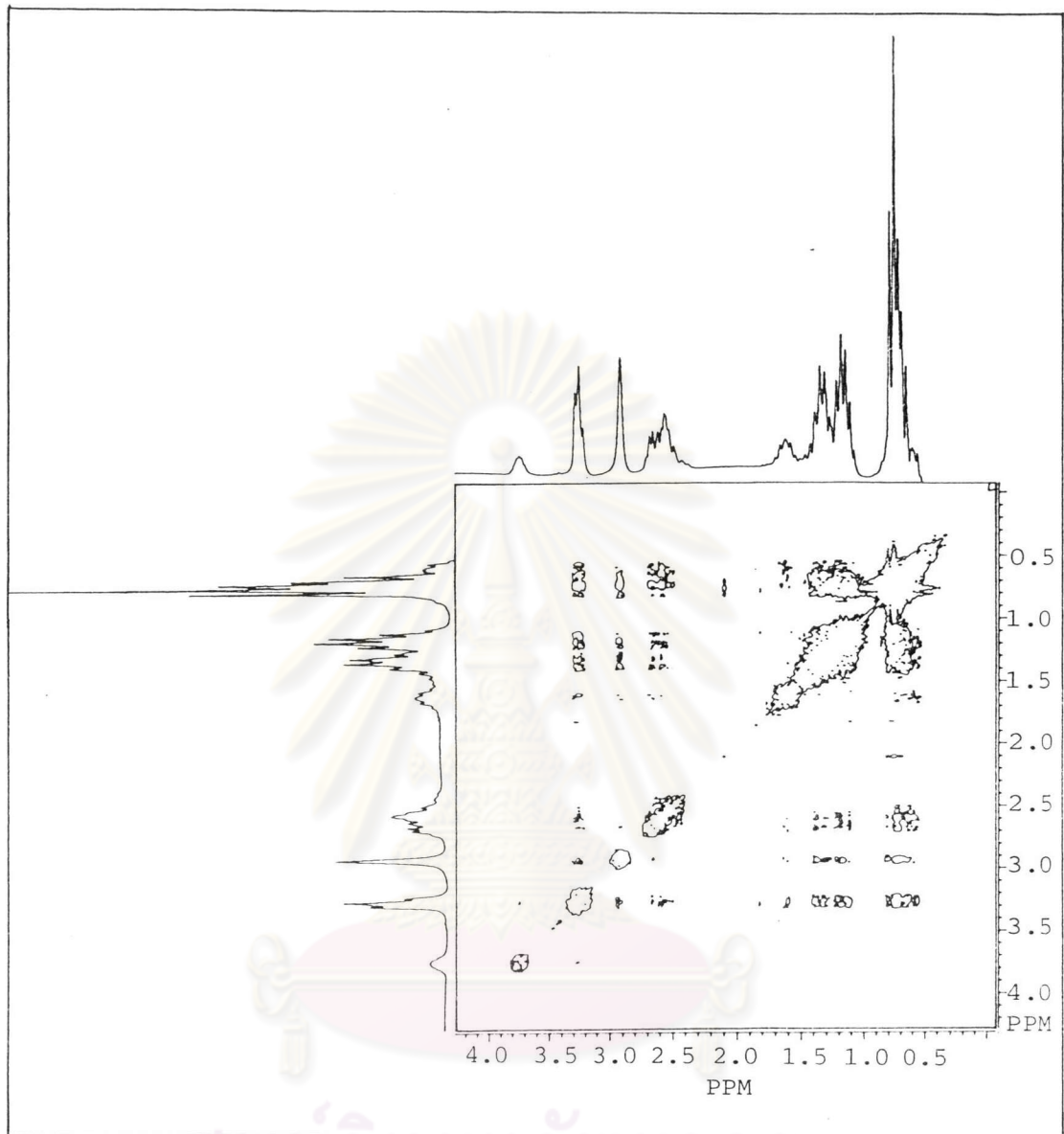


จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



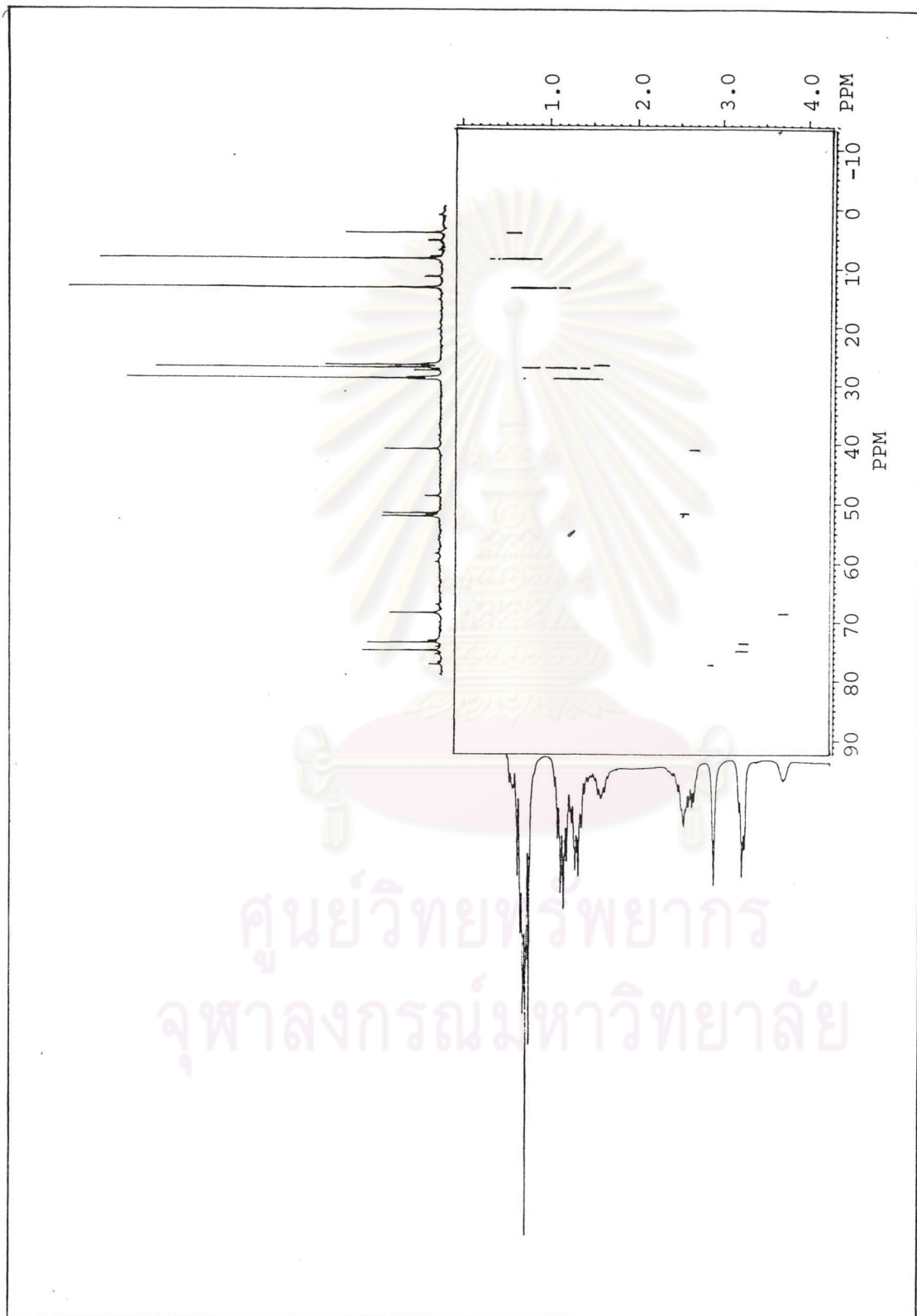
รูปที่ 3.40 COSY Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{Sn}(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\overset{\text{OH}}{\text{C}}\text{HCH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

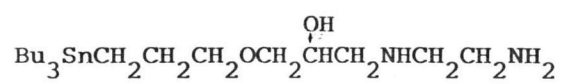


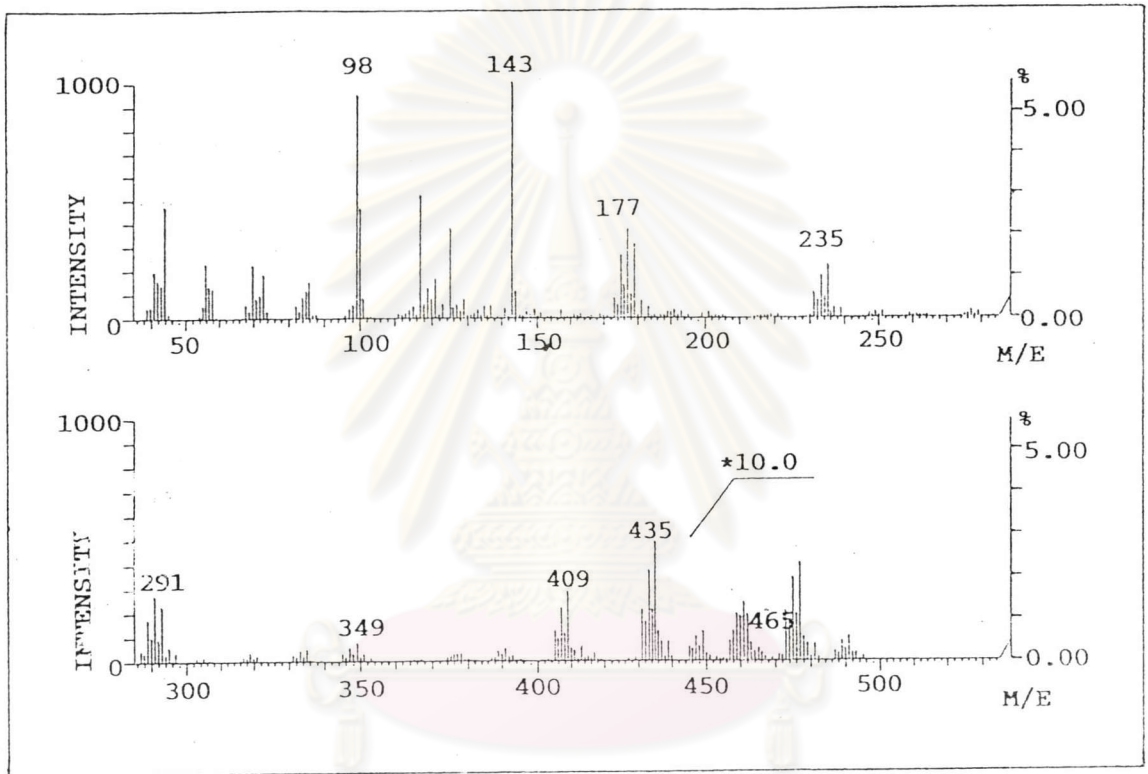
รูปที่ 3.4 | NOESY Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{Sn}(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\overset{\text{OH}}{\text{C}}\text{HCH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.42  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  Shift Correlations Spectrum ของ

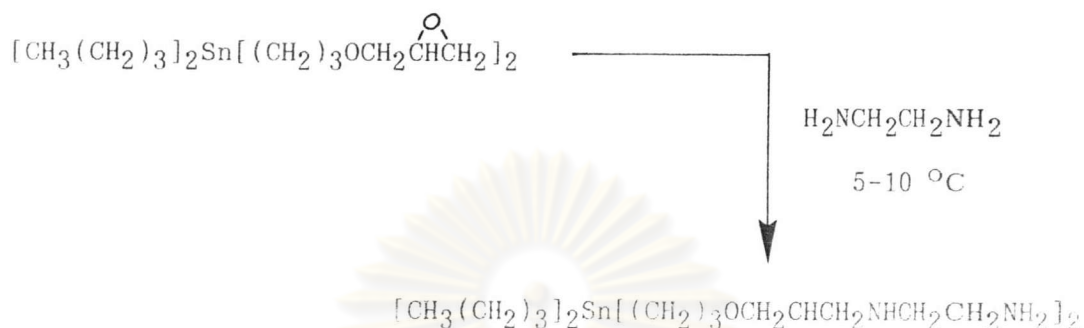




รูปที่ 3.43 แมสสเปกตรัม ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\overset{\text{OH}}{\text{C}}\text{HCH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$

ศูนย์วิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



3.3.6.2  $(C_4H_9)_2Sn(CH_2CH_2CH_2OCH_2CH(OH)CH_2NHCH_2CH_2NH_2)_2$ 

เตรียมโดยวิธีเดียวกับข้อ 1. ใช้สารประกอบ ethylene diamine จำนวน 3.00 กรัม (0.05 โมล) สารประกอบ dibutylbis[3-(oxiranylmethoxy)propyl]stannane จำนวน 2.32 กรัม (0.005 โมล) แต่ในขั้นที่สกัดเพื่อแยกเอา ethylene diamine ที่เบาเกินพ้อออกไป ทำได้โดยการเติม chloroform จำนวน 200 มิลลิลิตร ลงไปละลาย แล้วเทลงกรวยแยกขนาด 500 มิลลิลิตร สกัดด้วยน้ำเย็นครั้งละ 25 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง เติม anhydrous  $MgSO_4$  ลงในชั้น chloroform เพื่อดูดน้ำ กรอง แล้วนำไประเหยด้วยเครื่องระเหยสูญญากาศแบบหมุนเพื่อให้ chloroform ออก ที่อุณหภูมิต่ำกว่า  $30\text{ }^\circ C$  เพื่อยังกันไม่ให้สารผลิตภัณฑ์สลายตัว สารประกอบที่ได้มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสีหนัก 1.63 กรัม (56%) นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT IR Spectrophotometer, FT NMR Spectrometer และ Mass Spectrometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

FT IR สเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 3357-3253, 2927-2853, 1663, 1461, 1377, 1179-1035, 873 และ 669  $cm^{-1}$  ดังในรูปที่ 3.44

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $CDCl_3$ ) ปรากฏสัญญาณของโปรตอนที่ เคมิตัลซิฟท์ 3.82 (m, 2H); 3.37-3.29 (m, 8H); 2.77-2.55 (m, 12H); 2.30 (s, 8H); 1.74-1.66 (m, 4H); 1.45-1.17 (m, 8H) และ 0.86-0.66 (m, 14H) ppm. ดังในรูปที่ 3.45

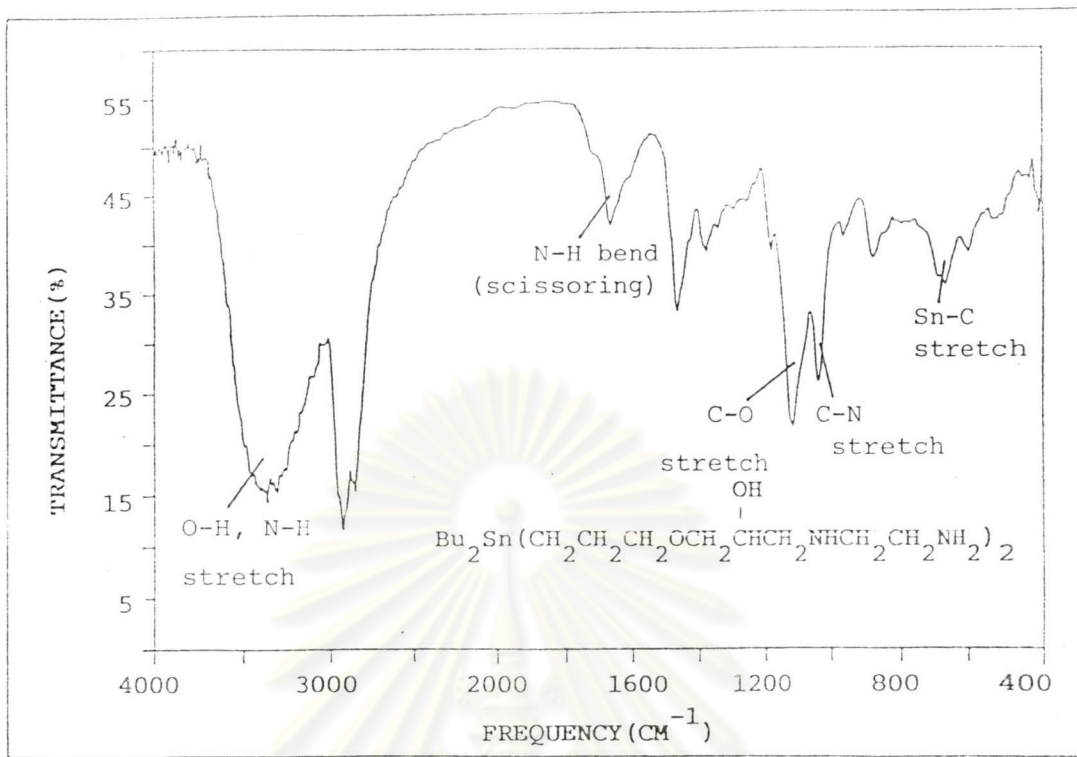
คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่เคมีคัลชิฟท์ 4.40 (t,  $^1\text{J}(\text{C-Sn}) = 153 \text{ Hz}$ ); 8.72 (t,  $^1\text{J}(\text{C-Sn}) = 159 \text{ Hz}$ ); 13.60 (s); 26.71 (t,  $^2\text{J}(\text{C-Sn}) = 8 \text{ Hz}$ ); 27.24 (t,  $^3\text{J}(\text{C-Sn}) = 25 \text{ Hz}$ ); 29.05 (t,  $^2\text{J}(\text{C-Sn}) = 10 \text{ Hz}$ ); 40.95(s); 51.28(s); 52.13(s); 68.66(s); 73.64 (s) และ 74.80 (t,  $^3\text{J}(\text{C-Sn}) = 30 \text{ Hz}$ ) ppm. ดังานรูปที่ 3.46

แมสสเปกตรัม ปรากฏสัญญาณของไอออนเชิงริบเลกุล ( $\text{M}^+$ ) ที่ m/e 583 นอกจากนี้ยังพบสัญญาณที่ 553, 527, 493, 467, 409, 351, 293, 235 และ 177 ดังแสดงในรูปที่ 3.47

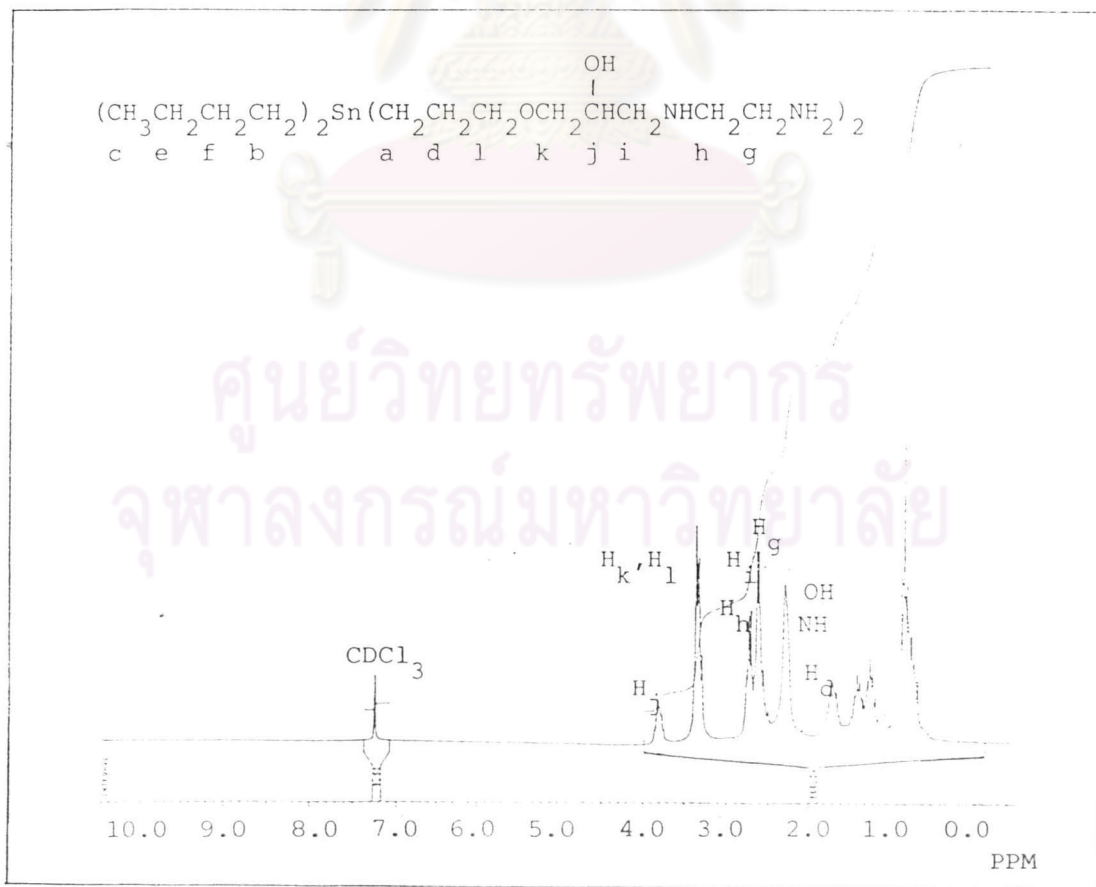
การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์องค์ประกอบของธาตุ ปรากฏผลดังนี้

	%C	%H	%N
คำนวณจากสูตรริบเลกุล	49.4	9.60	9.6
จากการวิเคราะห์หาธาตุ	45.5	9.16	8.6

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

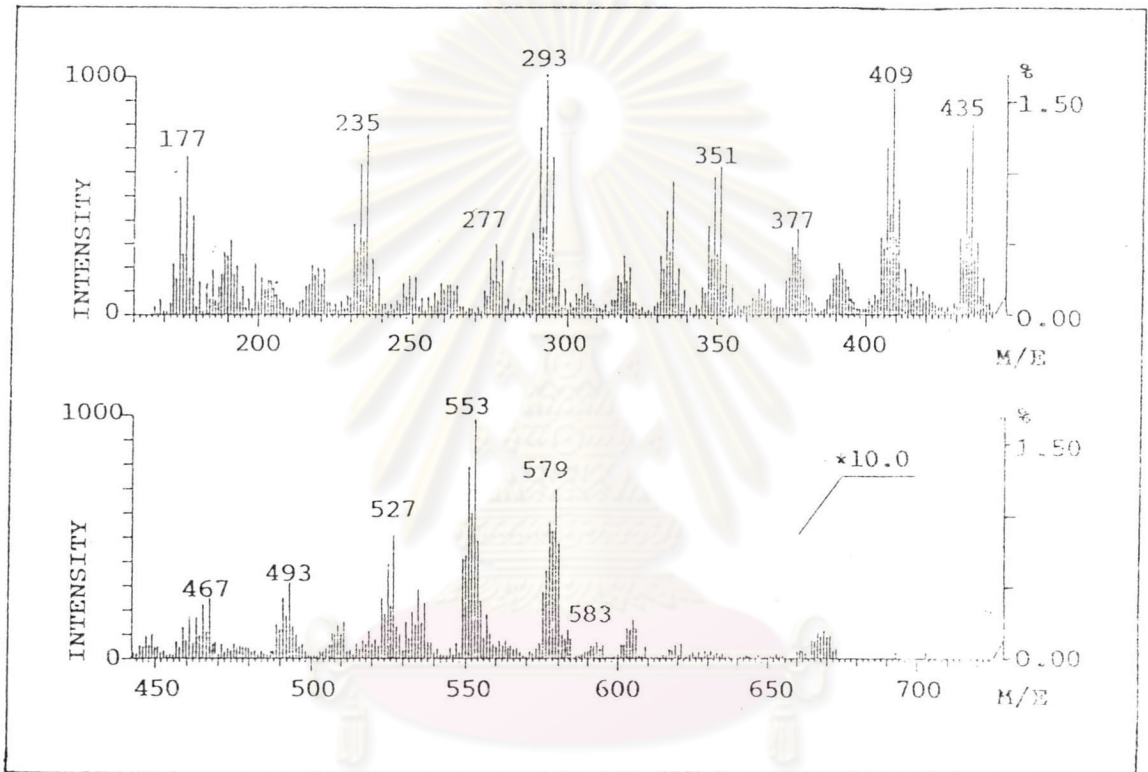


รูปที่ 3.44 FTIR Spectrum ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\underset{\text{OH}}{\text{CH}}\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_2$



รูปที่ 3.45  $^1\text{H-NMR}$  Spectrum ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\underset{\text{OH}}{\text{CH}}\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_2$





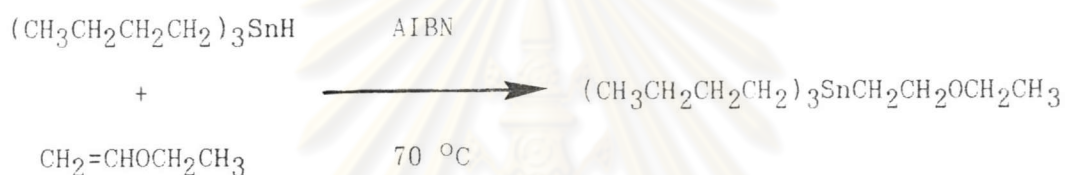
รูปที่ 3.47 แมสสเปกตรัม ของ  $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\overset{\text{OH}}{\text{C}}\text{HCH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_2$

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.3.7 การเตรียมสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ ether

ในการเตรียมสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ ether โดยวิธีไฮโดรสแตนเนชัน ตามวิธีของ van der Kerk (37)

#### 3.3.7.1 สารประกอบ tributyl (2-ethoxyethyl) stannane



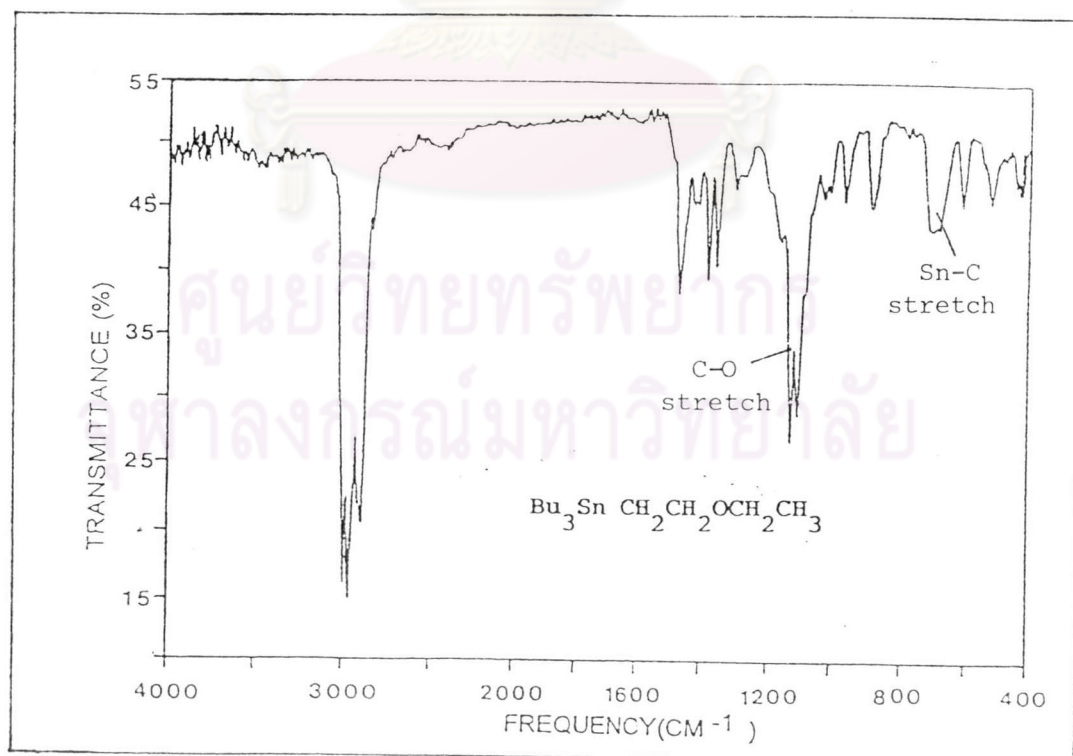
นำของผสมของ tributyltin hydride จำนวน 7.27 กรัม (0.025 โมล) กับ ethyl vinyl ether จำนวน 2.74 กรัม (0.038 โมล) และ AIBN จำนวน 0.18 กรัม (0.001 โมล) มาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำไประเหยไล่ ethyl vinyl ether ที่เหลือออกโดยเครื่องระเหยสุญญากาศแบบหมุน ส่วนที่เหลือนำไปทำให้บริสุทธิ์โดยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี (ใช้ silica gel เป็นตัวดูดซับ และชะล้างด้วยตัวทำละลายผสมของ hexane ต่อ chloroform ในอัตราส่วน 4 : 1 โดยปริมาตร สารประกอบที่เตรียมได้มีลักษณะเป็น ของเหลวใส ไม่มีสี ได้ผลผลิต 85% น้ำหนัก 7.7 กรัม (0.02 โมล) นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT IR Spectrophotometer และ FT NMR Spectrometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

FT IR สเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 2957-2850, 1462, 1375, 1118-1096, 693  $\text{cm}^{-1}$  ดังในรูปที่ 3.48

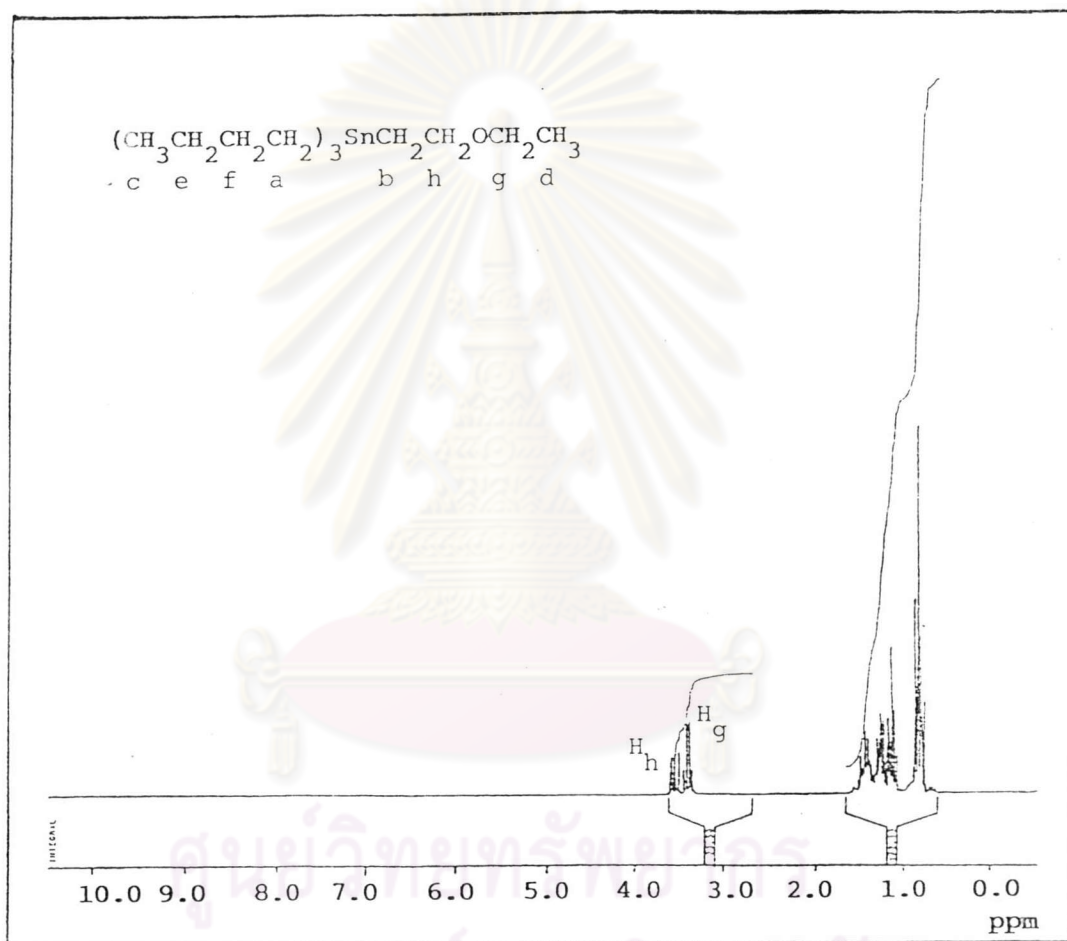
โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของโปรตอนที่เคมีคัลชิฟท์ 3.53 (t, 2H); 3.39 (q, 2H); 1.52-1.37 (m, 6H); 1.34-1.19 (m, 5H); 0.87-0.75 (m, 15H) ppm. ดังในรูปที่ 3.49

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่เคมีคัลชิฟท์ 8.90 (t,  $^1J(\text{C-Sn}) = 163 \text{ Hz}$ ); 10.60 (t,  $^1J(\text{C-Sn}) = 139 \text{ Hz}$ ); 13.54 (s); 15.21 (s); 27.25 (t,  $^3J(\text{C-Sn}) = 27 \text{ Hz}$ ); 29.09 (t,  $^2J(\text{C-Sn}) = 10 \text{ Hz}$ ); 65.17 (s) และ 69.31 (s) ppm. ดังในรูปที่ 3.50

DEPT 135 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ปรากฏสัญญาณด้านบน (up phase) ของ  $\text{CH}_2$  ที่เคมีคัลชิฟท์ 8.90, 10.60, 27.25, 29.09, 65.17 และ 69.31 ppm ปรากฏสัญญาณด้านล่าง (down phase) ของ  $\text{CH}_3$  ที่เคมีคัลชิฟท์ 13.54 และ 15.21 ppm ดังในรูปที่ 3.51

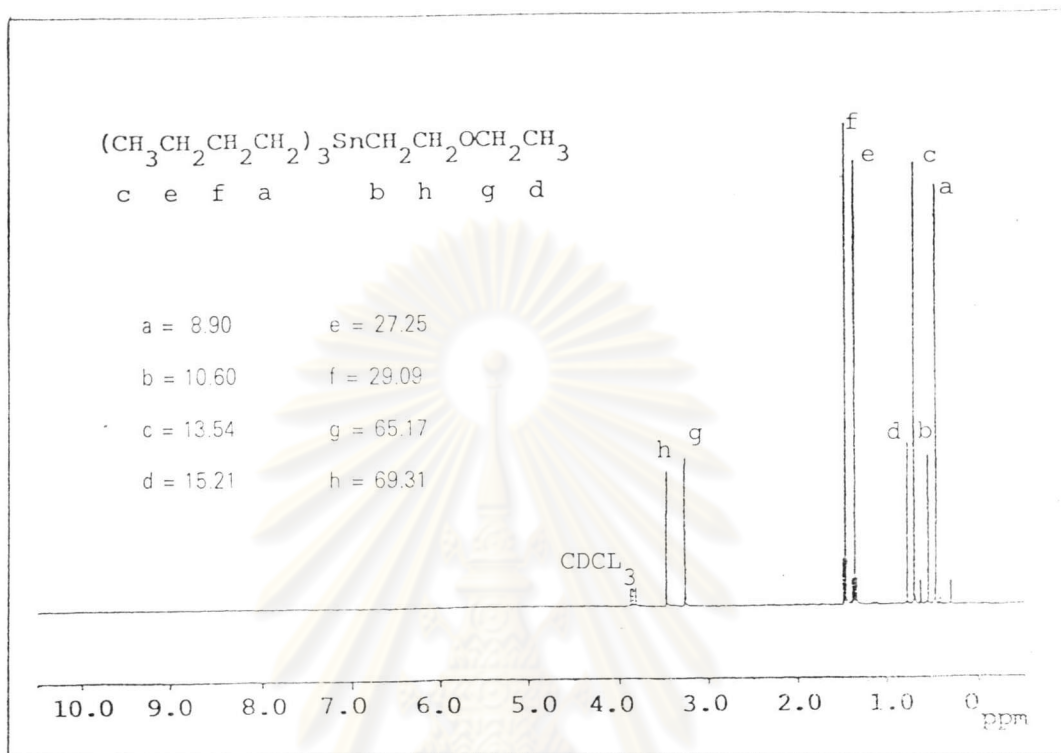


รูปที่ 3.48 FTIR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$



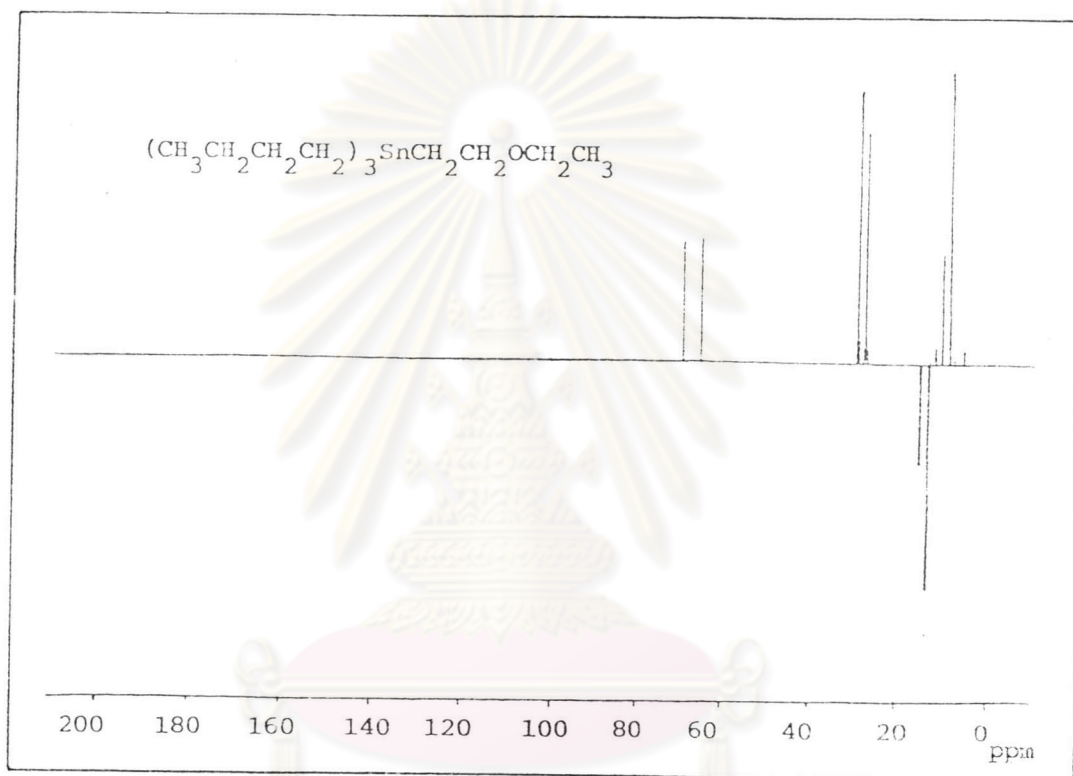
รูปที่ 3.49  $^1\text{H-NMR}$  Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$





รูปที่ 3.50  $^{13}\text{C}$ -NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$

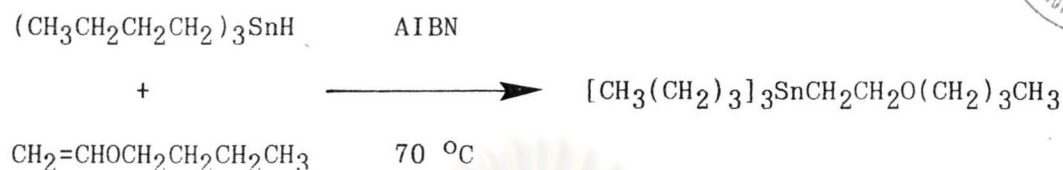
ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.51 DEPT 135  $^{13}\text{C}$ -NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## 3.3.7.2 สารประกอบ (tributyl (2-butoxyethyl) stannane)

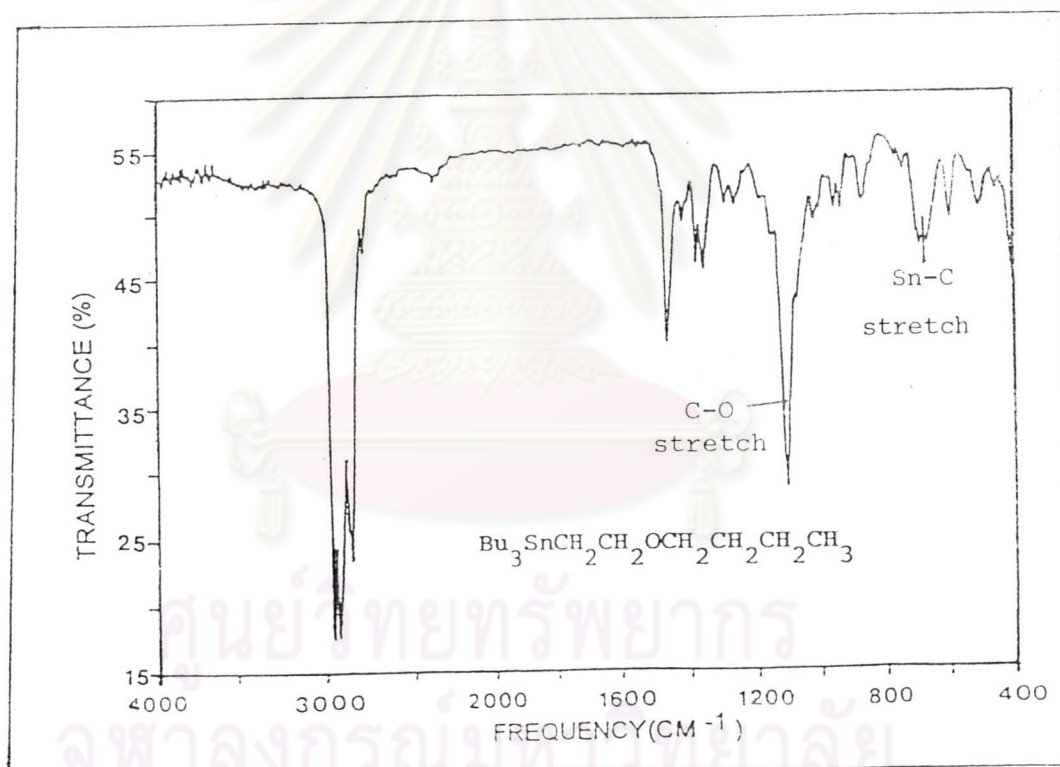


น้ำหนักของผสมของ tributyltin hydride จำนวน 7.27 กรัม (0.025 โมล) กับ butyl vinyl ether จำนวน 3.81 กรัม (0.038 โมล) และ AIBN จำนวน 0.18 กรัม (0.001 โมล) มาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง butyl vinyl ether ที่เหลือจากปฏิกิริยาเอาออก โดยระเหยด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศแบบหมุน ส่วนที่เหลือทำให้บริสุทธิ์โดยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี (ใช้ silica gel เป็นตัวดูดซับ และชะล้างด้วยตัวทำละลายผสมของ hexane ต่อ chloroform ในอัตราส่วน 4 : 1 โดยปริมาตร สารประกอบที่เตรียมได้มีลักษณะเป็น ของเหลวใส ไม่มีสี ได้ผลผลิต 89% น้ำหนัก 9.02 กรัม (0.02 โมล) นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT IR Spectrophotometer และ FT NMR Spectrometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

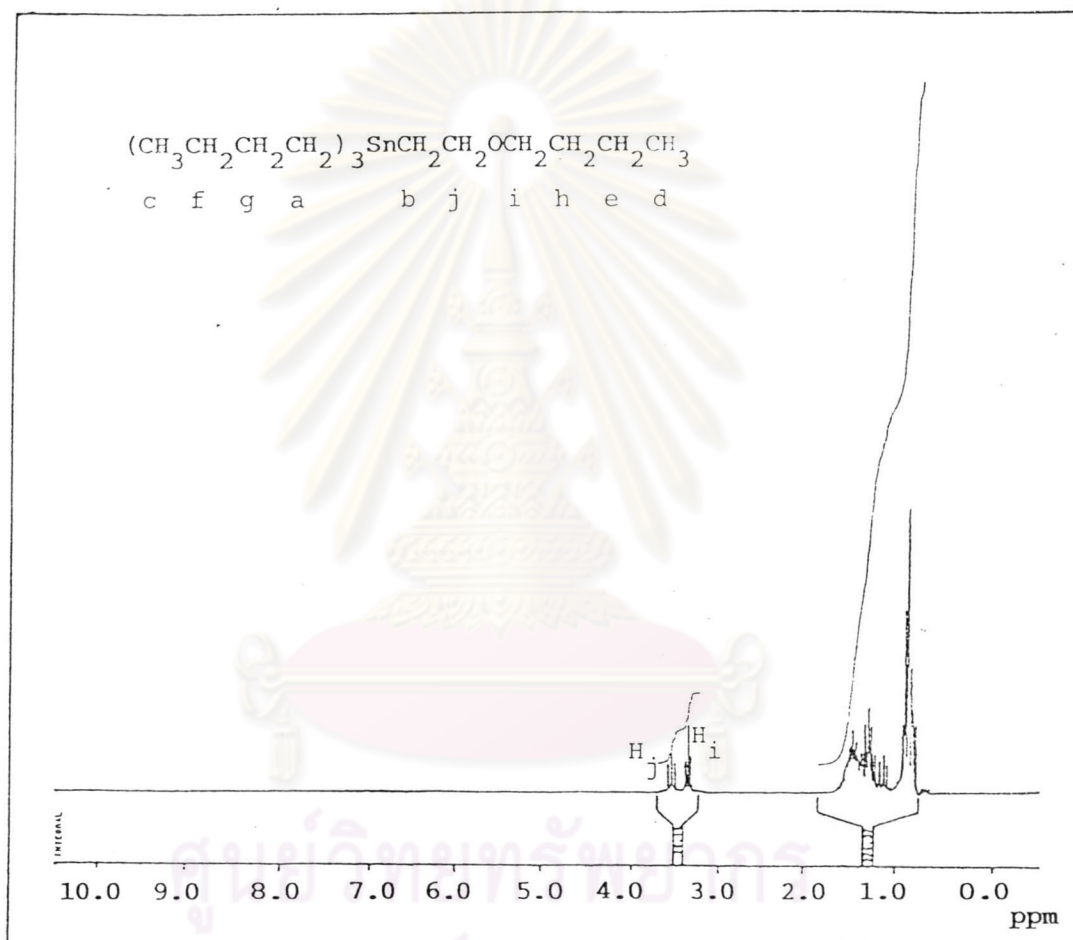
FT IR สเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 2958-2852, 1463, 1377, 1104, 688  $\text{cm}^{-1}$  ดังในรูปที่ 3.52

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของโปรตอนที่เคมีคัลชิฟท์ 3.55 (t, 2H); 3.35 (t, 2H); 1.50-1.07 (ppm) ดังในรูปที่ 3.53

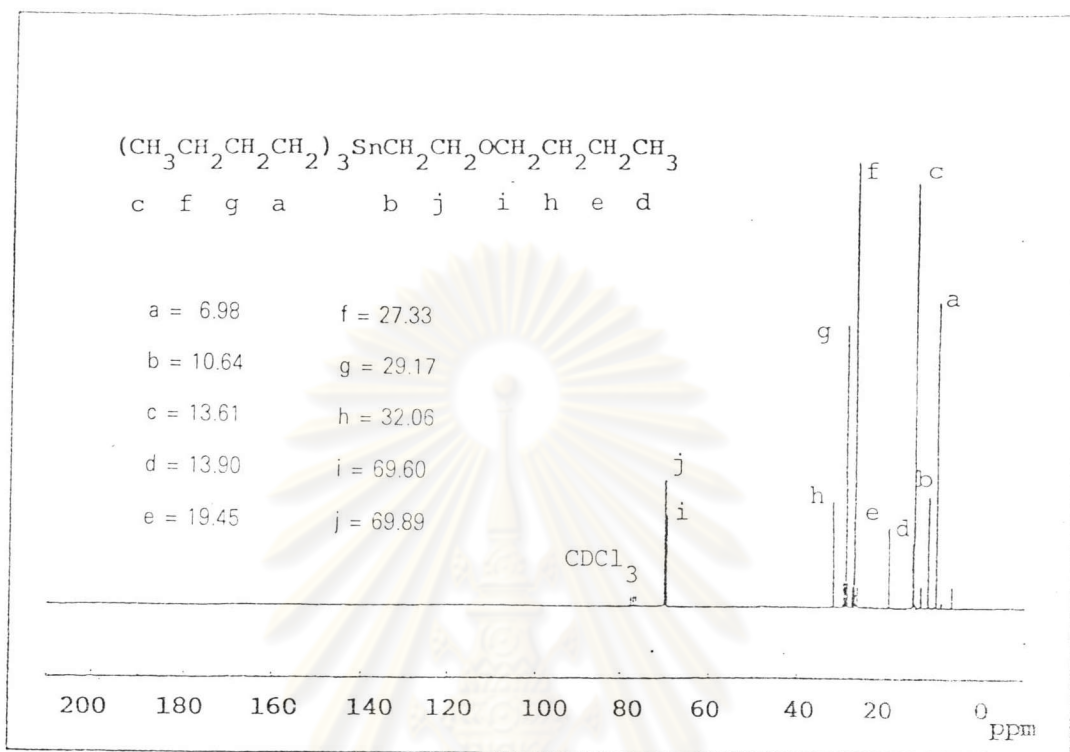
คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่  
 เคมีshift ที่ 8.98 (t,  $^1J(\text{C-Sn}) = 161 \text{ Hz}$ ); 10.64 (t,  $^1J(\text{C-Sn}) = 140 \text{ Hz}$ );  
 13.61 (s); 13.90 (s); 19.45 (s); 27.33 (t,  $^3J(\text{C-Sn}) = 27 \text{ Hz}$ );  
 29.17 (t,  $^2J(\text{C-Sn}) = 10 \text{ Hz}$ ); 32.06 (s); 69.60 (s); 69.89 (t,  $^2J(\text{C-Sn})$   
 = 30 Hz) ppm. ตั้งในรูปที่ 3.54



รูปที่ 3.52 FTIR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$



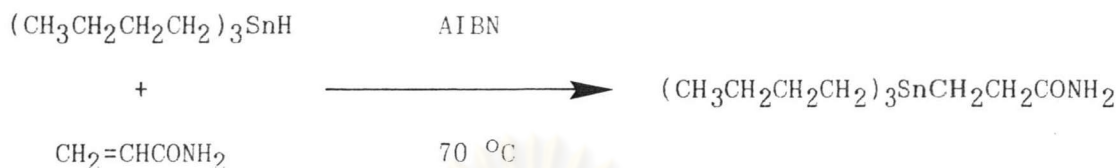
รูปที่ 3.53  $^1\text{H-NMR}$  Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$



รูปที่ 3.54  $^{13}\text{C}$ -NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.3.8 การเตรียมสารประกอบ (3-(tributylstannyl)propanamide

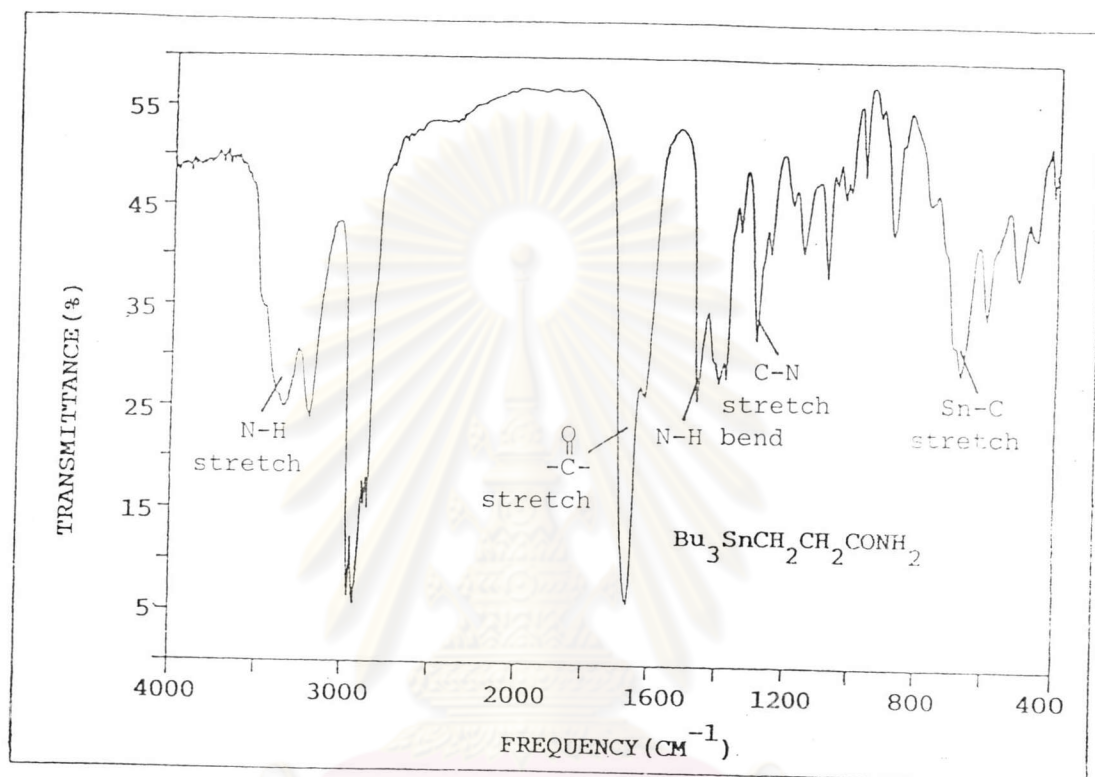


ให้ความร้อนของผสมของ tributyltin hydride จำนวน 7.27 กรัม (0.025 โมล) กับ acrylamide จำนวน 2.70 กรัม (0.038 โมล) และ AIBN จำนวน 0.18 กรัม (0.001 โมล) ที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้บริสุทธิ์โดยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี (ใช้ silica gel เป็นตัวดูดซับ และชะล้างด้วย chloroform สารประกอบที่เตรียมได้มีลักษณะเป็น ของเหลวใส ไม่มีสี ได้ผลผลิต 80% (หนัก 7.25 กรัม 0.02 โมล) นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT IR Spectrophotometer และ FT NMR Spectrometer ผลการวิเคราะห์ดังแสดงต่อไปนี้

FT IR สเปกตรัม (NaCl) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 3347, 3190, 2957-2852, 1661, 1616, 1461, 1378, 667  $\text{cm}^{-1}$  ดังในรูปที่ 3.55

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของโปรตอนที่เคมีคัลชิฟท์ 6.47, 5.80 (d, 2H); 2.30 (t, 2H); 1.49-1.34 (m, 6H); 1.31-1.14 (m, 6H); 0.95-0.87 (t, 2H); 0.85-0.74 (m, 15H) ppm. ดังในรูปที่ 3.56

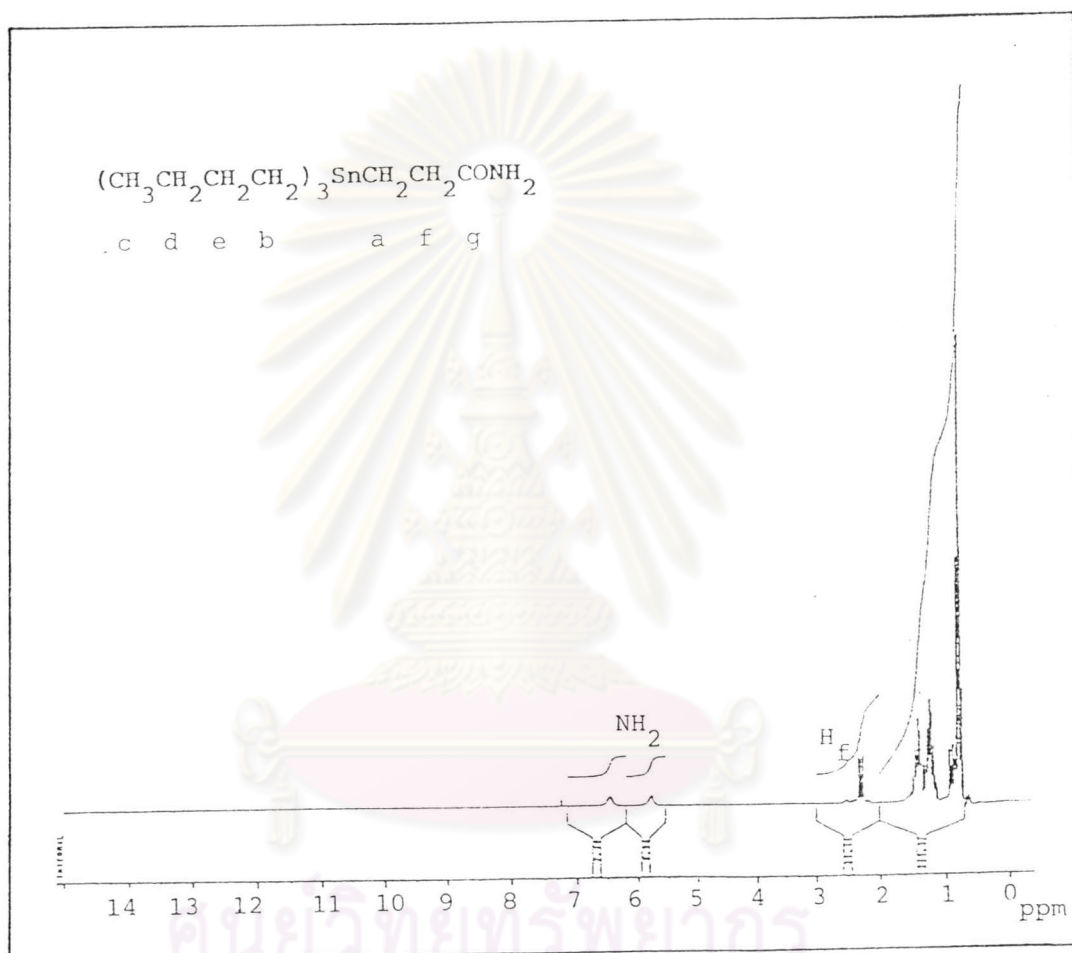
คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่เคมีคัลชิฟท์ 3.72 (t,  $^1J(\text{C-Sn}) = 144 \text{ Hz}$ ); 8.81 (t,  $^1J(\text{C-Sn}) = 162 \text{ Hz}$ ); 13.53 (s); 27.23 (t,  $^3J(\text{C-Sn}) = 27 \text{ Hz}$ ); 29.03 (t,  $^2J(\text{C-Sn}) = 10 \text{ Hz}$ ); 32.88 (t,  $^2J(\text{C-Sn}) = 8 \text{ Hz}$ ); 178.00 (s) ppm. ดังในรูปที่ 3.57



รูปที่ 3.55 FTIR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CONH}_2$

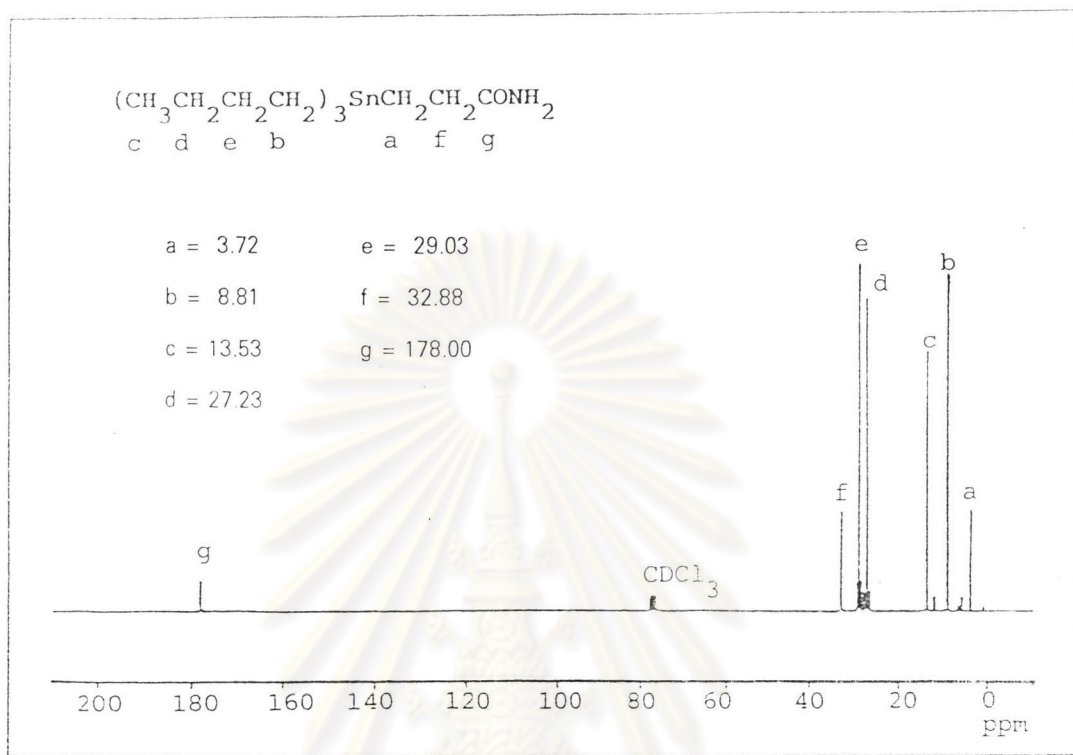
ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย





รูปที่ 3.56 <sup>1</sup>H-NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CONH}_2$

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.57  $^{13}\text{C}$ -NMR Spectrum ของ  $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CONH}_2$

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย