



บทที่ 2

อุปกรณ์และการทดลอง

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องมือหาจุดหลอมเหลวของสาร (Digital Melting Point Apparatus) ของบริษัท Electrothermal
2. เครื่องสูบลมสุญญากาศ (High Vacuum Pump) ของบริษัท Edwards , model E2M2 20035
3. เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Infrared Spectrophotometer) ของบริษัท Perkin Elmer , model 781 ประเทศสหรัฐอเมริกา
4. เครื่องฟูเรียร์-ทรานสฟอร์ม เอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรมิเตอร์ (Fourier-Transform NMR Spectrometer) ของบริษัท Jeol , model JNX-FX 90Q ประเทศญี่ปุ่น
5. เครื่องมือวิเคราะห์หาปริมาณธาตุคาร์บอนและไฮโดรเจน (Elemental Analysis) ของบริษัท Perkin Elmer , model 240 ประเทศสหรัฐอเมริกา
6. เครื่องมือวิเคราะห์หาปริมาณธาตุดีบุกและโบรอน (Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometer) ของบริษัท Shimadzu , model ICPS-50 ประเทศญี่ปุ่น
7. เครื่องแมสสเปกโตรมิเตอร์ (Mass Spectrometer) ของบริษัท Jeol, model JMS-DX-300/JMA 2000
8. เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-Rays Diffraction) ของบริษัท Jeol, model JDX-8030 ประเทศญี่ปุ่น

2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. สารประกอบดีบุกอินทรีย์ ได้แก่ ไตรฟีนิลทินไฮดรอกไซด์ , บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ , ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ , ไตรบิวทิลทิน ไดคลอไรด์ , ไดออกทิลทิน ออกไซด์ , 1,4-ไดคลอโรเบนซีน , 1,6-ไดคลอโรเฮกเซน รีเอเจนท์เกรด ของบริษัท ฟลูคา

ประเทศ สวิสเซอร์แลนด์

2. กรดบอริก รีเอเจนท์เกรด ของบริษัท ฟลูกา ประเทศ สวิสเซอร์แลนด์
3. ตัวทำละลายต่าง ๆ รีเอเจนท์เกรด เช่น เฮกเซน , ปีโตรเลียม อีเทอร์ , ไดเอซิล อีเทอร์ , คลอโรฟอร์ม , ไดคลอโรมีเทน , ไซลีน , แอซีโตน , ทอลูอีน , 2-ไพโรพานอล , นอร์แมลบิวทานอล , เอทานอล , เมทานอล นำไปกลั่นที่อุณหภูมิจุดเดือดของมัน แล้วเก็บไว้ในภาชนะที่ปิดสนิท
4. แมกนีเซียม รีเอเจนท์เกรด ของ ฟลูกา ประเทศสวิสเซอร์แลนด์
5. แอนไฮดริสเทระไฮโดรฟูราน นำไปรีฟลักซ์กับโลหะ โซเดียมเพื่อกำจัดน้ำออกก่อนนำไปใช้
6. แอนไฮดริสทอลูอีน กำจัดน้ำออกก่อนโดยวิธีเดียวกันกับ เทระไฮโดรฟูราน
7. เกล็ด ไอโอดีน
8. เอซิลโบรไมด์
9. แอมโมเนียมคลอไรด์

2.3 วิธีการทดลอง

2.3.1 เตรียมจากไตรเฟนิลทินไฮดรอกไซด์ ทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลเป็น 1:1

ใส่ไตรเฟนิลทินไฮดรอกไซด์ 2.09 กรัม (0.0057 โมล) และกรดบอริก 0.36 กรัม (0.0057 โมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 150 มิลลิลิตร ที่มีแอนไฮดริสทอลูอีน 50 มิลลิลิตร นำไปกลั่นรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 140-160 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งกวนอยู่ตลอดเวลา ประมาณ 1 ชั่วโมง จะเห็นว่ามือน้ำออกมาซึ่งน้ำที่เกิดจากปฏิกิริยานี้จะถูกแยกออกมาเก็บไว้ในเครื่องเก็บน้ำ Dean Stark และเพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ ควรกลั่นรีฟลักซ์ต่ออีกใช้เวลา ประมาณ 1/2 - 1 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปกรองเอากรดบอริกที่เหลือจากปฏิกิริยาออก นำสารละลายที่กรองได้ไปกลั่นแยกเอาทอลูอีนออก จะได้สารที่หลงเหลืออยู่ในขวดก้นกลมเป็นของแข็งสีขาว นำไปตกผลึกโดยใช้ อีเทอร์เป็นตัวทำละลายได้ผลึกสีขาว

จากนั้น ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 2.3.1 โดยใช้อัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน ดังตารางข้างล่างนี้

อัตราส่วน จำนวนโมล	น้ำหนักที่ใช้ในการทดลองของ ไตรเพนิลทิน ไฮดรอกไซด์ กรัม (โมล) : กรดบอริก กรัม (โมล)
1 : 2	2.09 (0.0057) : 0.71 (0.0114)
1 : 3	2.09 (0.0057) : 1.06 (0.0171)
2 : 1	2.09 (0.0057) : 0.18 (0.0028)
2 : 3	2.09 (0.0057) : 0.54 (0.0085)
3 : 1	2.19 (0.0059) : 0.12 (0.0019)
3 : 2	2.19 (0.0059) : 0.24 (0.0038)

2.3.2 เตรียมจาก บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ ทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันกับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลเป็น 1:1

ใส่ บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ 1.98 กรัม (0.0033 โมล) และกรดบอริก 0.21 กรัม (0.0033 โมล) ลงในขวดกันกลมขนาด 150 มิลลิลิตร ที่มีแอนไฮดรัสทอลูอิน 50 มิลลิลิตร นำไปกลั่นรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 140-160 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งกวนอยู่ตลอดเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง จะเห็นว่ามือน้ำออกมา ซึ่งน้ำที่เกิดจากปฏิกิริยานี้จะถูกแยกออกมาเก็บไว้ในเครื่องเก็บน้ำ Dean Stark และเพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ ควรกลั่นรีฟลักซ์ต่ออีกใช้เวลาประมาณ 1/2 - 1 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปกรองเอากรดบอริกที่เหลือออกจากปฏิกิริยาออก นำสารละลายที่กรองได้ไปกลั่นแยกเอาทอลูอินออก จะได้สารที่หลงเหลืออยู่ในขวดกันกลมเป็นของเหลวสีขาว

จากนั้นทำการทดลองเช่นเดียวกับ หัวข้อ 2.3.2 โดยใช้อัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน ดังตารางข้างล่างนี้

อัตราส่วน จำนวนโมล	น้ำหนักที่ใช้ในการทดลองของ บิส-(ไตรบิวทิล) ออกไซด์ กรัม (โมล) : กรดบอริก กรัม (โมล)
1 : 2	1.98 (0.0033) : 0.41 (0.0067)
1 : 3	1.98 (0.0033) : 0.63 (0.0101)
2 : 1	1.98 (0.0033) : 0.10 (0.0016)
2 : 3	1.98 (0.0033) : 0.30 (0.0048)
3 : 1	1.78 (0.0029) : 0.06 (0.0009)
3 : 2	1.78 (0.0029) : 0.12 (0.0018)

2.3.3 เตรียมจาก ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันกับกรดบอริกในอัตราส่วนจำนวนโมล 1:1

ใส่ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ 2.07 กรัม (0.0083 โมล) และกรดบอริก 0.52 กรัม (0.0083 โมล) ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 150 มิลลิลิตรที่มีแอนไฮดรัสทอลูอิน 30 มิลลิลิตร นำไปกลั่นรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 140-160 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งกวนอยู่ตลอดเวลา ประมาณ 1 ชั่วโมง จะเห็นว่ามึ่น้ำออกมา ซึ่งน้ำที่เกิดจากปฏิกิริยานี้จะถูกแยกออกมาเก็บไว้ในเครื่องเก็บน้ำ Dean Stark และเพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ ควรกลั่นรีฟลักซ์ต่ออีกใช้เวลาประมาณ 1/2 - 1 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปกรองเอากรดบอริกที่เหลือจากปฏิกิริยาออก นำสารละลายที่กรองได้ไปกลั่นแยกเอาทอลูอินออก จะได้สารที่หลงเหลืออยู่ในขวดก้นกลมเป็นของแข็งสีขาว นำไปตกผลึกในเมทานอล

จากนั้น ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 2.3.3 โดยใช้อัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน ดังตารางข้างล่างนี้

อัตราส่วน จำนวนโมล	น้ำหนักที่ใช้ในการทดลองของ ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ กรัม (โมล) : กรดบอริก กรัม (โมล)
1 : 2	2.07 (0.0083) : 1.03 (0.0166)
1 : 3	2.07 (0.0083) : 1.55 (0.0249)
2 : 1	2.03 (0.0081) : 0.26 (0.0042)
2 : 3	2.03 (0.0081) : 0.76 (0.0130)
3 : 1	2.09 (0.0084) : 0.13 (0.0021)
3 : 2	2.09 (0.0084) : 0.25 (0.0041)

2.3.4 เตรียมจาก ไดออกทิลทิน ออกไซด์ทำปฏิกิริยาเอสเทอร์พิกเฉยขึ้นกับกรดบอริกในอัตราส่วนจำนวนโมล 1:1

ใส่ไดออกทิลทิน ออกไซด์ 2.01 กรัม (0.0055 โมล) และกรดบอริก 0.35 กรัม (0.0055 โมล) ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 150 มิลลิลิตรที่มีแอนไฮดริสทอลอื่น 50 มิลลิลิตร นำไปกลั่นรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 140-160 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งกวนอยู่ตลอดเวลา ประมาณ 1 ชั่วโมง จะเห็นว่ามีน้ำออก ซึ่งน้ำที่เกิดจากปฏิกิริยานี้จะถูกแยกออกมาเก็บไว้ในเครื่องเก็บน้ำ Dean Stark และเพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ ควรกลั่นรีฟลักซ์ต่ออีกใช้เวลาประมาณ 1/2 - 1 ชั่วโมง จากนั้นนำเอาสารละลายที่ได้ไปกรองเอากรดบอริกที่เหลือจากปฏิกิริยาออก นำสารละลายที่กรองได้ไปกลั่นแยกเอาทอลูอินออก จะได้สารที่หลงเหลืออยู่ในขวดก้นกลมเป็นของแข็งสีขาว นำไปตกผลึกในคลอโรฟอร์ม

จากนั้น ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 2.3.4 โดยใช้อัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน ดังตารางข้างล่างนี้

อัตราส่วน จำนวนโมล	น้ำหนักที่ใช้ในการทดลองของ ไดออกซิลทิน ออกไซด์ กรัม (โมล) : กรดบอริก กรัม (โมล)
1 : 2	2.00 (0.0055) : 0.69 (0.0111)
1 : 3	2.00 (0.0055) : 1.03 (0.0166)
2 : 1	2.00 (0.0055) : 0.17 (0.0027)
2 : 3	2.00 (0.0055) : 0.51 (0.0082)
3 : 1	2.41 (0.0066) : 0.14 (0.0022)
3 : 2	2.41 (0.0066) : 0.28 (0.0044)

2.3.5 เตรียมจาก 1,6-เฮกซิลีน-บิส-ไดบิวทิลทิน ออกไซด์) ทำปฏิกิริยาเอสเทอร์
ปิเคชั่น กับกรดบอริกในอัตราส่วนจำนวนโมลเป็น 1:1

ใส่ 1,6-เฮกซิลีน-บิส-ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ 1.12 กรัม (0.001 โมล)
และกรดบอริก 0.06 กรัม (0.001 โมล) ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 150 มิลลิลิตร ที่มีแอนไฮดรัส
ทอลูอิน 50 มิลลิลิตร นำไปกลั่นรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 140-160 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งกวนอยู่ตลอด
เวลา ประมาณ 1 ชั่วโมงจะเห็นว่ามึ่น้ำออกมาก กลั่นรีฟลักซ์ต่อไปอีกประมาณ 1/2 - 1 ชั่วโมง
จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปกรองเอากรดบอริกที่เหลือออก นำไปกลั่นแยกทอลูอินออกจะได้ของแข็ง
สีขาว จากนั้นตกผลึกในคลอโรฟอร์ม

จากนั้น ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 2.3.5 โดยใช้อัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ
กัน ดังตารางข้างล่างนี้

อัตราส่วน จำนวนโมล	น้ำหนักที่ใช้ในการทดลองของ 1,6-เฮกซิลีน-บิส-ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ กรัม (โมล) : กรดบอริก กรัม (โมล)
1 : 2	1.12 (0.0010) : 0.13 (0.0020)
3 : 2	1.12 (0.0010) : 0.04 (0.0006)

2.3.6 เตรียมจาก 1,4-บิวทิลีน-บิส-(ไดบิวทิลทิน ออกไซด์) ทำปฏิกิริยาเอสเทอร์
พีเคชันกับกรดบอริกในอัตราส่วนจำนวนโมล 1:1

ใส่ 1,4-บิวทิลีน-บิส-(ไดบิวทิลทิน ออกไซด์) 1.07 กรัม (0.001 โมล)
และกรดบอริก 0.12 กรัม (0.001 โมล) ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 150 มิลลิลิตร ที่มีแอนไฮดรัส
ทอลูอีน 50 มิลลิลิตร นำไปกลั่นรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 140-160 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งกวนอยู่ตลอด
เวลาประมาณ 1 ชั่วโมง จะเห็นว่ามือน้ำออกมา จากนั้นกลั่นรีฟลักซ์ต่อไปอีกประมาณ 0.5-1 ชั่วโมง
นำสารละลายที่ได้ไปกรองเอากรดบอริกที่เหลือออก นำไปกลั่นแยกทอลูอีนออกจะได้ของแข็งสีขาว
แล้วนำไปตกผลึกในคลอโรฟอร์ม

จากนั้น ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 2.3.6 โดยใช้อัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ
กัน ดังตารางข้างล่างนี้

อัตราส่วน จำนวนโมล	น้ำหนักที่ใช้ในการทดลองของ 1,4-บิวทิลีน-บิส-ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ กรัม (โมล) : กรดบอริก กรัม (โมล)
1 : 2	1.07 (0.0010) : 0.25 (0.0020)
3 : 2	1.07 (0.0010) : 0.08 (0.0006)