

อุปกรณ์และการทดลอง

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องคนด้วยแม่เหล็กและให้ความร้อน (Magnetic Stirrer Hotplate) ของบริษัท Gallenkamp, model 400 จากประเทศอังกฤษ
2. เครื่องดูดความดัน (Aspirator) ของบริษัท Tokyo Rikakikai, model A-3S จากประเทศญี่ปุ่น
3. เครื่องระเหยตัวทำละลายด้วยสูญญากาศแบบหมุน (Rotary Vacuum Evaporater) ของบริษัท Tokyo Rikakikai, model N-1 จากประเทศญี่ปุ่น
4. เครื่องอ่างน้ำ (Water bath) ของบริษัท Tokyo Rikakikai, model SB-55 จากประเทศญี่ปุ่น
5. หม้อแปลงปรับแรงเคลื่อนไฟฟ้า (Variable Transformer) ของบริษัท Yokohama Electric work, model TSB-5M จากประเทศญี่ปุ่น
6. เครื่องกลั่นลดความดัน (Kugelrohr Apparatus) ของบริษัท Aldrich จากประเทศสหรัฐอเมริกา
7. เครื่องมือหาจุดหลอมเหลวของสาร (Digital Melting Point Apparatus) ของบริษัท Electrothermal จากประเทศอังกฤษ
8. เครื่องอินฟราเรด สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Infrared Spectrophotometer) ของบริษัท Perkin-Elmer, model 1430 จากประเทศสหรัฐอเมริกา
9. เครื่องฟูเรียร์ ทรานสฟอร์ม เอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform NMR Spectrometer) ของบริษัท Bruker, model AFC 200 MHz จากประเทศสวิตเซอร์แลนด์
10. เครื่องอะตอมมิก แอ็บซอร์บชัน สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorbtion Spectrophotometer) ของบริษัท Shimadzu, model AA 670 จากประเทศญี่ปุ่น

11. เครื่องแมสสเปกโตรมิเตอร์ (Mass Spectrometer) ของบริษัท Jeol, model JMS-DX-300/JMA 2000 จากประเทศญี่ปุ่น
12. เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนต์ (X-Rays Fluorescent) ของบริษัท Jeol, model JDX-8030 จากประเทศญี่ปุ่น

2.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. กรวยหยด (dropping funnel) ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. ขวดก้นกลม (round bottom flask)
3. ขวดควบคุมแก๊ส (gas-washing bottle)
4. ท่อปรับลดความดัน (suction tube adapter)
5. ท่อปรับ 3 คอ (three necks adapter)
6. ท่อนำแก๊ส (gas tube)
7. เทอร์มอมิเตอร์ (thermometer) ขนาด 100,360 องศาเซลเซียส
8. แท่งแม่เหล็ก (magnetic bar)
9. เครื่องควบแน่น (condenser) พร้อมสายยางน้ำ (water hose)
10. เครื่องอ่างน้ำมัน (oil bath)
11. เครื่องเก็บน้ำ (Dean Stark)

2.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. กรดคลอโรซัลฟอนิก พูร์มเกรด ของบริษัทฟลูกา จากประเทศสวิสเซอร์แลนด์
2. กรดไฮโดรคลอริก ซีเอเจนท์เกรด ของบริษัทเมอร์ค จากประเทศเยอรมนี
3. กรดซัลฟิวริก ซีเอเจนท์เกรด ของบริษัทเมอร์ค จากประเทศเยอรมนี
4. 1-โตนเดคานอล พูร์มเกรด ของบริษัทฟลูกา จากประเทศสวิสเซอร์แลนด์
5. 1-เฮกซะเดคานอล พูร์มเกรด ของบริษัทฟลูกา จากประเทศสวิสเซอร์แลนด์
6. 1-ออกตะเดคานอล พูร์มเกรด ของบริษัทฟลูกา จากประเทศสวิสเซอร์แลนด์

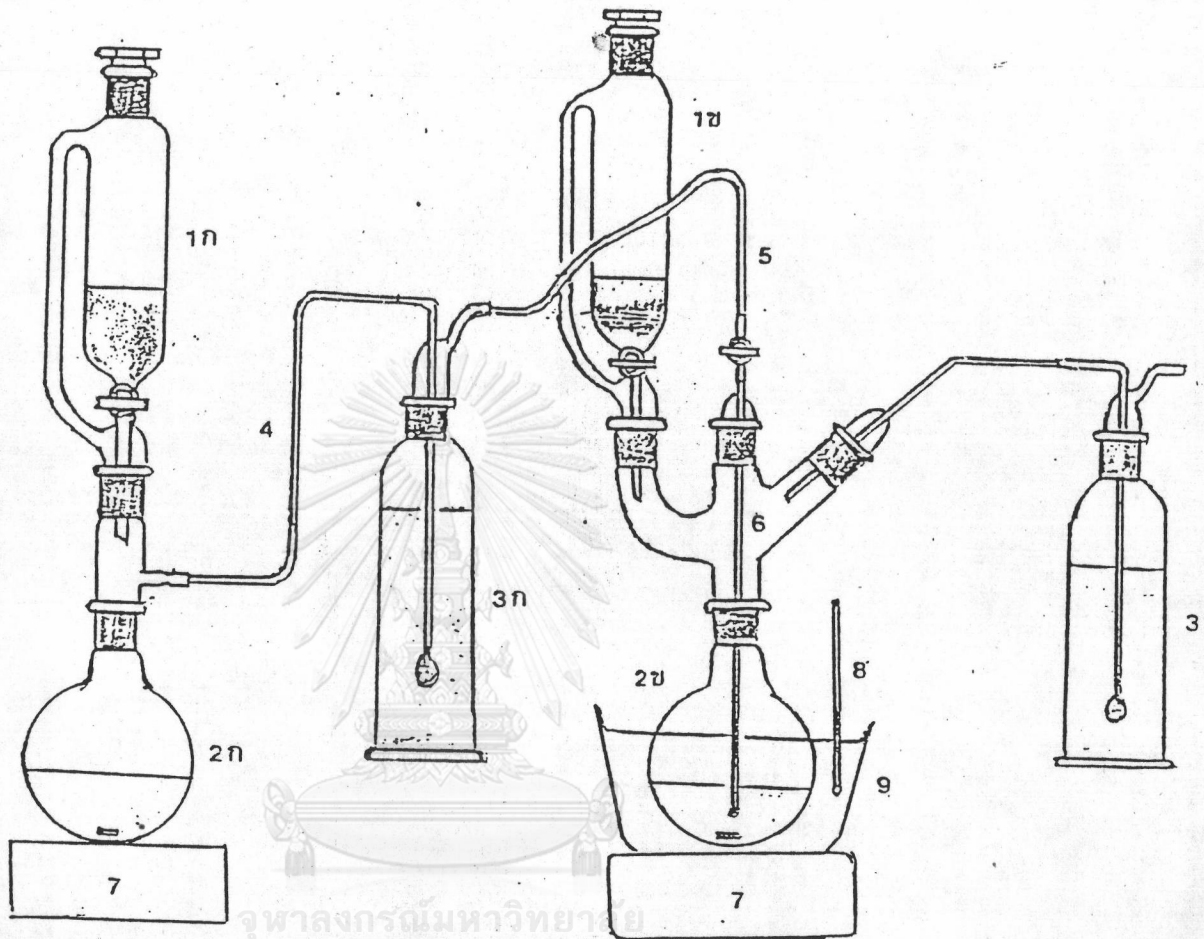
7. บิส-(ไตรบิวทิลทิน)ออกไซด์ หรือ ที.บี.ที.โอ. พูรัมเกรด ของบริษัทฟลูกา จากประเทศสวีเดน
8. แอนไฮดริสทอลูอิน ไซท์ทอลูอิน ซีเอเจนท์เกรดรีฟลักซ์กับโลหะ โซเดียมเพื่อกำจัด น้ำออก
9. โลหะโซเดียม ซีเอเจนท์เกรด ของบริษัทฟลูกา จากประเทศสวีเดน
10. 1-บิวทานอล ซีเอเจนท์เกรด ของบริษัท บีดีเอช จากประเทศอังกฤษ
11. โซเดียมไฮดรอกไซด์
12. ตัวทำละลายต่าง ๆ ซีเอเจนท์เกรด เช่น ทอลูอิน, ไดคลอโรมีเทน, คลอโรฟอร์ม, แอซิโตน, เฮกเซน, ไดเอทิลอีเทอร์, เมทานอล, เอทานอล ฯลฯ นำไปกลั่นที่อุณหภูมิจุดเดือดของมัน แล้วเก็บไว้ในภาชนะที่ปิดสนิท

2.4 วิธีการทดลอง

2.4.1 สังเคราะห์สารประกอบแอลคิลไฮโดรเจนซัลเฟต จากปฏิกิริยาแทนที่ด้วยนิวคลีโอไฟล์ระหว่างแอลกอฮอล์ กับ กรดคลอโรซัลโฟนิก

การสังเคราะห์สารประกอบแอลคิล ไฮโดรเจน ซัลเฟต จากปฏิกิริยาแทนที่ด้วยนิวคลีโอไฟล์ระหว่างแอลกอฮอล์ กับกรดคลอโรซัลโฟนิก จัดเครื่องมือตั้งแสดงในรูปที่

2.1



รูปที่ 2.1 แสดงการจัดเครื่องมือสังเคราะห์สารประกอบแอลคิลไฮโดรเจนซัลเฟต

จากรูป 2.1 ประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังนี้

- 1ก. คือ กรวยหยดบรรจุกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น
- 1ข. คือ กรวยหยดบรรจุกรดคลอโรซัลโฟนิก
- 2ก. คือ ขวดก้นกลมบรรจุกรดซัลฟิวริกเข้มข้น
- 2ข. คือ ขวดก้นกลมบรรจุแอลกอฮอล์ที่ำใช้เป็นสารตั้งต้น
- 3ก. คือ ขวดควบคุมแก๊สบรรจุกรดซัลฟิวริกเข้มข้น

- 3ข. คือ ขวดควบคุมแก๊สบรรจุสารละลาย 20% โซเดียมไฮดรอกไซด์
- 4,6 คือ ท่อแก้วนำแก๊ส
- 5 คือ ท่อยางนำแก๊ส
- 7 คือ เครื่องคนด้วยแม่เหล็กและให้ความร้อน
- 8 คือ เทอร์มอมิเตอร์
- 9 คือ อ่างน้ำปรับอุณหภูมิ

2.4.1.1 สังเคราะห์โตนเดคิล ไฮโดรเจน ซัลเฟต

จัดเครื่องมือตามรูป 2.1 โดยบรรจุกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 40 มล. ในกรวยหยด 1ก. และกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 75 มล. ลงในขวดก้นกลม 2ก. ซึ่งกรดคลอโรซัลโฟนิก 11.65 กรัม (0.10 โมล) บรรจุในกรวยหยด 1ข. และ 1-โตนเดคานอล 27.95 กรัม (0.15 โมล) บรรจุในขวดก้นกลม 2ข.

การสังเคราะห์เริ่มจากการทำให้ 1-โตนเดคานอลอิมิตัวด้วยแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์ โดยค่อย ๆ หยดกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นทีละหยด ลงในกรดซัลฟิวริกเข้มข้นในขวดก้นกลม 2ก. จะมีฟองแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์เกิดขึ้น และไหลตามท่อแก้ว 4 เข้าสู่ขวดควบคุมแก๊ส 3ก. ซึ่งจะดูดความชื้นของแก๊สดังกล่าวและควบคุมปริมาณของแก๊สด้วย โดยพิจารณาจากฟองที่บุดอกและปรับด้วยการหยดกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นในกรวยหยด 1ก. แก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์จากขวด 3ก. จะไหลตามท่อแก้ว 5 และท่อแก้ว 6 เข้าสู่ขวดก้นกลม 2ข. ซึ่งควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 21^o-23^o ซ.

หลังจาก 1-โตนเดคานอลอิมิตัวด้วยแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์แล้ว ยกท่อแก้ว 6 ขึ้นจนสูงสุด ปิดทางเข้าของแก๊ส แล้วปล่อยกรดคลอโรซัลโฟนิกลงมาอย่างรวดเร็วและต่อเนื่อง โดยใช้เวลาไม่เกิน 30 วินาที ขณะปล่อยกรดคลอโรซัลโฟนิกต้องคนสารในขวด 2ข. อย่างรุนแรงและสม่ำเสมอ สารในขวดเปลี่ยนสีจากใสเป็นแดงเข้ม และมีแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์ที่เกิดจากปฏิกิริยาดันสวนทางการไหลของกรดคลอโรซัลโฟนิกแก๊สดังกล่าวไหลตามท่อแก๊สลงสู่ขวดควบคุมแก๊ส 3ข. และถูกทำลายด้วยสารละลาย 20% โซเดียมไฮดรอกไซด์

เมื่อปล่อยกรดคลอโรซิลโฟนิคหมดแล้ว เติมน้ำแข็งลงในอ่างน้ำอย่างรวดเร็วจนเพื่อลดอุณหภูมิให้เหลือ 5°C . สารานขวดแข็งตัวและสีเปลี่ยนเป็นน้ำตาลอมเหลือง ปล่อยให้ที่อุณหภูมิห้อง 2-3 นาที แล้วนำไปใส่แก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์ที่เหลืออกโดยใช้เครื่องระเหยตัวที่ละลายด้วยสูญญากาศแบบหมุน, เครื่องสูบลดความดัน และเครื่องอั้งน้ำประกอบกัน หลังจากใส่แก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์ออกหมดแล้ว สารานขวด 2 ข. มีลักษณะ เป็นของเหลวค่อนข้างเหนียวสีน้ำตาลอมแดง นำไปกลั่นด้วยเครื่องกลั่นลดความดัน ที่ 108°C . ความดัน 5 มิลลิเมตร-ปรอท เพื่อกำจัด 1-โคเดคานอลที่เหลืจากการทำปฏิกิริยา หลังจากกลั่นแล้ว สารานขวดกลั่นเหนียวมากกว่าเดิม และสีเข้มขึ้นจนคล้ายสีน้ำตาล นำมาตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 ชั่วโมงบนกระจกนาฬิกา สารแข็งตัวเป็นของแข็ง นามาล้างและตกผลึกใหม่ด้วยเมทานอล ได้ผลึกใสรูปเข็ม จุดหลอมเหลว 48°C . หนัก 18.65 กรัม คิดเป็นเปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ 70.14%

2.4.1.2 สังเคราะห์เฮกซะเดคิลไฮโดรเจน ซัลเฟต

จัดเครื่องมือตามรูป 2.1 โดยบรรจุกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 30 มล. ในกรวยหยด 1 ก. กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 50 มล. ในขวดก้นกลม 2 ก. และโคเดคลอโรมีเทน 50 มล. ในขวดก้นกลม 2 ข. แล้วชั่งกรดคลอโรซิลโฟนิค 8.16 กรัม (0.07 โมล) บรรจุในกรวยหยด 1 ข. และ 1-เฮกซะเดคานอลซึ่งเป็นของแข็งสีขาว 19.36 กรัม (0.08 โมล) ลงในขวดก้นกลม 2 ข.

การสังเคราะห์เริ่มจากการทำให้สารละลาย 1-เฮกซะเดคานอลอิมตัวด้วยแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์ ทานองเดียวกับการสังเคราะห์โคเดซิลไฮโดรเจนซัลเฟต ในหัวข้อ 2.4.1.1 แต่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 24°C - 25°C . โดยปกติ 1-เฮกซะเดคานอลละลายในโคเดคลอโรมีเทนน้อยมาก แต่เมื่อได้รับแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์จะละลายได้เพิ่มขึ้นและละลายหมดหลังจากใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นในกรวยหยด 1 ก. ประมาณ 10 มล. ในกรณีที่อุณหภูมิต่ำกว่า 24°C . สารานขวด 2 ข. อาจแข็งตัว ซึ่งแก้ไขได้โดยค่อยๆ เพิ่มอุณหภูมิจนหลอมหมด แล้วรีบปรับอุณหภูมิกลับมาที่ 24°C - 25°C . ตามปกติ

หลังจากที่สารละลาย 1-เฮกซะเดคานอลอิมิตัว ด้วยแก๊ส ไฮโดรเจนคลอไรด์แล้ว ยกท่อแก้ว 6 จมสูงสุด ปิดทางเข้าของแก๊ส แล้วปล่อยกรด คลอโรซิลิโคนกลงมาอย่างรวดเร็วและต่อเนื่องโดยใช้เวลาประมาณ 10 วินาที โดยขณะ ปล่อยกรดดังกล่าวต้องคนสารในขวด 2ข. อย่างรุนแรงและสม่ำเสมอ พร้อมทั้งระวังสารใน ขวดต้นสวนทางออกมานอกขวด 2ข. เนื่องจากแรงดันของแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์ที่เกิด จากปฏิกิริยา หลังจากปล่อยกรดคลอโรซิลิโคนหมดแล้ว ใส่น้ำแข็งลงในอ่างน้ำปรับอุณหภูมิ อย่างรวดเร็ว ลดอุณหภูมิให้เหลือ 5°C. แล้วทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 2-3 นาที สารในขวด 2ข. กลายเป็นของแข็งสีเหลืองอ่อนเกือบขาว นำไปขจัดไดคลอโรมีเทน และแก๊ส ไฮโดรเจนคลอไรด์ออก โดยใช้เครื่องระเหยตัวทำละลายด้วยสูญญากาศแบบหมุน, เครื่อง สูบลดความดัน และเครื่องอ้งน้ำประกอบกัน ขณะกำลังระเหยไดคลอโรมีเทนและไล่แก๊ส ไฮโดรเจนคลอไรด์ออกนั้น สารในขวด 2ข. หลอมเป็นของเหลวและสีเข้มขึ้นเรื่อย ๆ จนเป็นสีน้ำตาลอ่อน หลังจากขจัดไดคลอโรมีเทนและแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์หมดแล้วสาร ในขวดมีลักษณะ เป็นของเหลวหนืด สีน้ำตาลเข้ม ปล่อยให้แห้งประมาณ 3 ชั่วโมง จะแข็งตัว เป็นของแข็งสีน้ำตาลอ่อน นำไปละลายด้วยเมทานอล 150 มล. ด้วยเครื่องอ้งน้ำ ทิ้งไว้ ประมาณ 4 ชั่วโมง มีผลึกใสเกิดขึ้นเป็นเส้นคล้ายเข็ม กรองผลึกออกแล้วตกผลึกใหม่ ด้วยเมทานอล ซึ่งสุดท้ายได้ผลึกใสเป็นเส้นเล็ก ๆ สั้น ๆ จุดหลอมเหลว 65°C. หนัก 17.23 กรัมคิดเป็นเปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ 76.44%

2.4.1.3 สังเคราะห์หรือสกัดเตตระเดคิลไฮโดรเจน ซัลเฟต

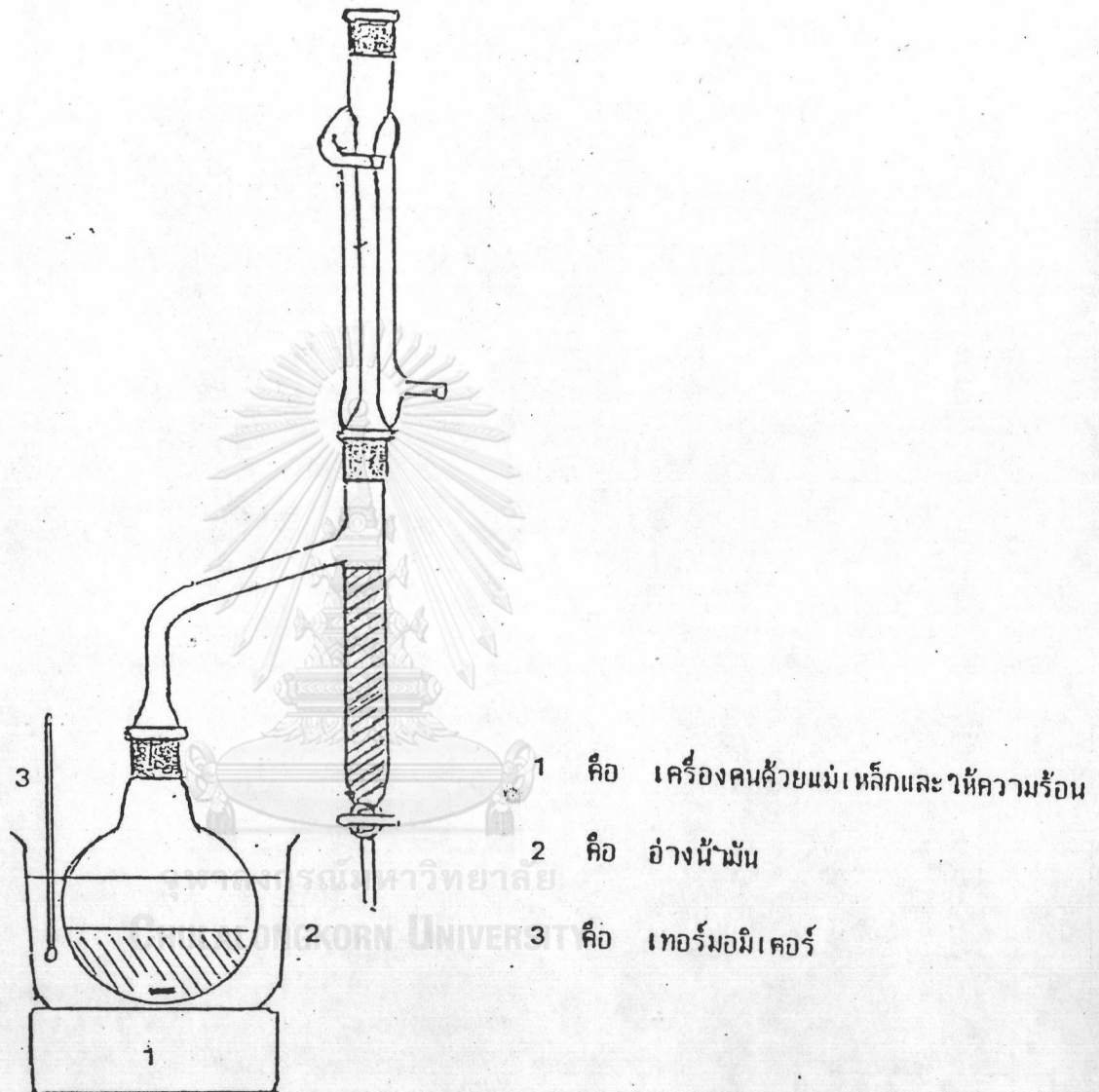
จัดเครื่องมือตามรูป 2.1 โดยบรรจุกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 40 มล. ในกรวยหยด 1ก. และกรดซิลิฟริกเข้มข้น 75 มล. ในขวดก้นกลม 2ก. ซึ่ง กรดคลอโรซิลิโคน 8.16 กรัม (0.07 โมล) ใสในกรวยหยด 1ข. และ 1-ออกตะ- เดคานอล ซึ่งเป็นแผ่นเกล็ดสีขาว 21.6 กรัม (0.08 โมล) ลงในขวดก้นกลม 2ข. ซึ่งมี ไดคลอโรมีเทน 60 มล. บรรจุอยู่เพื่อใช้เป็นตัวทำละลาย

การสังเคราะห์เริ่มจากการทำให้สารละลาย 1-ออกตะเดคานอล อิมิตัวด้วยแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์ทำนองเดียวกับการสังเคราะห์เตตระเดคิล ไฮโดรเจน ซัลเฟต

และ เฮกซะ เดคิล ไฮโดรเจน ซัลเฟตในหัวข้อ 2.4.1.1 และ 2.4.1.2 ที่กล่าวมาแล้ว โดยควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 25^o-26^oซ ปกติ 1-ออกตะ เดคานอลแทนไม่ละลายในไดคลอโรมีเทน แต่จะรับแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์จะละลายเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ และละลายหมด หลังจากใช้กรดไฮโดรคลอริกประมาณ 15 มล. ถ้าอุณหภูมิที่ปรับไว้ต่ำกว่า 25^oซ สารในขวด 2 ข. อาจแข็งตัว แก๊สโดยค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิจนหลอมหมด แล้วปรับอุณหภูมิไว้ที่ 25^o-26^oซ ตามปกติ

หลังจากที่สารละลาย 1-ออกตะ เดคานอลอิ่มตัวด้วยแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์แล้ว ยกท่อแก้ว 6 ขึ้นจนสูงสุด ปิดทางเข้าของแก๊ส แล้วปล่อยกรดคลอโรซัลโฟนิก ลงมาอย่างรวดเร็วและต่อเนื่อง โดยใช้เวลาประมาณ 15 วินาที ขณะปล่อยกรดลงมาต้อง คนสารในขวด 2ข. อย่างรุนแรงและสม่ำเสมอ พร้อมทั้งระวังสารในขวดคั่นสวนทางออกมา เนื่องจากแรงดันของแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์ที่เกิดจากปฏิกิริยา หลังจากปล่อยกรดคลอโรซัลโฟนิกหมดแล้ว ใส่ น้ำแข็งในอ่างน้ำปรับอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว ลดอุณหภูมิให้เหลือ 5^oซ แล้วปล่อยไว้ที่อุณหภูมิห้อง 2-3 นาที สารในขวด 2 ข. กลายเป็นของแข็งสีน้ำตาลอ่อน นำไปกำจัดไดคลอโรมีเทนและแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์ออกทานองเดียวกับในกรณีของการสังเคราะห์โตะเดคิล ไฮโดรเจน ซัลเฟตและเฮกซะ เดคิล ไฮโดรเจน ซัลเฟต ในหัวข้อ 2.4.1.1 และ 2.4.1.2 ขณะกำลังกำจัดสิ่งดังกล่าว สารในขวดหลอมเป็นของเหลว และสีเข้มขึ้นเรื่อย ๆ จนเป็นสีน้ำตาลแก่ หลังจากกำจัดไดคลอโรมีเทนและแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์ออกหมดแล้ว สารในขวด 2 ข. มีลักษณะ เป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาลแก่ ปล่อยให้ทิ้งไว้ประมาณ 2 ชั่วโมง จะแข็งตัวเป็นของแข็งสีอ่อนกว่าเดิม ใช้ Spatula ตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ นำไปละลายใน 1-บิวทานอล 120 มล. ด้วยเครื่องอั้งน้ำ แล้วปล่อยให้ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องประมาณ 3 ชั่วโมง มีผลึกใสเล็ก ๆ เกิดขึ้น กรองผลึกออก แล้วนำมาตกผลึกใหม่ด้วยเอทานอล สุดท้ายได้ผลึกใสเป็นเส้นเล็ก ๆ สั้น ๆ จุดหลอมเหลว 72^oซ หนัก 18.1 กรัม คิดเป็นเปอร์เซ็นต์ผลึกได้ 73.88%

2.4.2 สังเคราะห์สารประกอบไตรออร์แกโนทิน ซัลเฟต เอสเทอร์ จากปฏิกิริยาระหว่างสารประกอบแอลคิล ไฮโดรเจน ซัลเฟต กับบิส-(ไตรฟิวทิลทิน)ออกไซด์



รูปที่ 2.2 แสดงการจัดเครื่องมือสังเคราะห์สารประกอบไตรออร์แกโนทิน ซัลเฟต เอสเทอร์

2.4.2.1 สังเคราะห์ไตรบิวทิลทีน ไคเดคิล ซัลเฟต

ใส่ไคเดคิล ไฮโดรเจน ซัลเฟต 5.00 กรัม (0.019 โมล) และบิส-(ไตรบิวทิลทีน)ออกไซด์ 5.62 กรัม (0.009 โมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 100 มล. ที่มีแอนไฮดรัสทอลูอีน 50 มล. บรรจุอยู่ จัดเครื่องมือกลั่นรีฟลักซ์ตามรูปที่ 2.2 โดยใส่แอนไฮดรัสทอลูอีนในเครื่องเก็บน้ำจนถึงระดับแขนของเครื่อง กลั่นรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 150° - 155° C พร้อมทั้งกวนอย่างสม่ำเสมอตลอดเวลา หลังจากกลั่นรีฟลักซ์ประมาณ 1 ชั่วโมง ไอของแอนไฮดรัสทอลูอีนพानीที่เกิดจากปฏิกิริยาออกมายังเครื่องเก็บน้ำ โดยสังเกตจากผิวหน้าของแอนไฮดรัสทอลูอีนในเครื่องเก็บน้ำ ซึ่งพบว่ามีฝ้าสีขาวอยู่ข้างบนและเมื่อฝ้านี้มากขึ้นจะรวมตัวกันเป็นหยดน้ำตกลงไปข้างล่าง เครื่องเก็บน้ำ ใช้เวลาในการกลั่นรีฟลักซ์ประมาณ 3 ชั่วโมง เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ จากนั้นนำไประเหยทอลูอีนออกด้วยเครื่องระเหยตัวทำละลายด้วยสูญญากาศแบบหมุน ได้ผลเป็นของเหลวใส หลังจากตั้งทิ้งไว้จะกลายเป็นของแข็ง นำไปตกผลึกใหม่ด้วยเมทานอล ได้ผลึกใสจุดหลอมเหลว 42° Cหนัก 9.96 กรัม คิดเป็นเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ 95.49%

2.4.2.2 สังเคราะห์ไตรบิวทิลทีน เฮกซะเดคิล ซัลเฟต

ใส่เฮกซะเดคิล ไฮโดรเจน ซัลเฟต 5.00 กรัม (0.015 โมล) และบิส-(ไตรบิวทิลทีน) ออกไซด์ 4.63 กรัม (0.008 โมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 100 มล. ที่มีแอนไฮดรัสทอลูอีน 50 มล. อยู่ข้างใน จัดเครื่องมือกลั่นรีฟลักซ์ตามรูป 2.2 โดยใส่แอนไฮดรัสทอลูอีนในเครื่องเก็บน้ำจนถึงระดับแขนของเครื่อง กลั่นรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 155° - 160° C พร้อมทั้งกวนอย่างสม่ำเสมอตลอดเวลา หลังจากกลั่นรีฟลักซ์ประมาณ 1 ชั่วโมง ไอของแอนไฮดรัสทอลูอีนพानीที่เกิดจากปฏิกิริยาออกมายังเครื่องเก็บน้ำและถูกเก็บไว้ที่ก้นของเครื่องเก็บน้ำดังกล่าว ใช้เวลาในการกลั่นรีฟลักซ์ประมาณ 4 ชั่วโมง เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ จากนั้นนำไประเหยทอลูอีนออกด้วยเครื่องระเหยตัวทำละลายด้วยสูญญากาศแบบหมุน ได้ผลคือ ของเหลวสีเหลืองอ่อน หลังจากตั้งทิ้งไว้จะแข็งตัวเป็นของแข็ง นำไปตกผลึกใหม่ด้วยเอทานอล ได้ผลึกสีเหลือง จุดหลอมเหลว 60° Cหนัก 9.24 กรัม คิดเป็นเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ 97.46%

2.4.2.3 สังเคราะห์ไตรบิวทิลทิน ออกตะเดคิล ซัลเฟต

ใส่ออกตะเดคิล ไฮโดรเจน ซัลเฟต 6 กรัม (0.017 โมล) และบิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ 5.11 กรัม (0.008 โมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 100 มล. ที่มีแอนไฮดรัสทอลูอีน 50 มล. อยู่ข้างใน จัดเครื่องมือกลั่นรีฟลักซ์ตามรูป 2.2 โดยใส่แอนไฮดรัสทอลูอีนในเครื่องเก็บน้ำจนถึงระดับแขน กลั่นรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 165 -170 °C หลังจากกลั่นรีฟลักซ์ประมาณ 1.5 ชั่วโมง ไอของแอนไฮดรัสทอลูอีนพानीที่เกิดจากปฏิกิริยาออกมายัง เครื่องเก็บน้ำ และถูกเก็บรวบรวมไว้ที่ก้นของเครื่องเก็บน้ำนั้น เช่นเดียวกับการสังเคราะห์ไตรบิวทิลทิน ไดเดคิล ซัลเฟต และไตรบิวทิลทิน เฮกซะเดคิล ซัลเฟต ที่กล่าวแล้วในหัวข้อ 2.4.2.1 และ 2.4.2.2 ตามลำดับ ใช้เวลาในการกลั่นรีฟลักซ์ประมาณ 4 ชั่วโมง เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์. จากนั้นนำประเหยทอลูอีนออกโดยเครื่องระเหยตัวทาละลายด้วยสุญญากาศแบบหมุน ได้ผลเป็นของเหลวสีขาว หลังจากตั้งทิ้งไว้จะแข็งตัวเป็นของแข็ง นำไปตกผลึกใหม่ด้วยเมทานอล ได้ผลึกสีขาว จุดหลอมเหลว 68°Cหนัก 10.54 กรัม คิดเป็นเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ 96.25%