

วิจารณ์ผลการทดลอง

ในบทที่ 3 จะเกี่ยวข้องกับ การทดลองและผลการทดลอง ในบทนี้จะเป็นการนำข้อมูลต่าง ๆ ของสารที่สังเคราะห์ได้ เช่น ข้อมูลจากอินฟราเรดสเปกตรัม ข้อมูลจาก เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ข้อมูลจากแมสสเปกตรัม มาทำการวิเคราะห์เพื่อประกอบการเสนอโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ได้

สารประกอบ tributyltin hydride เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.1.1 โดยการรีดิวส์ bis-(tributyltin) oxide ด้วย polymethylhydrosiloxane เพื่อนำไปเป็นสารตั้งต้นในปฏิกิริยาไฮโดรสแตนเนชันกับอัลคีน จากข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัม รูปที่ 3.1 แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 1800 cm.^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-H แสดงให้เห็นว่าสารประกอบ bis-(tributyltin) oxide ถูกรีดิวส์เป็น tributyltin hydride จากการทดลองได้ผลผลิต 90 %

การทดลองที่ 3.3.1.2 เป็นการเตรียมสารประกอบ dibutyltin hydride โดยวิธีเดียวกันกับการเตรียม tributyltin hydride เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในปฏิกิริยาไฮโดรสแตนเนชันกับอัลคีน จากอินฟราเรดสเปกตรัม รูปที่ 3.2 แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 1833 cm.^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-H มีความเข้มสูงมากกว่าของ tributyltin hydride และสัญญาณจะเลื่อนไปที่ความถี่สูงกว่า tributyltin hydride 33 cm.^{-1}

4.1 วิเคราะห์ผลการเตรียมสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ nitrile

4.1.1 สารประกอบ 3-(tributylstannyl)propionitrile

สารประกอบ 3-(tributylstannyl)propionitrile ที่เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.2.1 โดยปฏิกิริยาไฮโดรสแตนเนชันระหว่าง tributyltin hydride กับ acrylonitrile โดยมี AIBN เป็นตัวเริ่มอนุมูล สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี ละลายได้ดีใน chloroform, ether และ methanol ละลายได้บ้างใน hexane มีรายงานจุดเดือดที่ $132-138^{\circ}\text{C}/0.2\text{ mmHg}$

จากข้อมูล FT IR สเปกตรัม รูปที่ 3.3 แสดงการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 4.1 จากสเปกตรัมจะแสดงลักษณะที่สำคัญของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ nitrile คือมีแถบการดูดกลืนรังสีที่ 2243 cm.^{-1} ที่เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C-N ของสารประกอบ R-CN และที่ $692, 669\text{ cm.}^{-1}$ เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C (63)

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม รูปที่ 3.4 ปรากฏสัญญาณที่ 2.40 ppm แยกเป็น triplet ให้อินทิกรัลเท่ากับ 2 ซึ่งแสดงถึง CH_2 -โปรตอนที่อยู่กับคาร์บอนที่มีหมู่คิงอิเล็กตรอน คือ -CN และเกิด coupling กับ 2 โปรตอนข้างเคียง ส่วนสัญญาณที่ขึ้นตั้งแต่ 1.46-0.78 ppm เป็น CH_3 -, CH_2 -โปรตอนของหมู่ บิวทิล และ CH_2 -โปรตอนที่ตำแหน่งเบตาของหมู่ nitrile แสดงค่าเคมีคัลชิฟต์ดังในตารางที่ 4.2

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.5 และ DEPT 135 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.6 แสดงจำนวนคาร์บอน 7 คาร์บอน จากโครงสร้างของสารประกอบชนิดนี้ หมู่ บิวทิล ทั้ง 3 หมู่ ที่เกาะอยู่กับดีบุก มีสภาพแวดล้อมที่เหมือนกันจะให้สัญญาณจากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมเหมือนกัน คือ เห็นเพียง 4 สัญญาณที่ 8.71, 13.46 (CH_3), 27.16 และ 28.90 ppm อีก 3 สัญญาณเป็นของหมู่ propionitrile ที่ 3.98, 14.55, 121.50 ppm. โดยคาร์บอนที่อยู่ถัดจากดีบุกตั้งแต่ตัวแรกจนถึงตัวที่ 3 จะเกิดการแยก

เนื่องจากดีบุกออกเป็น triplet ให้ค่า coupling constant ($^mJ(\text{C-Sn})$ เมื่อ m เป็นตำแหน่งของคาร์บอนที่ต่อจากดีบุก) (63-66) ดังแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.1 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญจาก FT IR สเปกตรัมของสารประกอบ

3-(tributylstannyl)propionitrile

แถบการดูดกลืน (cm.^{-1})	ความเข้ม	การแปลความหมาย
2958-2852	สูง	C-H สันแบบยืดของ CH_2 , CH_3
2243	ปานกลาง, แหลม	C-N สันแบบยืดของ R-CN
1462	ปานกลาง	C-H สันแบบงอของ CH_2
1377	ปานกลาง	C-H สันแบบงอของ CH_3
692, 669	ปานกลาง	Sn-C สันแบบยืดของ alkyltin

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.2 แสดงข้อมูลโปรตอนเคมีคัลซิฟท์ของสารประกอบ 3-(tributylstannyl) propionitrile จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม รูปที่ 3.4

$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-})_3\text{SnCH}_2\text{-CH}_2\text{-CN}$		
เคมีคัลซิฟท์ (ppm)	อินทิกรัล	การแปลความหมาย
2.4 (t)	2	CH ₂ -CN ที่ coupling กับ 2 โปรตอนข้างเคียง มี J= 8.2 Hz
1.46-1.38 (m)	6	CH ₂ -โปรตอนของหมู่ บิวทิล ที่เกาะอยู่กับคาร์บอนที่ตำแหน่งเบตา กับดีบุก
1.36-1.17 (m)	6	CH ₂ -โปรตอนของหมู่ บิวทิล ที่เกาะอยู่กับคาร์บอนที่ตำแหน่งแกมมา กับดีบุก
0.98 (t)	2	CH ₂ -โปรตอนของหมู่ propionitrile ที่เกาะกับคาร์บอนที่ต่อกับดีบุก มี J= 8.2 Hz
0.87-0.78 (m)	15	CH ₃ - และ แอลฟา CH ₂ -โปรตอนของหมู่บิวทิลที่ต่อกับดีบุก

ตารางที่ 4.3 แสดงข้อมูลคาร์บอนเคมีคัลลิตี้จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม
รูปที่ 3.5 ของสารประกอบ 3-(tributylstannyl)propionitrile

$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2)_3\text{-Sn-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CN}$ c e f b a d g		
ตำแหน่ง คาร์บอน	เคมีคัลลิตี้ (ppm)	ข้อมูลเพิ่มเติม
a	3.98	การแยกเนื่องจากคูปลาห์ $1J$ (C-Sn) = 153 Hz
b	8.71	การแยกเนื่องจากคูปลาห์ $1J$ (C-Sn) = 164 Hz
c	13.46	
d	14.55	การแยกเนื่องจากคูปลาห์ $2J$ (C-Sn) = 8 Hz
e	27.16	การแยกเนื่องจากคูปลาห์ $3J$ (C-Sn) = 27 Hz
f	28.90	การแยกเนื่องจากคูปลาห์ $2J$ (C-Sn) = 10 Hz
g	121.50	

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.1.2 สารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene)dipropionitrile

สารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene)dipropionitrile หรือ สารประกอบ bis-(2-cyanoethyl)di-*n*-butyltin ที่เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.2.2 โดยปฏิกิริยาไฮโดรสแตนเนชันระหว่าง dibutyltin hydride กับ acrylonitrile โดยมี AIBN เป็นตัวเริ่มอนุมูลเสรี สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็น ของเหลวใส ไม่มีสี ละลายใน chloroform, ether และ ethylacetate ให้ข้อมูลทางสเปกโตรสโคปีดังนี้

จากข้อมูล FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.7 มีการดูดกลืนที่สำคัญดังแสดงในตารางที่ 4.4 จากสเปกตรัมจะบอกลักษณะที่สำคัญของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ nitrile คือ มีแถบการดูดกลืนที่ 2243 cm.^{-1} แหลม มีความเข้มปานกลาง ซึ่งเป็นสัญญาณการสั่นแบบยืดของพันธะ C-N เมื่อเทียบกับ 3-(tributylstannyl)propionitrile แล้ว สารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene)dipropionitrile จะแสดงสัญญาณการดูดกลืนของพันธะ C-N ที่มีความเข้มสูงกว่า แถบการดูดกลืนที่ $697, 669\text{ cm.}^{-1}$ เป็นสัญญาณการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C (63)

ข้อมูลโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.8 สัญญาณที่ 2.52 ppm แยกออกเป็น triplet ให้ค่าอินทิกรัลเท่ากับ 4 แสดงถึง CH_2 -โปรตอนที่ coupling กับ 2 โปรตอนข้างเคียง และต่ออยู่กับหมู่ $-\text{CN}$ ทั้งสองของสารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene)dipropionitrile โปรตอนที่เหลือให้สัญญาณตั้งแต่ $1.50\text{--}0.80\text{ ppm}$ ดังข้อมูลที่แสดงในตารางที่ 4.5

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม รูปที่ 3.9 ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่แตกต่างกัน 7 คาร์บอน คือ หมู่ ปิวทิล ทั้งสองจะให้สัญญาณเดียวกันที่ $8.99, 13.50, 27.13$ และ 28.73 ppm โดยสัญญาณที่ 13.50 ppm เป็น CH_3 -โปรตอน ส่วนหมู่ propionitrile ทั้งสองให้สัญญาณเดียวกันที่ $4.31, 14.55$ และ 121.39 ppm สัญญาณที่เกิดจากการแยกอันเนื่องมาจากดีบุกให้ค่า coupling constant ($63\text{--}66$) ดังแสดงในตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.4 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญจาก FT IR สเปกตรัมของสารประกอบ
3,3'-(dibutylstannylene)dipropionitrile

แถบการดูดกลืน (cm.^{-1})	ความเข้ม	การแปลความหมาย
2957-2853	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-H ใน CH_2 , CH_3
2243	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-N ใน R-CN
1463	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ใน CH_2
1378	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ใน CH_3
697, 669	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ Sn-C ใน alkyltin

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.5 แสดงข้อมูลโปรตอนเคมีคัลซิฟท์จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.8 ของสารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene)propionitrile

(CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -) ₂ Sn(-CH ₂ -CH ₂ -CN) ₂		
เคมีคัลซิฟท์ (ppm)	อินทิกรัล	การแปลความหมาย
7.26 (s)		สัญญาณ CDCl ₃
2.52 (t)	4	CH ₂ -CN ที่ coupling กับ 2 โปรตอนข้างเคียง J = 8 Hz
1.50-1.41 (m)	4	CH ₂ -โปรตอนของหมู่บิวทิลที่เกาะอยู่บนคาร์บอนที่ ตำแหน่งเบตากับดีบุก
1.31-1.20 (m)	4	CH ₂ -โปรตอนของหมู่บิวทิลที่เกาะอยู่บนคาร์บอนที่ ตำแหน่งแกมมากับดีบุก
1.17-1.09 (t)	4	CH ₂ -โปรตอนของหมู่ propionitrile ที่เกาะ บนคาร์บอนที่ต่ออยู่กับดีบุก มีค่า J = 8 Hz
1.02-0.93 (t)	4	CH ₂ -โปรตอนของหมู่บิวทิลที่เกาะกับคาร์บอนที่ ตำแหน่งแอลฟากับดีบุก
0.88-0.80 (m)	6	CH ₃ -โปรตอนของหมู่ บิวทิล

ตารางที่ 4.6 แสดงข้อมูลคาร์บอนเคมีคัลชิฟท์จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม
รูปที่ 3.9 ของสารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene)dipropionitrile

$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2)_2\text{-Sn-(CH}_2\text{-CH}_2\text{-CN)}_2$ c e f b a d g		
ตำแหน่ง คาร์บอน	เคมีคัลชิฟท์ (ppm)	ข้อมูลเพิ่มเติม
a	4.34	การแยกเนื่องจากดีบุกกาห้ $1J$ (C-Sn) = 153 Hz
b	8.99	การแยกเนื่องจากดีบุกกาห้ $1J$ (C-Sn) = 165 Hz
c	13.50	
d	14.55	การแยกเนื่องจากดีบุกกาห้ $2J$ (C-Sn) = 8 Hz
e	27.13	การแยกเนื่องจากดีบุกกาห้ $3J$ (C-Sn) = 27 Hz
f	28.73	การแยกเนื่องจากดีบุกกาห้ $2J$ (C-Sn) = 10 Hz
g	121.39	

