

การสังเคราะห์สารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่อะมิโนเฟนิล

นาย เจ็ก คียง แซ่ล้าว



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2535

ISBN 974-583-005-4

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

018831:111370494

SYNTHESIS  
OF  
AMINOPHENYL TIN COMPOUNDS

Mr. Jakekieng Saekhow

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

1992

ISBN 974-583-005-4





Journal of Sakon Nakhon Rajabhat University, Faculty of Science, 2015

เจ็กเคียง แซ่โค้ว : การสังเคราะห์สารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่อะมิโนเฟนิล  
(SYNTHESIS OF AMINOPHENYL TIN COMPOUNDS) อ.ที่ปรึกษา : ผศ.ดร.อมร เพชรสม  
104 หน้า. ISBN 974-583-005-4

การสังเคราะห์สารประกอบอะมิโนเฟนิลทิน ทำได้โดยปฏิกิริยาระหว่าง อะมิโนเฟนิลลิเทียม  
กับ ดีบุกเฮไลด์ ที่เหมาะสมตัวอย่างเช่น  $\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{N}(\text{CH}_3)_2)_4$  เตรียมได้จาก 4-ไดเมทิลอะมิโน  
เฟนิลลิเทียมกับ  $\text{SnCl}_4$  ในเบนซีนที่ปราศจากน้ำให้ผลิตภัณฑ์ 42.74 เปอร์เซ็นต์ สารประกอบที่  
เตรียมขึ้นด้วยวิธีการดังกล่าวได้แก่  $\text{Ph}_2\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{N}(\text{CH}_3)_2)_2$  ,  $n\text{-Bu}_2\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{N}(\text{CH}_3)_2)_2$  ,  
 $\text{Ph}_2\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{NBz}_2)_2$  ให้ผลิตภัณฑ์ 38.97 , 93.35 , 29.10 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

ภาควิชา ..... 105  
สาขาวิชา ..... วิทยาศาสตร์  
ปีการศึกษา ..... 2535

ลายมือชื่อนิต ..... นิตดา 118/05  
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ..... อ.อมร เพชรสม  
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....



### กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณท่านอาจารย์ที่ปรึกษา คือ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อมร เพชรสม ที่ได้ให้คำแนะนำงานวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เสร็จสมบูรณ์ กราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. รัชฎา เรืองสาราม ผู้ร่วมโครงการวิจัยสารประกอบอินทรีย์ ที่กรุณาให้คำแนะนำ คำปรึกษา ที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่อการวิจัย ตลอดจนอุปกรณ์และเครื่องมือเครื่องใช้ในการทดลอง

ขอบพระคุณ ทูลอดหนุนการวิจัยของ ศาสตราจารย์ ดร. บั้วเรศ คำทองและทูลอดหนุน การวิจัยของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ขอขอบคุณ ทูลอดหนุนการวิจัยจากศูนย์โลหะและวัสดุแห่งชาติ ซึ่งให้การสนับสนุนผ่านทางสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความสะดวกและความร่วมมือในการวิเคราะห์สารตัวอย่างในการวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ประพันธ์ กุสกูล อาจารย์ภาควิชาเหมืองแร่ ที่กรุณาให้คำแนะนำและความสะดวกในการใช้เครื่อง อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี

ขอกราบขอบพระคุณ บิดามารดา ที่ให้การสนับสนุนในทุกๆด้านรวมทั้ง ความเข้าใจ และกำลังใจที่ผู้เขียนได้รับตลอดเวลาที่ทำการศึกษา กราบขอบพระคุณ ญาติผู้ใหญ่ที่ให้การสนับสนุน ทางด้านที่อยู่อาศัย รวมทั้งนิสิตปริญญาโท ที่มีส่วนช่วยเหลือในการวิจัยครั้งนี้ทุกท่าน

## รายการตารางประกอบ

ตารางที่	หน้า
1 สารประกอบโลหะอินทรีย์ที่เตรียมได้จาก ปฏิกิริยาระหว่าง แอร์ลลิเทียม และ โลหะเฮไลต์.....	6
2 ปฏิกิริยา Transfer Hydrogenation โดยมี 1,4 ไซโคลเฮกซะไดอิน ของ อะมีโนเอซิด และเปปไทด์ ในเอธิลแอลกอฮอล์ ที่ 25 °ซ.....	9
3 ผลของอุณหภูมิที่มีต่อปฏิกิริยา Catalytic Transfer Hydrogenation.....	10
4 ผลการทดลองจากปฏิกิริยาในเตรชั้นของสารประกอบเพชรเฟลนิลทิน.....	41

รายการรูปประกอบ

รูปที่	หน้า
1 โครงสร้างของสารประกอบ atoxyl (sodium aminophenyl arsenate)...	3
2 โครงสร้างของสารประกอบ melarsopral.(Mel B. ARSOBAL).....	3
3 โครงสร้างของสารประกอบ antimony thioglycolic acid.....	4
4 อุปกรณ์ reaction vessel.....	9
5 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ 4-bromo N,N-dibenzylaniline จาก ปฏิกิริยาที่ 2.3.1.....	62
6 ปรอทอนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ 4-bromo N,N- dibenzylaniline จากปฏิกิริยาที่ 2.3.1.....	63
7 คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ 4-bromo N,N-dibenzylaniline จากปฏิกิริยาที่ 2.3.1.....	64
8 แมสสเปกตรัมของสารประกอบ 4-bromo N,N-dibenzylaniline จากปฏิกิริยา ที่ 2.3.1.....	65
9 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ para-bromophenylbenzylether จาก ปฏิกิริยาที่ 2.3.2.....	66
10 ปรอทอนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ para-bromo phenylbenzylether จากปฏิกิริยาที่ 2.3.2.....	67
11 แมสสเปกตรัมของสารประกอบ para-bromophenylbenzylether จากปฏิกิริยา ที่ 2.3.2.....	68
12 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ N,N-dibenzylaniline จากปฏิกิริยาที่ 2.3.3.....	69
13 แมสสเปกตรัมของสารประกอบ N,N-dibenzylaniline จากปฏิกิริยาที่ 2.3.3. .....	70



14	อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ tetrakis-(4-dimethylaminophenyl) stannane จากปฏิกิริยาที่ 2.3.4.....	71
15	โพรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ tetrakis-(4-dimethylaminophenyl)stannane จากปฏิกิริยาที่ 2.3.4.....	72
16	คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ tetrakis-(4-dimethylaminophenyl)stannane จากปฏิกิริยาที่ 2.3.4.....	73
17	แมสสเปกตรัมของสารประกอบ tetrakis-(4-dimethylaminophenyl) stannane จากปฏิกิริยาที่ 2.3.4.....	74
18	เอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ tetrakis-(4-dimethylaminophenyl)stannane จากปฏิกิริยาที่ 2.3.4.....	75
19	อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ diphenyl di- <i>p</i> -dimethylaminophenyl tin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.5.1.....	76
20	โพรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ diphenyl di- <i>p</i> -dimethylaminophenyltin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.5.1.....	77
21	คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ diphenyl di- <i>p</i> -dimethylaminophenyltin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.5.1.....	78
22	แมสสเปกตรัมของสารประกอบ diphenyl di- <i>p</i> -dimethylaminophenyltin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.5.1.....	79
23	อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ diphenyl di- <i>p</i> -dimethylaminophenyl tin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.5.2.....	80
24	โพรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ diphenyl di- <i>p</i> -dimethylaminophenyltin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.5.2.....	81
25	คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ diphenyl di- <i>p</i> -dimethylaminophenyltin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.5.2.....	82
26	แมสสเปกตรัมของสารประกอบ diphenyl di- <i>p</i> -dimethylaminophenyltin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.5.2.....	83

27	อินพราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ diphenyl di- <i>p</i> -dibenzylaminophenyl tin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.6.....	84
28	โพรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ diphenyl di- <i>p</i> -dibenzylaminophenyltin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.6.....	85
29	คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ diphenyl di- <i>p</i> -dibenzylaminophenyltin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.6.....	86
30	แมสสเปกตรัมของสารประกอบ diphenyl di- <i>p</i> -dibenzylaminophenyltin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.6.....	87
31	อินพราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ dibutyl di- <i>p</i> -dimethylaminophenyl tin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.7.....	88
32	โพรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ dibutyl di- <i>p</i> -dimethylaminophenyltin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.7.....	89
33	คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ dibutyl di- <i>p</i> -dimethylaminophenyltin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.7.....	90
34	แมสสเปกตรัมของสารประกอบ dibutyl di- <i>p</i> -dimethylaminophenyltin จากปฏิกิริยาที่ 2.3.7.....	91
35	อินพราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ N,N-dibenzylaniline จากปฏิกิริยาที่ 2.3.8.....	92
36	โพรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ N,N-dibenzylaniline จากปฏิกิริยาที่ 2.3.8.....	93
37	แมสสเปกตรัมของสารประกอบ N,N-dibenzylaniline จากปฏิกิริยาที่ 2.3.8.....	94
38	แมสสเปกตรัมของสารประกอบ N,N-dibenzylaniline จากปฏิกิริยาที่ 2.3.8.....	95
39	โพรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ aniline จากปฏิกิริยาที่ 2.3.9.1.....	96

40	โพรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ	จากปฏิกิริยาที่
	2.3.9.2.....	97
41	อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ เทตระเฟนิลทิน ( $\text{Ph}_4\text{Sn}$ )	ที่ได้จากปฏิกิริยา
	ที่ 2.3.10.....	98
42	อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ 4 bromo-nitrobenzene	จากปฏิกิริยาที่
	2.3.10.....	99
43	โพรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสารประกอบ	เทตระเฟนิลทิน
	จากปฏิกิริยาที่ 2.3.10.....	100
44	แมสสเปกตรัมของสารประกอบ เทตระเฟนิลทิน ( $\text{Ph}_4\text{Sn}$ )	จากปฏิกิริยาที่ 2.3.10
	.....	101
45	อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ $n\text{-Bu}_2\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}=\text{CH}_2)_2$	จากปฏิกิริยาที่
	2.3.11.....	102
46	อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ nitrobenzene	จากปฏิกิริยาที่ 2.3.12.1
	.....	103

คำย่อและสัญลักษณ์ที่พบบ่อย

$\text{cm}^{-1}$	องศาเซลเซียส
B	Broad (IR)
M	Medium (IR)
S	Strong (IR)
stretch	stretching (IR)
s	singlet (NMR)
d	doublet (NMR)
t	triplet (NMR)
q	quartet (NMR)
m	multiplet (NMR)
J	coupling constant (NMR)
$\text{cm}^{-1}$	unit of wave number
Hz	Hertz
m/e	mass to charge ratio
$M^+$	Molecular ion in mass spectrum
ppm	part per million
Me	Methyl
Et	Ethyl
Bz	Benzyl
Ph	Phenyl
n-Bu	normal butyl

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย .....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ .....	จ
กิตติกรรมประกาศ .....	ฉ
รายการตารางประกอบ .....	ช
รายการรูปภาพประกอบ .....	ซ
คำย่อที่ใช้ทั่วไป .....	ฅ

## บทที่

1. บทนำ .....	1
2. การทดลองและผลการทดลอง.....	15
2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สาร.....	15
2.2 สารเคมีที่ใช้.....	15
2.3 การสังเคราะห์.....	18
2.3.1 การสังเคราะห์ 4-bromo N,N-dibenzylaniline.....	18
2.3.2 การเตรียมสารประกอบpara-bromophenylbenzylether	20
2.3.3 การเตรียม N,N-dibenzylaniline เพื่อทดสอบการเกิด	
สารประกอบแอริลลิเทียม ของ 4-bromo N,N-dibenzylaniline	
กับ ไรลลิลิเทียม.....	21
2.3.4 การสังเคราะห์ $(\text{Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_4\text{Sn}$ .....	22
2.3.5 การสังเคราะห์ $(\text{Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_2\text{SnPh}_2$ .....	24
2.3.5.1 การสังเคราะห์ $(\text{Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_2\text{SnPh}_2$ แล้วหยุด	
ปฏิกิริยาด้วยแอมโมเนียมคลอไรด์ในน้ำ.....	24

	หน้า
2.3.5.2 การสังเคราะห์ $(\text{Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_2\text{SnPh}_2$ แล้วหยุด ปฏิกิริยาด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำ.....	26
2.3.6 การสังเคราะห์ $\text{Ph}_2\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{NBz}_2)_2$ .....	28
2.3.7 การสังเคราะห์ $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{NMe}_2)_2$ .....	30
2.3.8 ปฏิกิริยาระหว่าง $\text{Bz}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{Li}$ กับ dibutyltin chloride.....	32
2.3.9 ปฏิกิริยาของสารประกอบ $\text{Li}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{Li}$ .....	34
2.3.9.1 ปฏิกิริยาระหว่าง $\text{Li}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{Li}$ กับ stannous chloride anhydrous.....	34
2.3.9.2 ปฏิกิริยาระหว่าง $\text{Li}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{Li}$ กับ stannic chloride anhydrous.....	35
2.3.10 ปฏิกิริยาระหว่าง เบนซิลลิเทียม กับ stannous chloride anhydrous และ 4-bromonitrobenzene.....	36
2.3.11 การสังเคราะห์ $n\text{-Bu}_2\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}=\text{CH}_2)_2$ .....	38
2.3.12 ปฏิกิริยาในเตตระของ เทตระเฟนิลทิน (tetraphenyl tin) ( $\text{Ph}_4\text{Sn}$ ).....	39
2.3.12.1 ulya $\text{H}_2\text{SO}_4$ และ $\text{HNO}_3$ ที่อุณหภูมิสูง.....	39
2.3.12.2 ulya $\text{H}_2\text{SO}_4$ และ $\text{HNO}_3$ ที่อุณหภูมิต่ำ.....	39
2.3.12.3 ulya $\text{CH}_3\text{COOH}$ และ $\text{HNO}_3$ .....	40
2.3.13 ปฏิกิริยาระหว่าง ไอโอดีน กับ tetrakis-(4-dimethyl aminophenyl)stannane .....	42
3. วิจารณ์ผลการทดลอง .....	43
4. สรุปผลการทดลอง .....	55
บรรณานุกรม .....	57
ภาคผนวก .....	61
ประวัติผู้เขียน .....	104