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2 วิเคราะห์สารประกอบคีนูอินทรีย์ที่มีหมู่ amino

4.2.1 สารประกอบ 3-(tributylstannyl)propanamine

สารประกอบ 3-(tributylstannyl)propanamine เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.3.1 โดยปฏิกิริยาการรีดิวส์ 3-(tributylstannyl)propionitrile ที่เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.2.1 ด้วย LiAlH_4 สารที่เตรียมได้มีลักษณะ เป็นของเหลวใส ไม่มีสี ละลายได้ดีใน chloroform, ether และ methanol ให้ข้อมูลทางสเปกโตรสโกปี ดังนี้

จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.11 ปรากฏสัญญาณที่ 2.47 ppm แยกเป็น triplet มีค่าอินทิกรัลเท่ากับ 2 เป็นสัญญาณของ CH_2 -โปรตอนที่อยู่ติดกับหมู่ amine เกิด coupling กับ 2 โปรตอนของคาร์บอนข้างเคียง โปรตอนอื่นๆให้สัญญาณตั้งแต่ 1.45-0.56 ppm. ดังแสดงในตารางที่ 4.8

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.12 แสดงสัญญาณของคาร์บอนที่แตกต่างกัน 7 คาร์บอน โดยหมู่ บีวทิล ทั้งสามที่ให้สัญญาณเดียวกันที่ 8.50, 13.44 (CH_3), 27.17 และ 29.20 ppm. คาร์บอนที่อยู่ติดกับหมู่ amine ให้สัญญาณที่ 46.09 ppm. คาร์บอนที่อยู่ถัดไปให้สัญญาณที่ 31.02 และ 5.29 ppm. ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.9

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.8 แสดงข้อมูลโปรตอนเคมีคัลซิฟท์จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.11

ของสารประกอบ 3-(tributylstannyl)propanamine



$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-})_3\text{Sn-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH}_2$		
เคมีคัลซิฟท์ (ppm)	อินทิกรัล	การแปลความหมาย
7.24		CDCl_3
2.47 (t)	2	CH_2 -โปรตอนที่อยู่ติดกับหมู่ amino ที่ coupling กับ 2 โปรตอนของคาร์บอนข้างเคียง
1.45-1.05 (m)	16	CH_2 -โปรตอนของหมู่บิวทิลที่อยู่บนเบตาและแกมมา คาร์บอนที่อยู่ติดกับดีบุก และ CH_2 -โปรตอนของ คาร์บอนที่ตำแหน่งเบตาและแกมมาของหมู่ amino
0.76-0.56 (m)	15	CH_3 -และ CH_2 -Sn โปรตอนของหมู่ บิวทิล

ศูนย์วิทยุทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.9 แสดงข้อมูลคาร์บอนเคมีคัลชิฟท์จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม
รูปที่ 3.12 ของสารประกอบ 3-(tributylstannyl)propanamine

$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2)_3\text{-Sn-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH}_2$ c d e b a f g		
ตำแหน่ง คาร์บอน	เคมีคัลชิฟท์ (ppm)	ข้อมูลเพิ่มเติม
a	5.29	การแยกเนื่องจากคูปปลิง $^1\text{J (C-Sn)} = 154 \text{ Hz}$
b	8.50	การแยกเนื่องจากคูปปลิง $^1\text{J (C-Sn)} = 153 \text{ Hz}$
c	13.44	
d	27.17	การแยกเนื่องจากคูปปลิง $^3\text{J (C-Sn)} = 26 \text{ Hz}$
e	29.02	การแยกเนื่องจากคูปปลิง $^2\text{J (C-Sn)} = 10 \text{ Hz}$
f	31.02	การแยกเนื่องจากคูปปลิง $^2\text{J (C-Sn)} = 9 \text{ Hz}$
g	46.09	การแยกเนื่องจากคูปปลิง $^3\text{J (C-Sn)} = 30 \text{ Hz}$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2.2 สารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene)dipropanamine

สารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene)dipropanamine เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.3.2 โดยปฏิกิริยาการรีดิวซ์สารประกอบที่เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.2.1 คือ 3,3'-(dibutylstannylene)dipropionitrile ด้วย LiAlH_4 ที่อุณหภูมิต่ำ สารที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นของเหลวข้น ไม่มีสี ให้ข้อมูลทางสเปกโตรสโคปี ดังนี้

จากข้อมูล FT IR สเปกตรัม รูปที่ 3.13 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 4.10 จะแสดงลักษณะที่สำคัญของสารประกอบคูปกอินทรีย์ที่มีหมู่ amino คือ แถบการดูดกลืนที่ 3372 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ N-H ในสารประกอบ aliphatic amine มีแถบการดูดกลืนที่ $1671-1593 \text{ cm}^{-1}$ เป็นแถบการสั่นแบบงอ (scissoring) ของพันธะ N-H ใน primary aliphatic amine แถบการดูดกลืนที่ 1072 cm^{-1} เป็นแถบการสั่นแบบยืดของพันธะ C-N ใน aliphatic amine และแถบการดูดกลืนที่ 670 cm^{-1} เป็นแถบการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ใน alkyltin (63)

จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.14 ปรากฏสัญญาณที่ 2.40 ppm. ที่มีค่าอินทิกรัลเท่ากับ 4 เป็น CH_2 -โปรตอนที่อยู่กับหมู่ amine ของสารประกอบที่ coupling กับแต่ละ 2 โปรตอนของคาร์บอนข้างเคียงแยกออกเป็น triplet โปรตอนอื่นๆให้สัญญาณตั้งแต่ 1.46-0.50 ppm. ดังแสดงในตารางที่ 4.11

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.15 แสดงสัญญาณของคาร์บอนที่แตกต่างกัน 7 คาร์บอน โดยหมู่ บิวทิล ทั้งสามทำให้สัญญาณที่เดียวกันที่ 18.51, 13.42 (CH_3), 27.10 และ 28.92 ppm. คาร์บอนที่ติดกับหมู่ amine ให้สัญญาณที่ 45.87 ppm. ส่วนคาร์บอนที่อยู่ถัดไปให้สัญญาณที่ 30.75 และ 5.29 ppm. ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.12

แมสสเปกตรัมของสารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene)dipropanamine รูปที่ 3.16 พบแมสของไอออนของโมเลกุล (M^+) ที่ $m/e = 349$ มีความเข้มต่ำ สัญญาณที่ $m/e = 292$ เป็นสัญญาณสูงสุด(base peak) สัญญาณอื่นที่สำคัญมีค่า m/e เป็นดังนี้คือ 345, 236, 234, 178, 136, 121, 119, 58 และ 44 โดยมีลักษณะของการแตกตัวดังแสดงในแผนภาพที่ 4.1

ตารางที่ 4.10 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญจาก FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.13 ของสารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene)dipropanamine

แถบการดูดกลืน (cm.^{-1})	ความเข้ม	การแปลความหมาย
3372	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ N-H ใน amine
2956-2851	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-H ใน aliphatic
1671-1595	ต่ำ	การสั่นแบบงอ(scissoring)ของพันธะ N-H ใน primary aliphatic amine
1463	ต่ำ	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ methylene
1370	ต่ำ	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ methyl
1072	ต่ำ	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-N ใน amine
670	ต่ำ	การสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ใน alkyltin

ตารางที่ 4.11 แสดงข้อมูลโปรตอนเคมีคัลซิฟท์จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.14 ของสารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene)dipropanamine

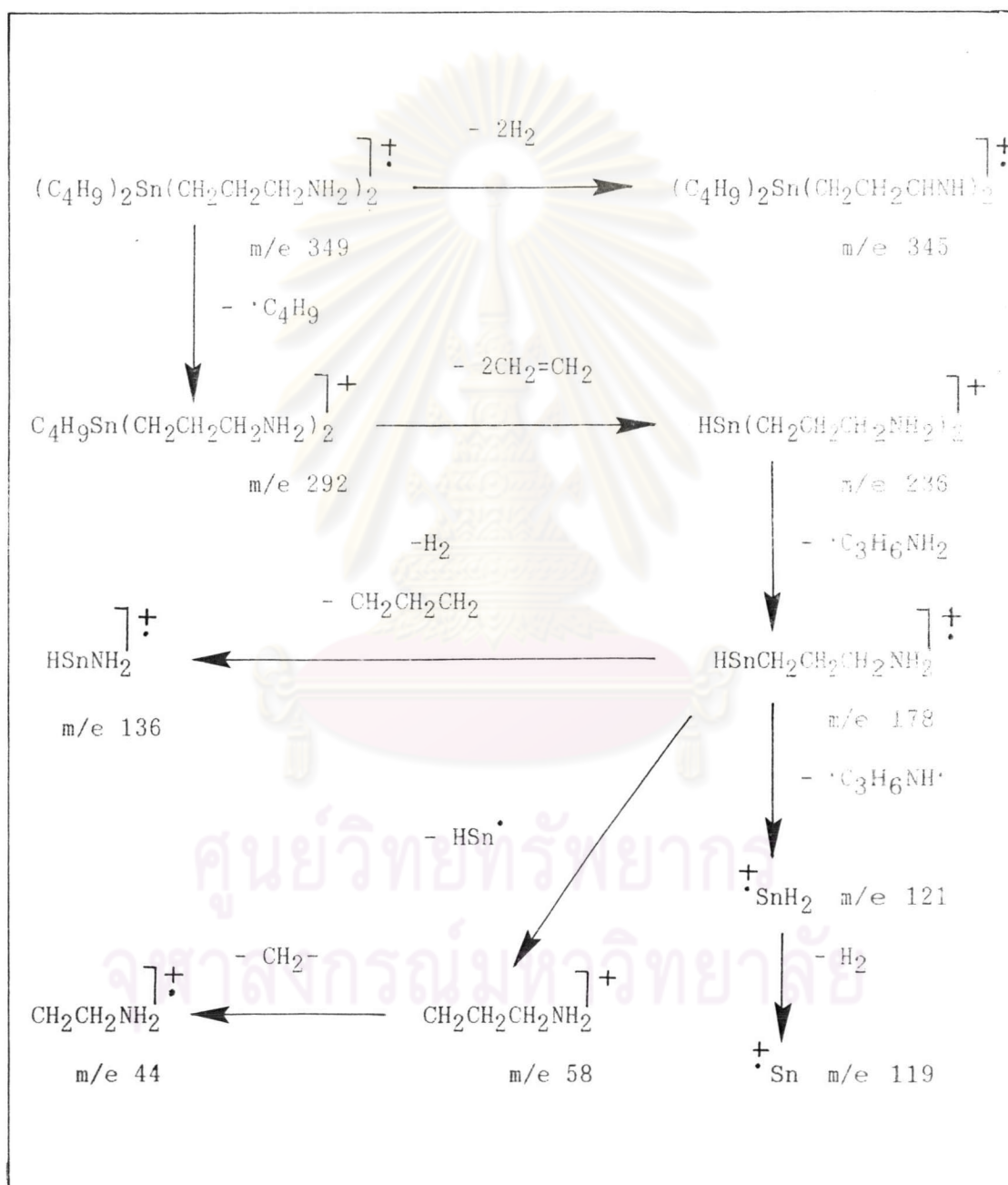
(CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -) ₂ Sn(-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -NH ₂) ₂		
เคมีคัลซิฟท์ (ppm)	อินทิกรัล	การแปลความหมาย
2.40 (t)	4	CH ₂ -โปรตอนของคาร์บอนที่ติดกับหมู่amino ที่ coupling กับ 2 โปรตอนของคาร์บอนข้างเคียง
1.65 (s)	4	โปรตอนของ NH ₂
1.46-1.34 (m)	4	CH ₂ -โปรตอนของคาร์บอนที่ต่ออยู่ที่ตำแหน่ง เบตา ของหมู่amino
1.31-1.15 (m)	4	CH ₂ -โปรตอนของคาร์บอนที่ต่ออยู่ที่ตำแหน่งแกมมา ของดีบุก
1.12-1.01 (m)	4	CH ₂ -โปรตอนของคาร์บอนที่ต่ออยู่ที่ตำแหน่ง เบตา ของดีบุก
0.97-0.50 (m)	14	CH ₂ -Sn โปรตอนทั้งหมด และ CH ₃ -โปรตอนของ หมู่บิวทิล

ตารางที่ 4.12 แสดงข้อมูลคาร์บอนเคมีคัลชิฟท์จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม
รูปที่ 3.15 ของสารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene)dipropanamine

$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2)_2\text{-Sn-(CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH}_2)_2$ c d e b a f g		
ตำแหน่ง คาร์บอน	เคมีคัลชิฟท์ (ppm)	ข้อมูลเพิ่มเติม
a	5.29	การแยกเนื่องจากดีบุกทำให้ $1J (\text{C-Sn}) = 154 \text{ Hz}$
b	8.51	การแยกเนื่องจากดีบุกทำให้ $1J (\text{C-Sn}) = 173 \text{ Hz}$
c	13.42	
d	27.10	การแยกเนื่องจากดีบุกทำให้ $3J (\text{C-Sn}) = 27 \text{ Hz}$
e	28.92	การแยกเนื่องจากดีบุกทำให้ $2J (\text{C-Sn}) = 10 \text{ Hz}$
f	30.75	การแยกเนื่องจากดีบุกทำให้ $2J (\text{C-Sn}) = 9 \text{ Hz}$
g	45.87	การแยกเนื่องจากดีบุกทำให้ $3J (\text{C-Sn}) = 31 \text{ Hz}$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

แผนภาพที่ 4.1 การแตกตัวเป็นชิ้นส่วนของสารประกอบ 3,3'-(dibutylstannylene) dipropanamine



4.3 วิเคราะห์สารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่เป็นอนุพันธ์ของ amino-s-triazine

4.3.1 สารประกอบ 2-[3'-(tributylstannyl)propylamino]-4,6-dichloro-s-triazine

สารประกอบ 2-[3'-(tributylstannyl)propylamino]-4,6-dichloro-s-triazine ที่เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.4.1 โดยปฏิกิริยาระหว่าง 3-(tributylstannylene)propanamine กับ cyanuric chloride ที่อุณหภูมิ 0-5 °C สารที่เตรียมได้มีลักษณะ เป็นของเหลวใส สีเหลืองอ่อน ให้ข้อมูลทางสเปกโตรสโกปีดังนี้

จากข้อมูล FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.17 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 4.13 จากสเปกตรัมจะแสดงลักษณะที่สำคัญของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ amino-s-triazine คือแถบการดูดกลืนรังสีที่ 3282 cm.^{-1} มีความเข้มปานกลาง เป็นแถบการสั่นแบบยืดของพันธะ N-H ใน secondary amine แถบการดูดกลืนที่ $1618, 1552, 1515\text{ cm.}^{-1}$ สัญญาณกว้าง มีความเข้มสูงทั้ง 3 สัญญาณ เป็นการสั่นในระนาบของวงแหวน triazine แถบการดูดกลืนที่ $1239, 1150\text{ cm.}^{-1}$ เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C-N ใน aromatic และ aliphatic ตามลำดับ แถบการดูดกลืนที่ 847 cm.^{-1} เป็นการสั่นแบบงอนออกระนาบ (OOP) ของวงแหวน triazine และ แถบการดูดกลืนที่ 668 cm.^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ใน alkyltin

จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.18 ปรากฏสัญญาณของ CH_2 -โปรตอน ที่ต่อกับหมู่ amino ที่ 3.416 ppm. เกิด coupling กับ 2 โปรตอนของคาร์บอนข้างเคียง และกับอีกหนึ่งโปรตอนที่เกาะอยู่กับไนโตรเจนข้างเคียง แยกเป็น quartet โปรตอนที่เกาะกับไนโตรเจนของหมู่ amino ที่ต่อกับวง triazine ให้สัญญาณที่ 7.20 ppm. โปรตอนที่เหลือให้สัญญาณตั้งแต่ $1.74-0.67\text{ ppm.}$ ดังแสดงในตารางที่ 4.14

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.19 แสดงสัญญาณของคาร์บอนที่แตกต่างกัน 9 คาร์บอน โดยจากหมู่ บีวทิล ทั้งสามที่ให้สัญญาณเดียวกันที่ 8.66, 13.58 (CH_3), 27.25 และ 29.09 ppm. คาร์บอนที่เหลือให้สัญญาณที่ 5.12, 26.51, 45.21, 165.58 และ 169.31 ppm. ดังแสดงในตารางที่ 4.15

พิจารณาแมสสเปกตรัมรูปที่ 3.21 พบสัญญาณของไอออนของโมเลกุลที่ $m/e = 495$ สัญญาณสูงสุดมี $m/e = 439$ และสัญญาณอื่นๆที่สำคัญ m/e มีค่าดังนี้คือ 381, 325, 283, 177, 149, 121, 119, 57 และ 41 โดยมีกลไกของการแตกตัวเป็นชิ้นส่วน (67-69) ดังแสดงในแผนภาพที่ 4.2

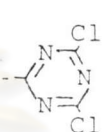


ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

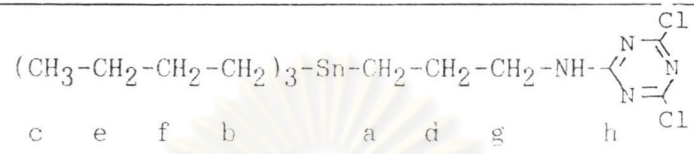
ตารางที่ 4.13 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญจาก FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.17 ของสารประกอบ 2-[3'-(tributylstannyl)propylamino]-4,6-dichloro-s-triazine

แถบการดูดกลืน (cm. ⁻¹)	ความเข้ม	การแปลความหมาย
3282	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ N-H ใน 2 ^o amine
2957-2853	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-H ใน aliphatic
1618, 1552, 1515	สูง	การสั่นในระนาบของวงแหวน s-triazine
1458	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ CH ₂
1354	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ methyl
1239	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-N ใน aromatic amine
1150	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-N ใน aliphatic amine
847	ปานกลาง	การสั่นแบบงอนอกระนาบ (OOP) ของวงแหวน s-triazine
668	ต่ำ	การสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ใน alkyltin

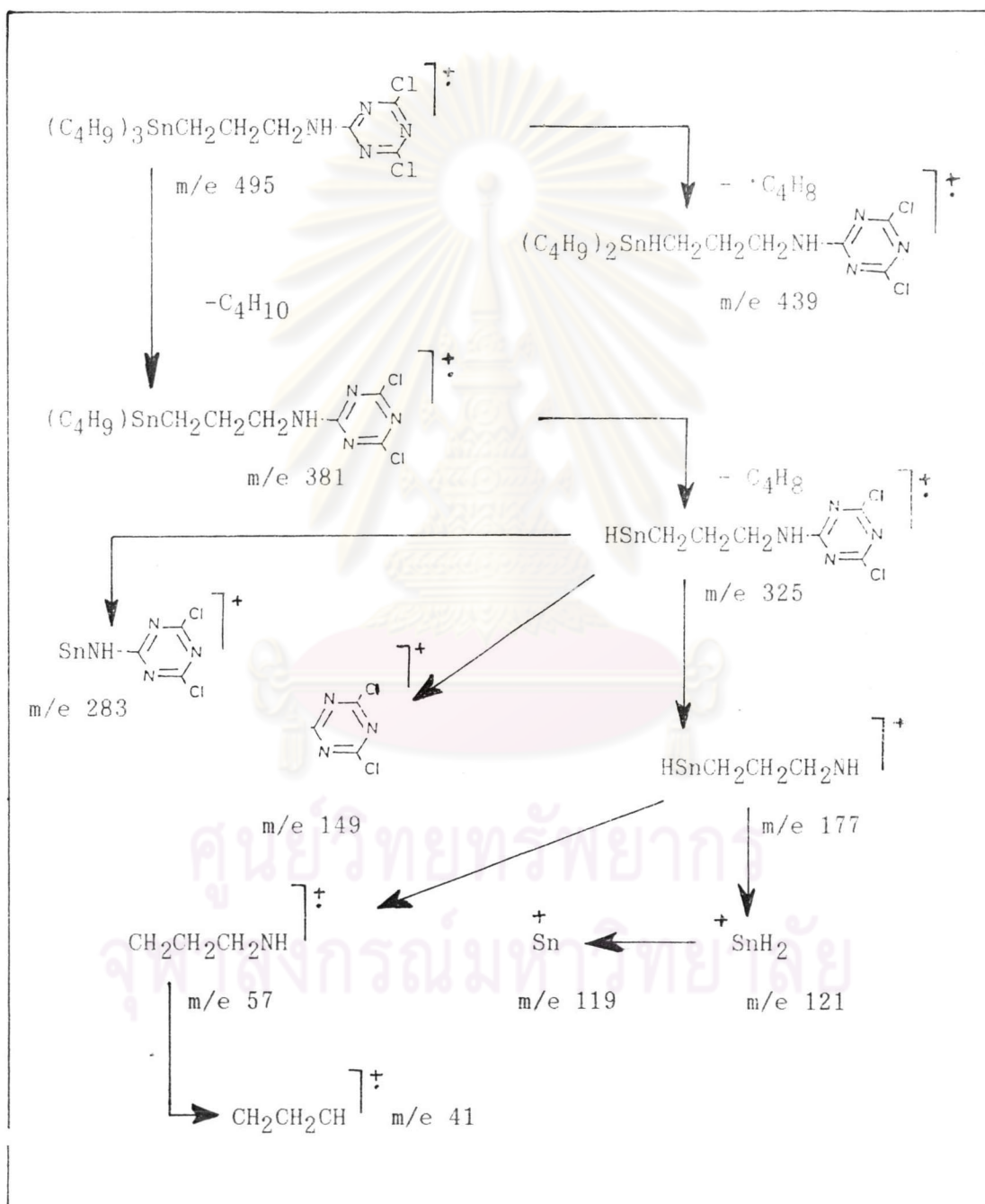
ตารางที่ 4.14 แสดงข้อมูลโปรตอนเคมีคัลซิฟท์จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.18 ของสารประกอบ 2-[3'-(tributylstannyl)propylamino]-4,6-dichloro-s-triazine

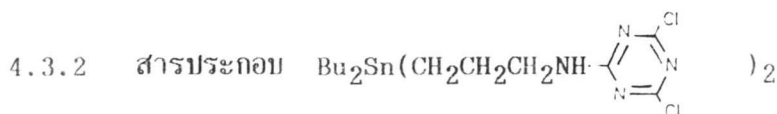
$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-})_3\text{Sn-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-}$ 		
เคมีคัลซิฟท์ (ppm)	อินทิกรัล	การแปลความหมาย
7.19 (t)	1	NH-โปรตอน
3.42(q)	2	CH ₂ -N-โปรตอน
1.74 (m)	2	CH ₂ -โปรตอนของคาร์บอนที่ต่ออยู่ที่ตำแหน่งเบตาของหมู่ amino
1.40 (m)	6	CH ₂ -โปรตอนของหมู่บิวทิลที่ตำแหน่งเบตา กับดีบุก
1.23 (m)	6	CH ₂ -โปรตอนของหมู่บิวทิลที่ตำแหน่งแกมมา กับดีบุก
0.96-0.67 (m)	17	CH ₂ -Sn โปรตอน ทั้งหมดและ CH ₃ -โปรตอนของหมู่บิวทิล

ตารางที่ 4.15 แสดงข้อมูลคาร์บอนเคมีคัลชิฟท์จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.19 ของสารประกอบ 2-[3'-(tributylstannyl)propylamino]-4,6-dichloro-s-triazine

$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2)_3\text{-Sn-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-}$ 		
ตำแหน่งคาร์บอน	เคมีคัลชิฟท์ (ppm)	ข้อมูลเพิ่มเติม
a	5.12	การแยกเนื่องจากคิบูกาห้ $^1J(\text{C-Sn}) = 148 \text{ Hz}$
b	8.66	การแยกเนื่องจากคิบูกาห้ $^1J(\text{C-Sn}) = 165 \text{ Hz}$
c	13.58	
d	26.51	การแยกเนื่องจากคิบูกาห้ $^2J(\text{C-Sn}) = 8 \text{ Hz}$
e	27.25	การแยกเนื่องจากคิบูกาห้ $^3J(\text{C-Sn}) = 27 \text{ Hz}$
f	29.09	การแยกเนื่องจากคิบูกาห้ $^2J(\text{C-Sn}) = 10 \text{ Hz}$
g	45.21	การแยกเนื่องจากคิบูกาห้ $^3J(\text{C-Sn}) = 33 \text{ Hz}$
h	165.58	
i	169.31	

แผนภาพที่ 4.2 แสดงการแตกตัวเป็นชิ้นส่วนของสารประกอบ 2-[3'-(tributylstannyl)-4,6-dichloro-s-triazine





สารประกอบ $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}-\text{C}_2\text{N}_2\text{Cl}_2)_2$ ที่เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.4.2 วัตถุประสงค์ระหว่าง 3,3'-(dibutylstannylene)dipropanamine กับ cyanuric chloride ที่อุณหภูมิต่ำ สารที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาว มีจุดหลอมเหลว 87-88 °C ให้ข้อมูลทางสเปกโตรสโคปีดังนี้

จากข้อมูล FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.22 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 4.16 จะแสดงลักษณะของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ amino-s-triazine คือ แถบการดูดกลืนที่ 3273 cm^{-1} มีความเข้มสูง เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ N-H ในสารประกอบ secondary amine แถบการดูดกลืนที่ 1622, 1554, 1519 cm^{-1} สัณฐานกว้าง มีความเข้มสูง เป็นการสั่นในระนาบของวงแหวน triazine แถบการดูดกลืนที่ 1235, 1151 cm^{-1} มีความเข้มสูง เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C-N ใน aromatic และ aliphatic amine ตามลำดับ แถบการดูดกลืนที่ 1102 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C-Cl ใน aryl chloride แถบการดูดกลืนที่ 847 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบงอนออกระนาบในวงแหวน triazine และแถบการดูดกลืนที่ 670 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ใน alkyltin (63)

จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.23 ปรากฏสัญญาณที่ 7.10 ppm. แยกออกเป็น triplet โดย 2 โปรตอนที่เกาะอยู่กับคาร์บอนข้างเคียง มีค่าอินทิกรัลเท่ากับ 2H แสดงถึง NH-โปรตอนที่ต่ออยู่กับวง triazine และ CH_2 -โปรตอนที่ต่อกับหมู่ amino นี้ให้สัญญาณที่ 3.42 ppm. (62) สัญญาณอื่นๆตั้งแต่ 1.83-0.71 ppm. และค่าอินทิกรัลแสดงไว้ในตารางที่ 4.17

จากคาร์บอน-13-เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.24 แสดงสัญญาณของคาร์บอนที่แตกต่างกัน 9 คาร์บอน หมู่ บิวทิล ทั้งสามให้สัญญาณเดียวกันที่ 8.75, 13.61 (CH_3), 27.22 และ 29.03 ppm. วง triazine ให้สัญญาณของคาร์บอนที่ต่างกัน 2 คาร์บอน คือ สัญญาณที่

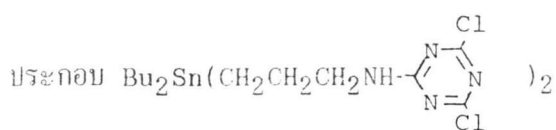
165.59 และ 169.35 ppm. คาร์บอนที่เหลือให้สัญญาณที่ 5.20, 26.46 และ 45.09 ppm. ดังแสดงไว้ในตารางที่ 4.18

พิจารณาแมสสเปกตรัมรูปที่ 3.25 พบสัญญาณของไอออนของโมเลกุลที่ $m/e = 645$ สัญญาณสูงสุดมี $m/e = 587$ สัญญาณอื่นที่สำคัญ m/e มีค่าดังนี้คือ 589, 439, 383, 327, 325, 283, 177 และ 121 โดยมีกลไกการแตกตัวออกเป็นชิ้นส่วน ดังในแผนภาพที่ 4.3



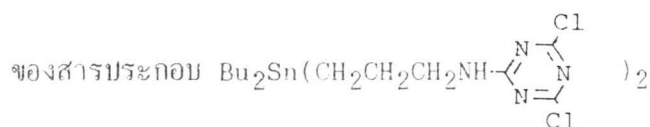
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.16 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญจาก FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.22 ของสาร



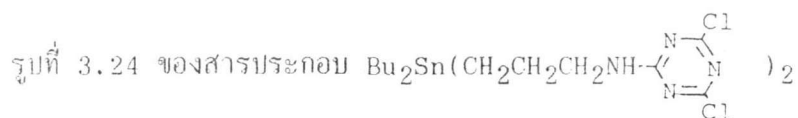
แถบการดูดกลืน (cm.^{-1})	ความเข้ม	การแปลความหมาย
3273	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ N-H ใน amine
2953-2814	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-H ใน aliphatic
1622, 1554, 1519	สูง	การสั่นในระนาบของวงแหวน s-triazine
1436	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ methylene
1362	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ methyl
1235	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-N ใน aromatic amine
1151	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-N ใน aliphatic amine
1102	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-Cl ในเอริล คลอไรด์
847	สูง	การสั่นแบบงอนอกระนาบ (OOP) ของวงแหวน s-triazine
670	ต่ำ	การสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ใน alkyltin

ตารางที่ 4.17 แสดงข้อมูลโปรตอนเคมีคัลซิฟท์จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.23



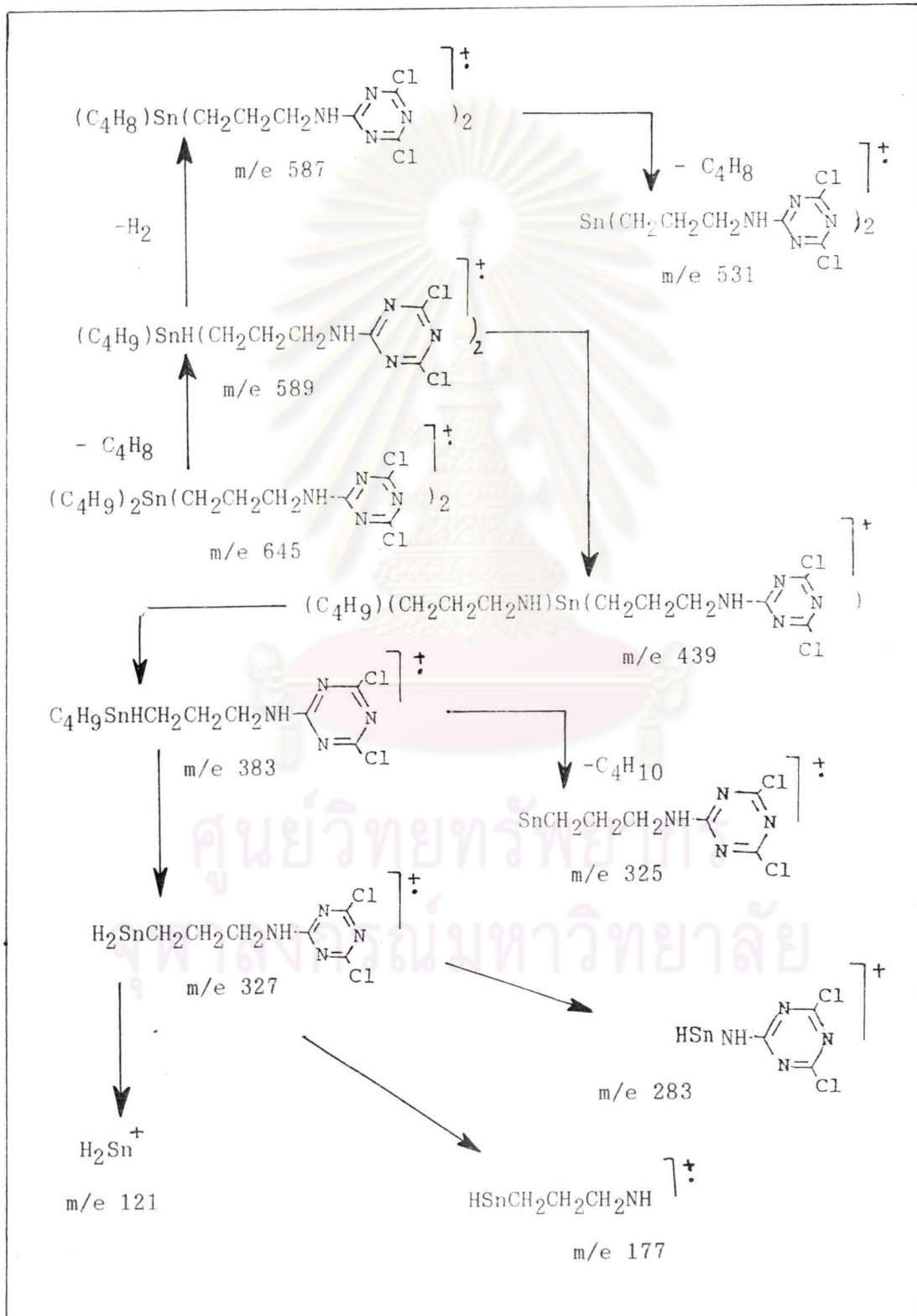
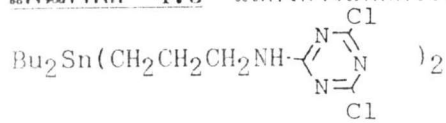
		
เคมีคัลซิฟท์ (ppm)	อินทิกรัล	การแปลความหมาย
7.10 (t)	2	NH-C ₃ Cl ₂ N ₃ โปรตอนที่เกิด coupling กับ 2 โปรตอนข้างเคียง J = 5.7 Hz
3.47-3.37 (q)	4	CH ₂ -N โปรตอนที่ coupling กับ 3 โปรตอนข้างเคียง J = 6.7 Hz
1.83-1.67 (m)	4	CH ₂ -โปรตอนของคาร์บอนที่อยู่ตำแหน่งเบตาของหมู่ amino มี J = 7.8 Hz
1.47-1.34 (m)	4	CH ₂ -โปรตอนของหมู่เมทิลที่ตำแหน่งเบตา กับดีบุก
1.30-1.16 (m)	4	CH ₂ -โปรตอนของหมู่เมทิลที่ตำแหน่งเบตา กับดีบุก
0.88-0.71 (m)	14	CH ₂ -Sn โปรตอนทั้งหมด และ CH ₃ -โปรตอนของหมู่เมทิล

ตารางที่ 4.18 แสดงข้อมูลคาร์บอนเคมีคัลชิฟท์จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม



ตำแหน่งคาร์บอน	เคมีคัลชิฟท์ (ppm)	ข้อมูลเพิ่มเติม
a	5.20	การแยกเนื่องจากคัปปลิงให้ $^1J(\text{C-Sn}) = 148 \text{ Hz}$
b	8.75	การแยกเนื่องจากคัปปลิงให้ $^1J(\text{C-Sn}) = 165 \text{ Hz}$
c	13.61	
d	26.46	การแยกเนื่องจากคัปปลิงให้ $^2J(\text{C-Sn}) = 8 \text{ Hz}$
e	27.22	การแยกเนื่องจากคัปปลิงให้ $^3J(\text{C-Sn}) = 27 \text{ Hz}$
f	29.03	การแยกเนื่องจากคัปปลิงให้ $^2J(\text{C-Sn}) = 10 \text{ Hz}$
g	45.09	การแยกเนื่องจากคัปปลิงให้ $^3J(\text{C-Sn}) = 33 \text{ Hz}$
h	165.59	
i	169.35	

แผนภาพที่ 4.3 แสดงการแตกตัวเป็นชิ้นส่วนของสารประกอบ



4.4 วิเคราะห์ผลการเตรียมสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ epoxide ether

4.4.1 สารประกอบ tributyl[3-(oxiranylmethoxy)propyl]stannane

สารประกอบ tributyl[3-(oxiranylmethoxy)propyl] stannane ที่เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.5.1 โดยปฏิกิริยาไฮดรอสแตนเนชันระหว่าง allyl glycidyl ether กับ tributyltinhydride โดยมี AIBN เป็นตัวเริ่มอนุมูล ที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี ละลายได้ดีใน chloroform ether ethyl acetate ให้ ข้อมูลทางสเปกโตรสโกปีดังนี้

จากข้อมูล FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.26 แสดงการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 4.19 จาก FT IR สเปกตรัม จะบอกลักษณะที่สำคัญของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ epoxy ether คือ มีแถบการดูดกลืนรังสีที่ 1109 cm^{-1} มีความเข้มสูง ซึ่งเป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ของสารประกอบ aliphatic ether แถบการดูดกลืนที่ 1252(sym.), 846(asym.), 759 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ของสารประกอบ epoxide และที่แถบการดูดกลืนที่ 690, 668 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ของสารประกอบ alkyltin (63)

จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม รูปที่ 3.27 สัญญาณตั้งแต่ 1.54-0.51 ppm. ให้ค่าอินทิกรัลเท่ากับ 31H เป็นที่สัญญาณแสดงโปรตอนของหมู่ เมทิล ทั้งสามหมู่ (27H) กับโปรตอนของหมู่ epoxy ether ที่เกาะกับคาร์บอนที่อยู่ถัดจากดีบุก ในตำแหน่งที่หนึ่งและสอง อีก 4H ส่วนสัญญาณตั้งแต่ 3.44-2.32 ppm. ซึ่งมีค่าอินทิกรัลรวมกันเท่ากับ 7H แสดงถึงโปรตอนที่เกาะอยู่กับคาร์บอนที่ติดกับออกซิเจนอะตอมของ ether และ วง epoxide โดยที่สัญญาณที่ 3.44 ppm. แยกเป็น doublet เป็นของหนึ่งโปรตอนของ CH_2 -โปรตอนที่ติดกับวง epoxide ส่วนอีกหนึ่งโปรตอนให้สัญญาณที่ 3.42 ppm. แยกเป็น doublet เหมือนกัน แต่ค่าอินทิกรัลของทั้งสองสัญญาณรวมกันเป็น 1H จาก COSY สเปกตรัม รูปที่ 3.13 , NOESY สเปกตรัม รูปที่ 3.14 และ ^1H - ^{13}C shift correlations สเปกตรัม รูปที่ 3.15 แสดง

ให้เห็นว่า ที่คาร์บอนเดียวกันนี้ โปรตอนส่วนหนึ่งอยู่ที่สัญญาณที่ 3.21-3.07 ppm. ซึ่งแยกออกเป็น multiplet ค่าอินทิกรัลเป็น 3H ร่วมกับสัญญาณของ CH₂-โปรตอน ของคาร์บอนอีกตัวที่ติดกับออกซิเจนของ ether นั้นแสดงว่า CH₂-โปรตอน ที่ต่ออยู่กับวง epoxide เกิดแยก double of doublet (dd) 2 ชุด โดย coupling กับโปรตอนที่อยู่บนคาร์บอนเดียวกัน และกับ CH₂-โปรตอนของคาร์บอนอีกตัวที่ติดกับออกซิเจนของ ether ส่วน CH₂-โปรตอนของวง epoxide ให้สัญญาณแยกออกเป็น double of doublet (dd) 2 ชุด ดังแสดงข้อมูลในตารางที่ 4.20

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.28 ให้สัญญาณของคาร์บอนที่แตกต่างกัน 10 คาร์บอน คือ หมู่ บิวทิล ทั้งสามจะให้สัญญาณเดียวกันที่ 8.36, 13.24, 26.97 และ 28.81 ppm. โดยสัญญาณที่ 13.24 ppm. เป็นของ CH₃-โปรตอน และหมู่ฟังก์ชันที่เหลือให้สัญญาณที่ 4.04, 26.56, 43.73, 50.34, 71.11, 74.64 ppm. โดย CH-โปรตอนจะให้สัญญาณที่ 50.3 ppm. ดังแสดงในตารางที่ 4.21

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.19 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญจาก FT IR สเปกตรัมของสารประกอบ
tributyl[3-(oxiranylmethoxy)propyl]stannane

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	การแปลความหมาย
2956-2854	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-H ใน CH_2 , CH_3
1463	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ใน CH_2
1377	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ใน CH_3
1252	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดอย่างมีสมมาตรของพันธะ C-O ในสารประกอบ epoxide
1109	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ใน ether
846	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดอย่างไม่สมมาตรของพันธะ C-O ใน epoxide
759	ปานกลาง	การสั่นของพันธะ C-O ใน epoxide
690, 668	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ใน alkyltin

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.20 แสดงข้อมูลโปรตอนเคมีคัลซิฟท์จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.27 ของสารประกอบ tributyl[3-(oxiranylmethoxy)propyl]stannane

$ \begin{array}{c} \text{H} \quad \text{O} \\ \quad / \quad \backslash \\ (\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-})_3\text{Sn-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-C-CH-C-H} \\ \quad \\ \text{H} \quad \text{H} \\ \text{c} \quad \text{e} \quad \text{f} \quad \text{b} \quad \quad \text{a} \quad \text{d} \quad \text{j} \quad \quad \text{i} \quad \text{h} \quad \text{g} \end{array} $		
เคมีคัลซิฟท์ (ppm)	อินทิกรัล	การแปลความหมาย
7.26		CDCl_3
3.44, 3.42	1	CH_2 -โปรตอนของคาร์บอน i
3.21-3.07	3	CH_2 -โปรตอนของคาร์บอน j และ 1 H_i -โปรตอน
2.88(m)	1	CH-โปรตอนของวง epoxide
2.44(dd)	1	H_o -โปรตอนของคาร์บอน g
2.42(dd)	1	H_p -โปรตอนของคาร์บอน g
1.54-1.50	2	CH_2 -โปรตอนของคาร์บอน d
1.25-1.22	6	CH_2 -โปรตอนของคาร์บอน f
1.12-1.01	6	CH_2 -โปรตอนของคาร์บอน e
0.69-0.51	17	CH_2 -โปรตอนของคาร์บอน b และ a และ
(m)		CH_3 -โปรตอนของหมู่บิวทิล

ตารางที่ 4.21 แสดงข้อมูลคาร์บอนเคมีคัลชิฟท์จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม
รูปที่ 3.28 ของสารประกอบ tributyl[3-(oxiranylmethoxy)propyl]stannane

ตำแหน่ง คาร์บอน	เคมีคัลชิฟท์ (ppm)	ข้อมูลเพิ่มเติม
$ \begin{array}{c} \text{O} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{H}_2\text{C}-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Sn}-(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3 \\ \text{g} \quad \text{h} \quad \text{i} \quad \quad \text{j} \quad \text{d} \quad \text{a} \quad \quad \text{b} \quad \text{f} \quad \text{e} \quad \text{c} \end{array} $		
a	4.04	การแยกเนื่องจากคิบูกาห์ $^1\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 154 \text{ Hz}$
b	8.36	การแยกเนื่องจากคิบูกาห์ $^1\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 152 \text{ Hz}$
c	13.24	
d	26.56	การแยกเนื่องจากคิบูกาห์ $^2\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 8 \text{ Hz}$
e	26.97	การแยกเนื่องจากคิบูกาห์ $^3\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 27 \text{ Hz}$
f	28.81	การแยกเนื่องจากคิบูกาห์ $^2\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 10 \text{ Hz}$
g	43.73	
h	50.34	
i	71.11	
j	74.61	การแยกเนื่องจากคิบูกาห์ $^3\text{J}(\text{C}-\text{Sn}) = 30 \text{ Hz}$

4.4.2 สารประกอบ dibutylbis[3-(oxiranylmethoxy)propyl]stannane

สารประกอบ dibutylbis[3-(oxiranylmethoxy)propyl]stannane เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.5.2 โดยปฏิกิริยาไฮโดรสแตนเนชันระหว่าง dibutyltinhydride กับ allyl glycidyl ether โดยมี AIBN เป็นตัวเริ่มอนุมูล ที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี ละลายได้ดีใน chloroform, ether, ethyl acetate ให้ข้อมูลทางสเปกโตรสโกปี ดังนี้

จากข้อมูล FT IR สเปกตรัม รูปที่ 3.32 แสดงการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 4.22 จะบอกลักษณะที่สำคัญของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ epoxy ether คือ มีแถบการดูดกลืนรังสีที่ 1108 cm^{-1} มีความเข้มสูง เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ใน ether แถบการดูดกลืนที่ 1253(สมมาตร), 910(ไม่สมมาตร), 847 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ใน epoxide และแถบการดูดกลืนที่ 691, 671 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ใน alkyltin (63)

จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.33 สัญญาณตั้งแต่ 3.66-2.49 ppm. มีค่าอินทิกรัลเท่ากับ 7 (14H) เป็นสัญญาณที่แสดงถึงโปรตอนที่เกาะกับคาร์บอนที่ติดกับออกซิเจนอะตอมของ ether และวง epoxide ส่วนสัญญาณตั้งแต่ 1.77-0.65 ppm. มีค่าอินทิกรัลเท่ากับ 13 (26H) เป็นโปรตอนของหมู่ เมทิล ทั้งสองหมู่ (18H) และ โปรตอนที่เกาะกับคาร์บอนที่อยู่ถัดจากดีบุกที่ตำแหน่งแอลฟาและเบตา ดังแสดงข้อมูลในตารางที่ 4.23

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.34 และ DEPT 135 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.35 แสดงสัญญาณของคาร์บอนที่แตกต่างกัน 10 คาร์บอน โดยที่หมู่ เมทิล ทั้งสองให้สัญญาณเดียวกันที่ 8.70, 13.57 (CH_3), 27.25 และ 29.03 ppm หมู่ฟังก์ชันที่เหลือให้สัญญาณที่ 4.36, 26.78, 44.14, 50.68 (CH), 71.41 และ 74.83 ppm ตำแหน่งของคาร์บอนที่เคมีคัลชิฟต์ต่างๆ และค่า coupling constant (63-66) แสดงในตารางที่ 4.24

ตารางที่ 4.22 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญจากอินฟราเรดสเปกตรัมรูปที่ 3.32 ของสารประกอบ dibutylbis[3-(oxiranylmethoxy)propyl]stannane

แถบการดูดกลืน (cm.^{-1})	ความเข้ม	การแปลความหมาย
2994-2856	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-H ใน aliphatic
1462	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ CH_2
1378	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ methyl
1253	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดอย่างมีสมมาตรของพันธะ C-O ใน epoxide
1108	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ใน ether
910	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดอย่างไม่สมมาตรของพันธะ C-O ใน epoxide
847	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ใน epoxide
691-671	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ใน alkyltin

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

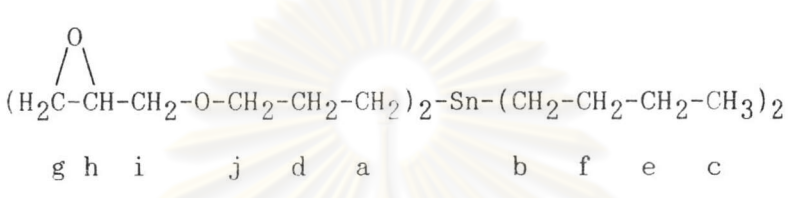
ตารางที่ 4.23 แสดงข้อมูลโปรตอนเคมีคัลซิฟท์จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.33

ของสารประกอบ dibutylbis[3-(oxiranylmethoxy)propyl]stannane

$ \begin{array}{c} \text{H} \quad \text{O} \\ \quad / \quad \backslash \\ (\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-})_2\text{Sn}(-\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-C-CH-C-H})_2 \\ \quad \\ \text{H} \quad \text{H} \\ \text{c} \quad \text{e} \quad \text{f} \quad \text{b} \quad \quad \text{a} \quad \text{d} \quad \text{j} \quad \text{i} \quad \text{h} \quad \text{g} \end{array} $		
เคมีคัลซิฟท์ (ppm)	อินทิกรัล	การแปลความหมาย
7.26		CDCl_3
3.65(dd)	1	โปรตอนของคาร์บอน i
3.59(dd)	1	โปรตอนของคาร์บอน i
3.38-3.24 m	6	4 โปรตอนของคาร์บอน j กับอีก 2 โปรตอน ของคาร์บอน i
3.07-3.01	2	CH-โปรตอนของคาร์บอน h
2.61(dd)	2	H_O -โปรตอนของคาร์บอน g
2.60(dd)	2	H_p -โปรตอนของคาร์บอน g
1.77-1.62	4	CH_2 -โปรตอนของคาร์บอน d
1.46-1.29	4	CH_2 -โปรตอนของคาร์บอน f
1.26-1.12 (m)	4	CH_2 -โปรตอนของคาร์บอน e
0.83-0.65 m	14	4 โปรตอนของคาร์บอน c กับ 4 โปรตอนของ คาร์บอน a และ 6 โปรตอนของ CH_3 -โปรตอน

ตารางที่ 4.24 แสดงข้อมูลคาร์บอนเคมีคัลชิฟท์จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม

รูปที่ 3.34 ของสารประกอบ dibutylbis[3-(oxiranylmethoxy)propyl]stannane

ตำแหน่ง คาร์บอน	เคมีคัลชิฟท์ (ppm)	ข้อมูลเพิ่มเติม
 $(H_2C-CH-CH_2-O-CH_2-CH_2-CH_2)_2-Sn-(CH_2-CH_2-CH_2-CH_3)_2$ <p style="text-align: center;">g h i j d a b f e c</p>		
a	4.36	การแยกเนื่องจากตีบูกาให้ $^1J(C-Sn) = 155$ Hz
b	8.70	การแยกเนื่องจากตีบูกาให้ $^1J(C-Sn) = 162$ Hz
c	13.57	
d	26.78	การแยกเนื่องจากตีบูกาให้ $^2J(C-Sn) = 9$ Hz
e	27.25	การแยกเนื่องจากตีบูกาให้ $^3J(C-Sn) = 27$ Hz
f	29.03	การแยกเนื่องจากตีบูกาให้ $^2J(C-Sn) = 10$ Hz
g	44.14	
h	50.68	
i	71.41	
j	74.83	การแยกเนื่องจากตีบูกาให้ $^3J(C-Sn) = 31$ Hz

4.5 วิเคราะห์สารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ ether amino alcohol

4.5.1 สารประกอบ $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$

สารประกอบ $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.6.1 โดยปฏิกิริยาของ ethylene diamine กับสารประกอบ tributyl[3-(oxiranylmethoxy)propyl]stannane ที่อุณหภูมิต่ำ สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นของเหลวข้น ไม่มีสี ละลายได้ดีใน methanol และละลายได้ค่อนข้างดีใน chloroform ให้ข้อมูลทางสเปกโตรสโกปี ดังนี้

จากข้อมูล FT IR สเปกตรัม รูปที่ 3.36 แสดงการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 4.25 จะแสดงลักษณะที่สำคัญของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ ether amino alcohol คือ มีแถบการดูดกลืนรังสีที่ 3308 cm.^{-1} มีความเข้มปานกลางกว้าง อาจเป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ O-H ของ alcohol ที่เกิดพันธะไฮโดรเจน และเป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ N-H ของ amine แถบการดูดกลืนที่ 1665 cm.^{-1} เป็นการสั่นแบบงอของพันธะ N-H ของ primary amine แถบการดูดกลืนที่ $1180\text{-}1044 \text{ cm.}^{-1}$ เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C-N ของ aliphatic amine หรือของพันธะ C-O ของ alcohol หรือของ ether แถบการดูดกลืนที่ 872 cm.^{-1} เป็นการสั่นแบบงอนอกระนาบ (out-of-plane ; OOP) ของพันธะ N-H และแถบการดูดกลืนที่ $689\text{-}669 \text{ cm.}^{-1}$ เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ของ alkyltin

จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.37A สัญญาณที่ 3.81 (m, 1H) ppm. เป็นของ CH-โปรตอน สัญญาณถัดมาที่ 3.36-3.29(m, 4H) ppm. เป็นของ CH_2 -โปรตอนที่อยู่ติดกับออกซิเจนของหมู่ ether สัญญาณที่ 2.95 ppm. เป็น singlet จากค่าอินทิกรัลแสดงว่ามี 1 โปรตอน เป็นโปรตอนที่เกาะอยู่กับ heteroatom คือ ออกซิเจน สัญญาณที่ 2.78-2.57 ppm. เป็น multiplet ที่เป็นการซ้อนกันของสัญญาณของ CH_2 -โปรตอนของคาร์บอนทั้งสามที่อยู่ติดกันในไตรเจน สัญญาณที่ 1.69 ppm. เป็น multiplet ของ CH_2 -โปรตอนของคาร์บอนที่ตำแหน่งเบตากับดีบุกของหมู่ ether amino alcohol สัญญาณที่ 1.49-1.33, 1.29-1.15

และ 0.86-0.62 ppm. เป็นของโปรตอนที่เหลือดังแสดงในตารางที่ 4.26

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.38 และ DEPT 135 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.39 แสดงสัญญาณของคาร์บอนที่ต่างกัน 12 คาร์บอน โดยสัญญาณที่ 8.52, 13.47 (CH_3), 27.15 และ 28.99 ppm. เป็นของหมู่ บีวทิล ทั้งสามที่ ให้สัญญาณที่เดียวกัน คาร์บอนที่เหลือให้สัญญาณที่ 4.14, 26.67, 40.90, 51.19, 52.24, 68.50, 73.58 และ 74.88 ppm. ดังแสดงไว้ในตารางที่ 4.27

พิจารณาแมสสเปกตรัมรูปที่ 3.43 พบสัญญาณของไอออนของโมเลกุลที่ $m/e = 465$ สัญญาณสูงสุดมี $m/e = 143$ สัญญาณอื่นๆที่สำคัญ m/e มีค่าดังนี้คือ 435, 409, 349, 291, 235, 177, 143, 125, 121, 117 และ 98 โดยมีกลไกการแตกตัวเป็นชิ้นส่วนดังแสดงในแผนภาพที่ 4.4 (67-69)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.25 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญจาก FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.36 ของสาร

ประกอบ $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$



แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	การแปลความหมาย
3308	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ O-H ของ alcohol และของพันธะ N-H ของ amine
2956-2853	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-H (aliphatic)
1665	ต่ำ	การสั่นแบบงอของพันธะ N-H
1461	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ CH_2
1377	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ CH_3
1180-1044	สูง, กว้าง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ใน ether หรือใน alcohol หรือของพันธะ C-N ใน primary amine
872	ปานกลาง	การสั่นแบบงอนอกระนาบ (OOP) ของพันธะ N-H
689-669	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ใน alkyltin

ตารางที่ 4.26 แสดงข้อมูลโปรตอนเคมีคัลซิฟท์จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.37A

ของสารประกอบ $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$

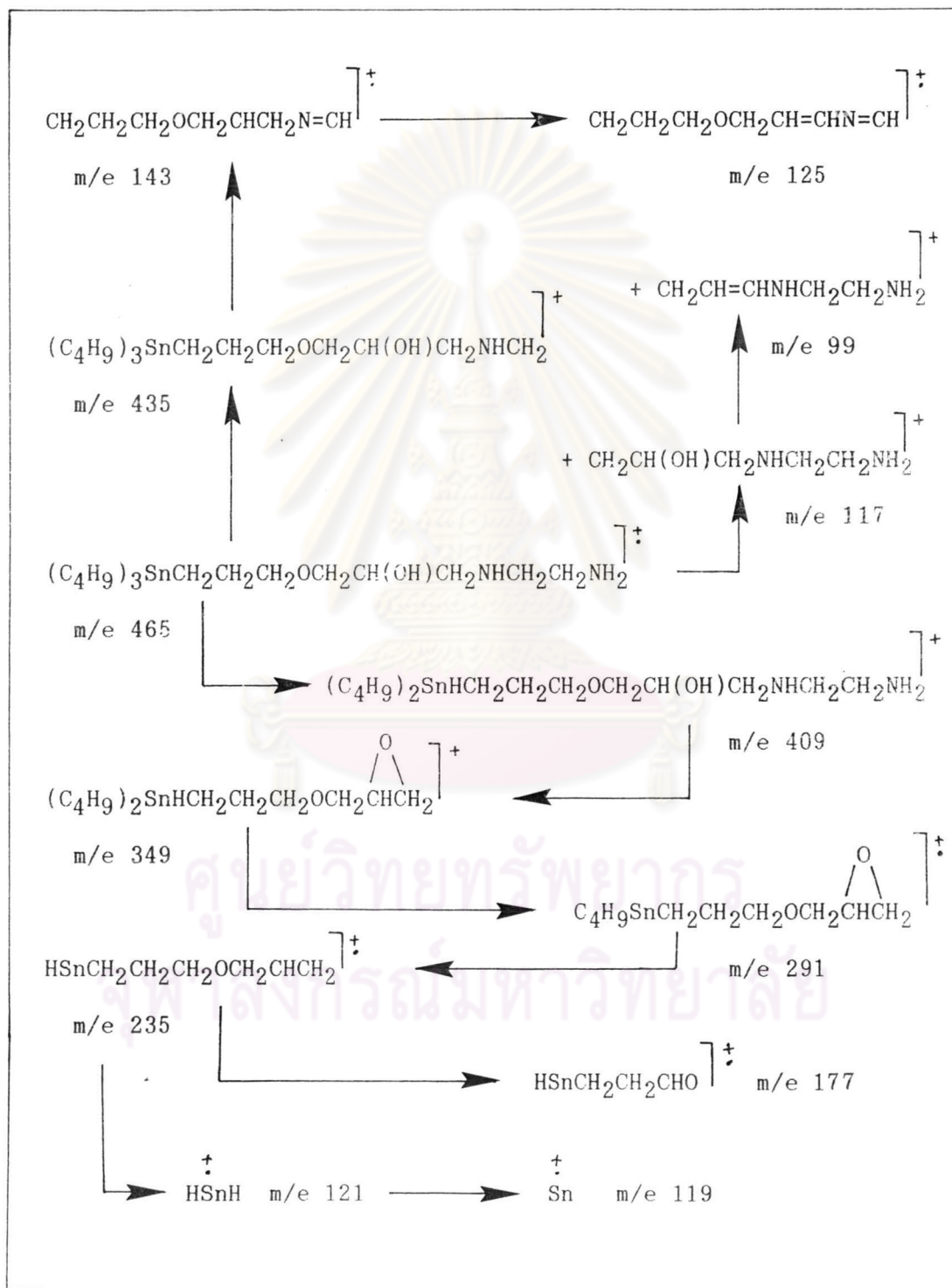
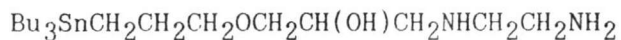
$(\text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-)_3\text{Sn}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_2$		
เคมีคัลซิฟท์ (ppm)	อินทิกรัล	การแปลความหมาย
3.81 (m)	1	เป็นของ CH-โปรตอน
3.36-3.39 (m)	4	CH ₂ -โปรตอนของคาร์บอนที่ติดกับออกซิเจน ของ ether
2.95 (s)	1	โปรตอนที่ติดกับ heteroatom
2.78-2.56	6	CH ₂ -โปรตอนของสามคาร์บอนที่ติดกับไนโตรเจน
1.69 (m)	2	CH ₂ -โปรตอนที่ตำแหน่งเบตากับคีบูกของหมู่ ether amino alcohol
1.49-1.33	6	CH ₂ -โปรตอนที่ตำแหน่งเบตากับคีบูกของหมู่บิวทิล
1.29-1.15	6	CH ₂ -โปรตอนที่ตำแหน่งแกมมากับคีบูกของหมู่บิวทิล
0.86-0.62 (m)	17	CH ₂ -โปรตอนของคาร์บอนทั้งสองที่ติดกับคีบูก และ CH ₃ -โปรตอนทั้งสามของหมู่บิวทิล

ตารางที่ 4.27 แสดงข้อมูลคาร์บอนเคมีคัลชิฟท์จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม

รูปที่ 3.38 ของสารประกอบ $\text{Bu}_3\text{SnCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$

$(\text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2)_3-\text{Sn}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_2$ c e f b a d l k j i h g		
ตำแหน่ง คาร์บอน	เคมีคัลชิฟท์ (ppm)	ข้อมูลเพิ่มเติม
a	4.14	การแยกเนื่องจากคูปูล่าให้ $^1\text{J} (\text{C}-\text{Sn}) = 152.5 \text{ Hz}$
b	8.52	การแยกเนื่องจากคูปูล่าให้ $^1\text{J} (\text{C}-\text{Sn}) = 158.6 \text{ Hz}$
c	13.47	
d	26.67	การแยกเนื่องจากคูปูล่าให้ $^2\text{J} (\text{C}-\text{Sn}) = 8.6 \text{ Hz}$
e	27.15	การแยกเนื่องจากคูปูล่าให้ $^3\text{J} (\text{C}-\text{Sn}) = 25.6 \text{ Hz}$
f	28.99	การแยกเนื่องจากคูปูล่าให้ $^2\text{J} (\text{C}-\text{Sn}) = 10 \text{ Hz}$
g	40.90	
h	51.19	
i	52.24	
j	68.50	
k	73.58	
l	74.88	การแยกเนื่องจากคูปูล่าให้ $^3\text{J} (\text{C}-\text{Sn}) = 30.5 \text{ Hz}$

แผนภาพที่ 4.4 แสดงการแตกตัวเป็นชิ้นส่วนของสารประกอบ



4.5.2 สารประกอบ $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_2$

สารประกอบ $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_2$ เตรียมจากการทดลองที่ 3.3.6.2 โดยปฏิกิริยาของ ethylene diamine กับสารประกอบ dibutylbis [3-(oxiranylmethoxy)propyl]stannane ที่อุณหภูมิต่ำ สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นของเหลวข้นไม่มีสี ละลายได้ดีใน methanol ละลายได้บ้างใน Chloroform ให้ข้อมูลทางสเปกโตรสโกปี ดังนี้

จากข้อมูล FT IR สเปกตรัม รูปที่ 3.44 แสดงการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 4.28 จะแสดงลักษณะที่สำคัญของสารประกอบ คือ มีแถบการดูดกลืนรังสีที่ $3357\text{-}3253\text{ cm.}^{-1}$ มีความเข้มสูง กว้าง และแยกออกเป็น 2 สัญญาณ ที่ $3357, 3300\text{ cm.}^{-1}$ แสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ N-H ใน primary amine และการที่สัญญาณมีความกว้างอาจจะเนื่องมาจากแถบการดูดกลืนที่ 1663 cm.^{-1} เป็นการสั่นแบบงอของพันธะ N-H ของ primary amine แถบการดูดกลืนที่ $1179\text{-}1035\text{ cm.}^{-1}$ เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C-N และ C-O สัญญาณที่ 873 cm.^{-1} เป็นการสั่นแบบงอนอกระนาบ (OOP) ของพันธะ N-H และสัญญาณที่ 669 cm.^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ของ alkyltin (63)

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.46 แสดงสัญญาณของคาร์บอนที่แตกต่างกัน 12 คาร์บอน สัญญาณที่ 8.72, 13.60 (CH_3), 27.24 และ 29.05 ppm. เป็นของหมู่ บีวทิล ทั้งสองที่ให้สัญญาณที่เดียวกัน คาร์บอนอื่น ๆ ให้สัญญาณที่ 4.40, 26.71, 40.95, 51.28, 52.13, 68.66, 73.64 และ 74.80 ppm. ดังแสดงในตารางที่ 4.30

พิจารณาแมสสเปกตรัม รูปที่ 3.47 พบสัญญาณไอออนของโมเลกุลที่ $m/e = 583$ สัญญาณสูงสุดมี $m/e = 293$ สัญญาณอื่นๆที่สำคัญ m/e มีค่าดังนี้คือ 553, 527, 493, 467, 409, 351, 293, 235 และ 177 โดยมีกลไกการแตกตัวเป็นชิ้นส่วน (67-69) ดังแสดงในแผนภาพที่ 4.5

ตารางที่ 4.28 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญจาก FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.44 ของสาร

ประกอบ $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_2$

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	การแปลความหมาย
3357-3253	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ N-H ใน amine หรือของพันธะ O-H ใน alcohol
2927-2853	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-H (aliphatic)
1663	ต่ำ	การสั่นแบบงอ (scissoring) ของพันธะ N-H ใน primaryamine
1461	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H (CH_2)
1377	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ methyl
1179-1035	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-O (ether) หรือใน alcohol และของพันธะ C-N ใน amine
873	ต่ำ	การสั่นแบบงอนอกระนาบของพันธะ N-H
669	ต่ำ	การสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ใน alkyltin

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.29 แสดงข้อมูลโปรตอนเคมีคัลซิฟท์จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.45

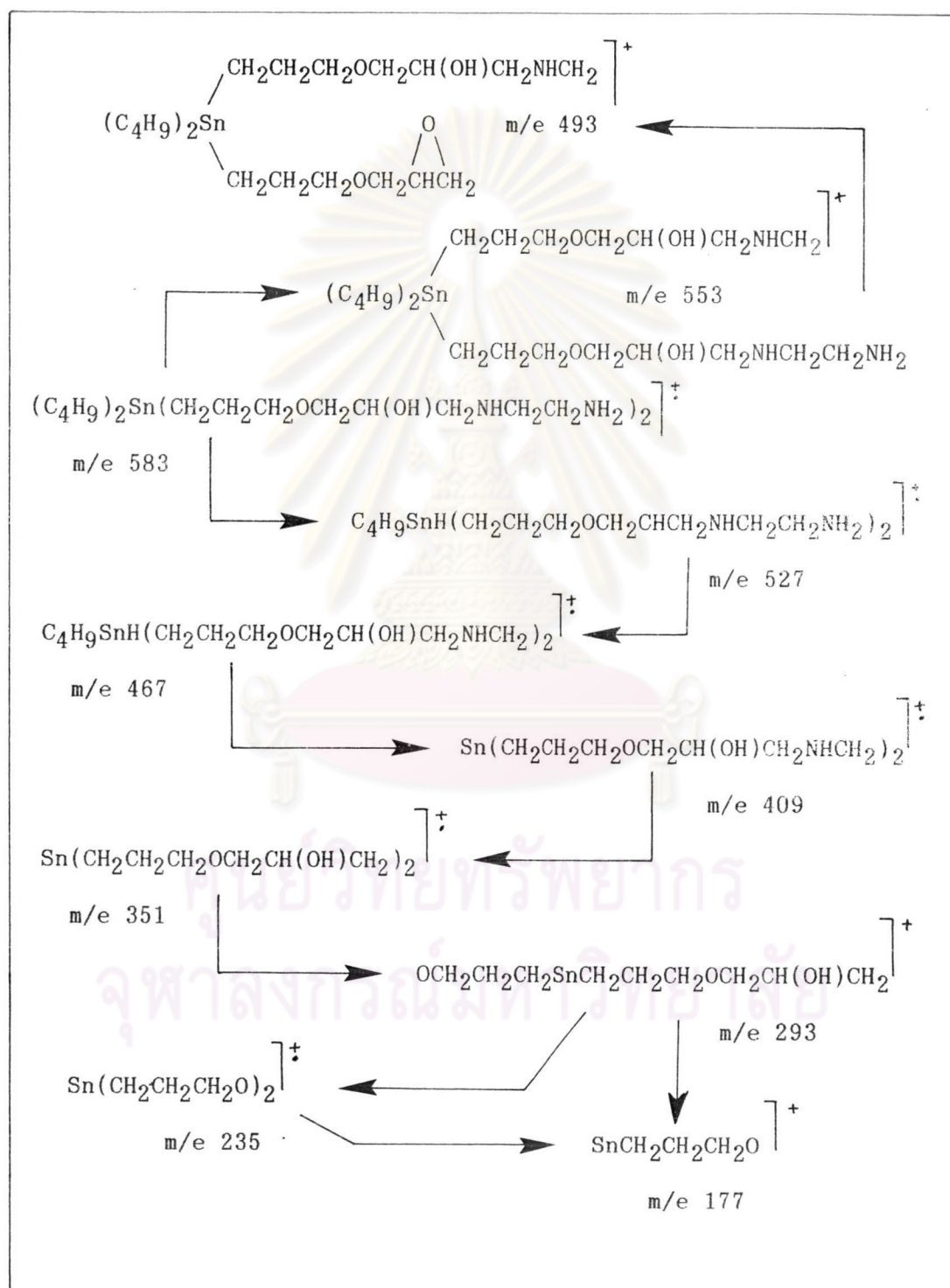
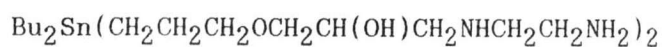
ของสารประกอบ $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_2$

$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2)_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}(\text{OH})\text{-CH}_2\text{-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH}_2)_2$		
เคมีคัลซิฟท์ (ppm)	อินทิกรัล	การแปลความหมาย
3.82(m)	2H	CH- โปรตอน
3.37-3.29 (m)	8H	CH ₂ -โปรตอนของคาร์บอนที่ติดกับออกซิเจนของ ether
2.77-2.55 (m)	12H	CH ₂ -โปรตอนของคาร์บอนที่ติดกับไนโตรเจน
2.30(s)	8H	โปรตอนที่ติดกับ heteroatom
1.74-1.66 (m)	4H	CH ₂ -โปรตอนที่ตำแหน่ง เบตากับดีบุกของ หมู่ ether amino alcohol
1.45-1.17 (m)	8H	CH ₂ -โปรตอนที่ตำแหน่ง เบตากับดีบุกของ หมู่บิวทิล
0.86-0.66 (m)	14H	CH ₂ -โปรตอนของคาร์บอนทั้งสี่ที่ติดกับดีบุก และ CH ₃ -โปรตอนทั้งสอง

ตารางที่ 4.30 แสดงข้อมูลคาร์บอนเคมีคัลซิฟท์จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม
รูปที่ 3.46 ของสารประกอบ $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_2$

$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2)_2\text{Sn}(\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}(\text{OH})\text{-CH}_2\text{-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH}_2)_2$ c e f b a d l k j i h g		
ตำแหน่ง คาร์บอน	เคมีคัลซิฟท์ (ppm)	ข้อมูลเพิ่มเติม
a	4.40	การแยกเนื่องจากตีบูกาให้ $^1\text{J}(\text{C-Sn}) = 153 \text{ Hz}$
b	8.72	การแยกเนื่องจากตีบูกาให้ $^1\text{J}(\text{C-Sn}) = 159 \text{ Hz}$
c	13.60	
d	26.71	การแยกเนื่องจากตีบูกาให้ $^2\text{J}(\text{C-Sn}) = 8 \text{ Hz}$
e	27.24	การแยกเนื่องจากตีบูกาให้ $^3\text{J}(\text{C-Sn}) = 25 \text{ Hz}$
f	29.05	การแยกเนื่องจากตีบูกาให้ $^2\text{J}(\text{C-Sn}) = 10 \text{ Hz}$
g	40.95	
h	51.28	
i	52.13	
j	68.66	
k	73.64	
l	74.80	การแยกเนื่องจากตีบูกาให้ $^3\text{J}(\text{C-Sn}) = 30 \text{ Hz}$

แผนภาพที่ 4.5 แสดงการแตกตัวเป็นชิ้นส่วนของสารประกอบ



4.6 วิเคราะห์สารประกอบอินทรีย์ที่มีหมู่ ether

4.6.1 สารประกอบ tributyl(2-ethoxyethyl)stannane

สารประกอบ tributyl(2-ethoxyethyl)stannane ที่เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.7.1 โดยปฏิกิริยาไฮดรอสแตนเนชันระหว่าง tributyltin hydride กับ vinyl ethyl ether โดยมี AIBN เป็นตัวเริ่มอนุมูลที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็น ของเหลวใส ไม่มีสี ละลายได้ดีใน chloroform, ether และ ethyl acetate ให้ข้อมูลทางสเปกโตรสโคปี ดังนี้

จากข้อมูล FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.48 แสดงการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 4.31 จะแสดงลักษณะที่สำคัญของสารประกอบอินทรีย์ที่มีหมู่ ether คือ มีแถบการดูดกลืนที่ 1118-1096 cm^{-1} มีความเข้มสูง เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ในสารประกอบ alkyl ether และแถบการดูดกลืนที่ 693 cm^{-1} มีความเข้มปานกลาง กว้าง เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ในสารประกอบ alkyltin (63)

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.49 แสดงสัญญาณของ CH_2 -โปรตอนทั้งสองที่ติดกับออกซิเจนของ ether ในสารประกอบคือที่ 3.53 ppm. แยกเป็น triplet เป็นของ CH_2 -โปรตอนที่อยู่ติดกับ CH_2 ข้างเคียง และที่ 3.39 ppm. แยกเป็น quartet เป็น CH_2 -โปรตอนของหมู่ ethoxy ส่วนโปรตอนที่เหลือให้สัญญาณตั้งแต่ 1.52-0.75 ppm. ดังแสดงในตารางที่ 4.32

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.50 และ DEPT 135 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.18 แสดงสัญญาณของคาร์บอนที่แตกต่างกัน 8 คาร์บอน โดยสัญญาณที่ 8.90, 13.54 (CH_3), 27.25 และ 29.09 ppm. เป็นของหมู่ บีวทิล ทั้งสามที่มีสภาพแวดล้อมเหมือนกัน และสัญญาณที่ 10.60, 15.21 (CH_3), 65.17 และ 69.31 ppm. เป็นของ ether แสดงข้อมูลในตารางที่ 4.33

ตารางที่ 4.31 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญจาก FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.48 ของสารประกอบ tributyl(2-ethoxyethyl)stannane

แถบการดูดกลืน (cm.^{-1})	ความเข้ม	การแปลความหมาย
2957-2850	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-H ใน aliphatic
1462	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ CH_2
1375	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ methyl
1118-1096	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ใน ether
693	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ใน alkyltin

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.32 แสดงข้อมูลโปรตอนเคมีคัลซิฟของสารประกอบ tributyl(2-ethoxyethyl) stannane จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.49

(CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -) ₃ Sn-CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₃		
เคมีคัลซิฟ (ppm)	อินทิกรัล	การแปลความหมาย
3.53 (t)	2	CH ₂ -โปรตอนที่ต่อกับออกซิเจน coupling กับ 2 โปรตอนข้างเคียง J= 8.0 Hz
3.39 (q)	2	CH ₂ -โปรตอนที่ต่อกับออกซิเจน coupling กับ 3 โปรตอนข้างเคียง J= 7.0 Hz
1.52-1.37 (m)	6	CH ₂ -โปรตอนของหมู่บิวทิลที่เกาะกับคาร์บอนที่ตำแหน่งเบตากับดีบุก
1.34-1.19 (m)	6	CH ₂ -โปรตอนของหมู่บิวทิลที่เกาะกับคาร์บอนที่ตำแหน่งแกมมากับดีบุก
1.17-1.07 (m)	5	CH ₂ -Sn โปรตอน และ CH ₃ -โปรตอน ของหมู่ ethoxyethyl
0.87-0.75 (m)	15	CH ₃ - และ CH ₂ -Sn โปรตอนของหมู่บิวทิล

ตารางที่ 4.33 แสดงข้อมูลคาร์บอนเคมีคัลชิฟท์จากคาร์บอน -13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม
รูปที่ 3.50 ของสารประกอบ tributyl(2-ethoxyethyl)stannane

$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2)_3\text{-Sn-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}_3$ c e f a b h g d		
ตำแหน่ง คาร์บอน	เคมีคัลชิฟท์ (ppm)	ข้อมูลเพิ่มเติม
a	8.90	การแยกเนื่องจากคิบูกาให้ $^1\text{J (C-Sn)} = 163 \text{ Hz}$
b	10.60	การแยกเนื่องจากคิบูกาให้ $^1\text{J (C-Sn)} = 138.8 \text{ Hz}$
c	13.54	
d	15.21	
e	27.25	การแยกเนื่องจากคิบูกาให้ $^3\text{J (C-Sn)} = 26.89 \text{ Hz}$
f	29.09	การแยกเนื่องจากคิบูกาให้ $^2\text{J (C-Sn)} = 10.1 \text{ Hz}$
g	65.17	
h	69.31	

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



4.6.2 สารประกอบ tributyl(2-butoxyethyl)stannane

สารประกอบ tributyl(2-butoxyethyl)stannane ที่เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.7.2 โดยปฏิกิริยาไฮโดรสแตนเนชันระหว่าง tributyltin hydride กับ vinyl butyl ether โดยมี AIBN เป็นตัวเริ่มอนุมูลที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็น ของเหลวใส ไม่มีสี ละลายได้ดีใน chloroform, ether และ ethyl acetate ให้ข้อมูลทางสเปกโตรสโกปี ดังนี้

จากข้อมูล FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.52 แสดงการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 4.34 จะแสดงลักษณะที่สำคัญของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่ ether คือ มีแถบการดูดกลืนที่ 1104 cm^{-1} มีความเข้มสูง เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ในสารประกอบ alkyl ether และแถบการดูดกลืนที่ 688 cm^{-1} มีความเข้มปานกลาง กว้าง เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ในสารประกอบ alkyltin (63)

จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม รูปที่ 3.53 แสดงสัญญาณของ CH_2 -โปรตอนที่เกี่ยวข้องกับคาร์บอนที่ต่ออยู่กับ ออกซิเจน ของ ether คือสัญญาณที่ 3.55 ppm. ที่แยกเป็น triplet ของ Sn-C- CH_2 -OR และสัญญาณที่ 3.35 ppm. ซึ่งแยกเป็น triplet เช่นกัน ของ CH_2 -O-โปรตอนของหมู่ butoxy ส่วนโปรตอนอื่น ๆ ให้สัญญาณที่ 1.50-0.77 ppm. ดังแสดงในตารางที่ 4.35

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.54 แสดงสัญญาณของคาร์บอนที่ต่างกัน 10 คาร์บอน คือสัญญาณที่ 8.98, 13.61 (CH_3), 27.33 และ 29.17 ppm. เป็นของหมู่ บิวทิล ทั้งสามทำให้สัญญาณเดียวกัน สัญญาณที่ 13.90 (CH_3), 19.45, 32.06 และ 69.60 ppm. เป็นของหมู่ butoxy อีกสองคาร์บอนที่เหลือให้สัญญาณที่ 10.64 และ 69.89 ppm. ดังแสดงในตารางที่ 4.36

ตารางที่ 4.34 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญจาก FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.52 ของสารประกอบ tributyl(2-butoxyethyl)stannane

แถบการดูดกลืน (cm.^{-1})	ความเข้ม	การแปลความหมาย
2958-2852	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-H (aliphatic)
1463	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H (CH_2)
1377	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ methyl
1104	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ใน ether
688	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ในalkyltin

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.35 แสดงข้อมูลโปรตอนเคมีคัลซิฟท์จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.53

ของสารประกอบ tributyl(2-butoxyethyl)stannane

$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-})_3\text{Sn-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$		
เคมีคัลซิฟท์ (ppm)	อินทิกรัล	การแปลความหมาย
3.55 (t)	2	SnC-CH ₂ -O- โปรตอน
3.35 (t)	2	โปรตอนที่เป็น C ₃ H ₇ CH ₂ -O
1.50-1.13 (m)	18	CH ₂ -โปรตอนของหมู่บิวทิลและหมู่ butoxy ที่ ตำแหน่ง เบตาและแกมมา กับของคาร์บอน ของ ether ที่ต่อกับดีบุก
0.92-0.77 (m)	18	CH ₃ -โปรตอนทั้งหมดและ CH ₂ -โปรตอนของหมู่ บิวทิลที่ติดกับดีบุก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.36 แสดงข้อมูลคาร์บอนเคมีคัลชิฟท์จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม
รูปที่ 3.54 ของสารประกอบ tributyl(2-butoxyethyl)stannane

$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2)_3\text{-Sn-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$ c f g a b j i h e d		
ตำแหน่ง คาร์บอน	เคมีคัลชิฟท์ (ppm)	ข้อมูลเพิ่มเติม
a	8.98	การแยกเนื่องจากตีบกาให้ $^1\text{J}(\text{C-Sn}) = 164 \text{ Hz}$
b	10.64	การแยกเนื่องจากตีบกาให้ $^1\text{J}(\text{C-Sn}) = 162 \text{ Hz}$
c	13.61	
d	13.90	
e	19.45	
f	27.33	การแยกเนื่องจากตีบกาให้ $^3\text{J}(\text{C-Sn}) = 27 \text{ Hz}$
g	29.17	การแยกเนื่องจากตีบกาให้ $^2\text{J}(\text{C-Sn}) = 10 \text{ Hz}$
h	32.06	
i	69.60	
j	69.89	การแยกเนื่องจากตีบกาให้ $^2\text{J}(\text{C-Sn}) = 30 \text{ Hz}$

4.7 วิเคราะห์สารประกอบคีบูกอินทรีย์ที่มีหมู่ amide

สารประกอบ 3-(tributylstannyl)propanamide

สารประกอบ 3-(tributylstannyl)propanamide ที่เตรียมได้จากการทดลองที่ 3.3.8 โดยปฏิกิริยาไฮโดรสแตนเนชันของ tributyltin hydride กับ acrylamide โดยมี AIBN เป็นตัวเริ่มอนุมูล ที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สารที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี ละลายได้ดีใน chloroform และ ethyl acetate ข้อมูลทางสเปกโตรสโกปี ดังนี้

จากข้อมูล FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.55 แสดงการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 4.37 จะแสดงลักษณะที่สำคัญของสารประกอบคีบูกอินทรีย์ที่มีหมู่ amide คือมีแถบการดูดกลืนที่ 1661 cm^{-1} มีความเข้มสูง เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C=O ในสารประกอบ amide แถบการดูดกลืนที่ 3347, 3190 cm^{-1} มีความเข้มปานกลาง เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ N-H ใน primary amide แถบการดูดกลืนที่ 1616 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบงอของพันธะ N-H และแถบการดูดกลืนที่ 667 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ใน alkyltin

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม รูปที่ 3.56 แสดงสัญญาณของ NH_2 -โปรตอนของ amide มีลักษณะกว้าง 2 สัญญาณที่ 6.47 และ 5.80 ppm. และ CH_2 -โปรตอนที่ติดกับหมู่ amide ให้สัญญาณที่ 2.30 ppm. แยกออกเป็น triplet ส่วนโปรตอนอื่นๆให้สัญญาณตั้งแต่ 1.41-0.74 ppm. ดังแสดงในตารางที่ 4.38

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม รูปที่ 4.57 แสดงสัญญาณของคาร์บอนที่แตกต่างกัน 7 คาร์บอน คือ สัญญาณที่ 8.81, 13.53 (CH_3), 27.23 และ 29.03 ppm. ซึ่งเป็นคาร์บอนของหมู่ บิวทิล ทั้งสามที่ให้สัญญาณเดียวกัน สัญญาณของ carbonyl คาร์บอนของ amide ขึ้นที่ 178.00 ppm. และอีก 2 คาร์บอนที่อยู่ถัดไปจากหมู่คาร์บอนิลให้สัญญาณที่ 32.88 และ 3.72 ppm. ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.39

ตารางที่ 4.37 แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญจาก FT IR สเปกตรัมรูปที่ 3.55 ของสารประกอบ 3-(tributylstannyl)propanamide

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	การแปลความหมาย
3347, 3190	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ N-H ใน amide
2957-2852	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C-H (aliphatic)
1661	สูง	การสั่นแบบยืดของพันธะ C=O ใน amide
1616	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ N-H ใน amide
1461	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ CH_2
1378	ปานกลาง	การสั่นแบบงอของพันธะ C-H ในหมู่ methyl
667	ปานกลาง	การสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-C ในalkyltin

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.38 แสดงข้อมูลโปรตอนเคมีคัลชิฟท์ของสารประกอบ 3-(tributylstannyl) โพรพานาไมด์จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมรูปที่ 3.56 ในตัวทำละลาย CDCl_3

$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-})_3\text{Sn-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CO-NH}_2$ f d c f e b a		
เคมีคัลชิฟท์ (ppm)	อินทิกรัล	การแปลความหมาย
7.26 (s)		CDCl_3
6.47, 5.80	2	โปรตอนของ $\text{H}_2\text{N-C=O}$ สัญญาณกว้าง 2 สัญญาณ
2.30 (t)	2	CH_2 -โปรตอน ที่ต่อกับหมู่คาร์บอนิล coupling กับ 2 โปรตอนข้างเคียง มี $J = 8.5 \text{ Hz}$
1.49-1.34 (m)	6	CH_2 -โปรตอนของหมู่บิวทิลที่อยู่ตำแหน่ง เบตา กับ Sn
1.31-1.14 (m)	6	CH_2 -โปรตอนของหมู่บิวทิลที่อยู่ตำแหน่ง แกมมา กับ Sn
0.95-0.87 (t)	2	$\text{CH}_2\text{-Sn}$ โปรตอนของหมู่โพรพานาไมด์ที่ coupling กับ 2 โปรตอนข้างเคียง มี $J = 8.5 \text{ Hz}$
0.85-0.74 (m)	15	CH_3 -และ $\text{CH}_2\text{-Sn}$ โปรตอนของหมู่บิวทิล

ตารางที่ 4.39 แสดงข้อมูลคาร์บอนเคมีคัลชิฟท์จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม
รูปที่ 3.57 ของสารประกอบ 3-(tributylstannyl)propanamide

$(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2)_3\text{-Sn-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CO-NH}_2$ c d e b a f g		
ตำแหน่ง คาร์บอน	เคมีคัลชิฟท์ (ppm)	ข้อมูลเพิ่มเติม
a	3.72	การแยกเนื่องจากตีบูกาห์ $^1\text{J (C-Sn)} = 144 \text{ Hz}$
b	8.81	การแยกเนื่องจากตีบูกาห์ $^1\text{J (C-Sn)} = 162.4 \text{ Hz}$
c	13.53	
d	27.23	การแยกเนื่องจากตีบูกาห์ $^3\text{J (C-Sn)} = 27 \text{ Hz}$
e	29.03	การแยกเนื่องจากตีบูกาห์ $^2\text{J (C-Sn)} = 10.1 \text{ Hz}$
f	32.88	การแยกเนื่องจากตีบูกาห์ $^2\text{J (C-Sn)} = 8.12 \text{ Hz}$
g	178.00	

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย