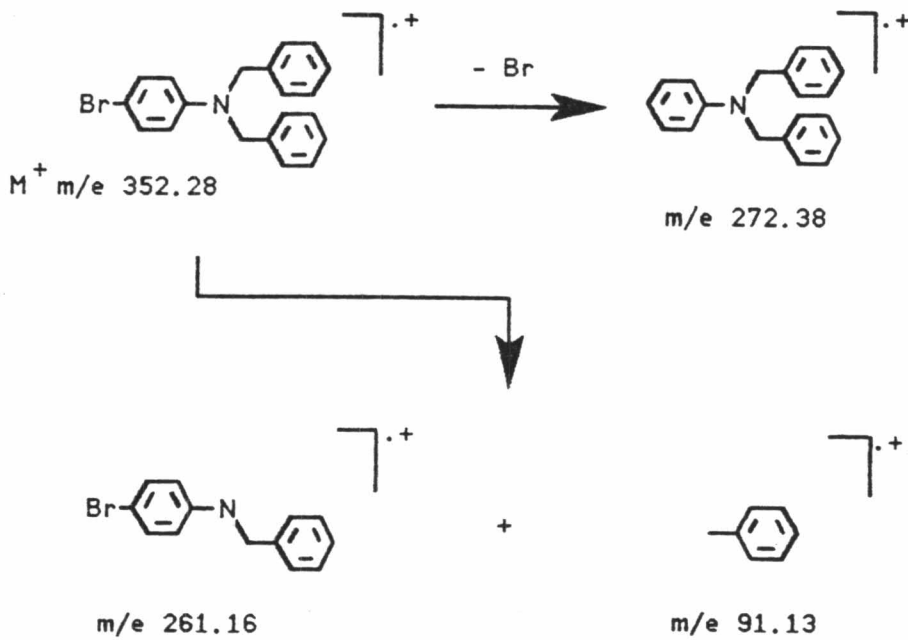
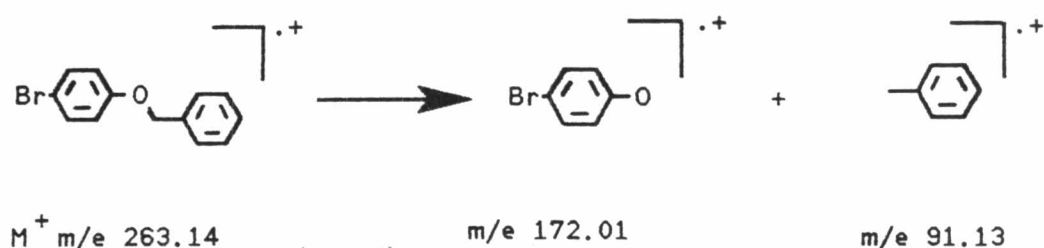


วิจารณ์ผลการทดลอง

การทดลองที่ 2.3.1 การสังเคราะห์ 4-bromo-N,N-dibenzylaniline เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ต่อไป จากข้อมูล IR แสดงให้เห็นการดูดกลืนของ -CH<sub>2</sub>- เพิ่มขึ้นและการดูดกลืนของ -NH<sub>2</sub> หายไป ข้อมูล NMR แสดง chemical shift ของ -CH<sub>2</sub>- ทาง downfield ทำให้เชื่อว่ามี N อะตอม อยู่ติดกับ -CH<sub>2</sub>- ดังกล่าว ข้อมูลจากการวิเคราะห์ธาตุได้เปอร์เซ็นต์ของธาตุ C, H, N ที่ใกล้เคียงกับการคำนวณ จากแมสสเปกตรัมเป็นการสนับสนุนว่าการสังเคราะห์นี้ได้สารที่ต้องการ และสามารถแสดงการแตกตัวเป็นชิ้นส่วน (fragment) ของสารประกอบได้ดังนี้

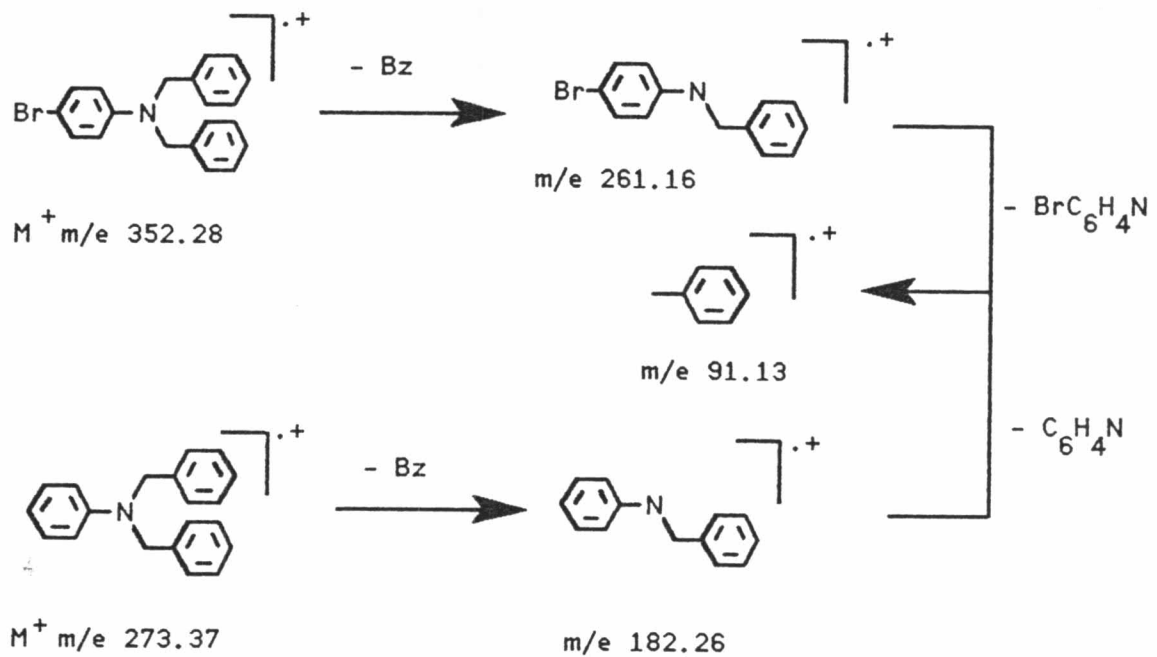


การทดลองที่ 2.3.2 การเตรียมสารประกอบ para-bromophenylbenzyl ether เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์สารอื่นต่อไป จากการทดลองให้สารประกอบ para-bromophenylbenzylether ตามต้องการโดยจาก IR การดูดกลืนของ -OH หายไปและมีการดูดกลืนของ -CH<sub>2</sub>- เพิ่มขึ้น ข้อมูล NMR แสดง chemical shift ของ -CH<sub>2</sub>- มาทาง downfield ทำให้เชื่อว่ามี O อะตอมอยู่ติดกับ -CH<sub>2</sub>- ดังกล่าว จากแมสสเปกตรัมเป็นการสนับสนุนว่าการสังเคราะห์นี้ได้สารที่ต้องการ และสามารถแสดงการแตกตัวเป็นชิ้นส่วน (fragment) ของสารประกอบได้ดังนี้

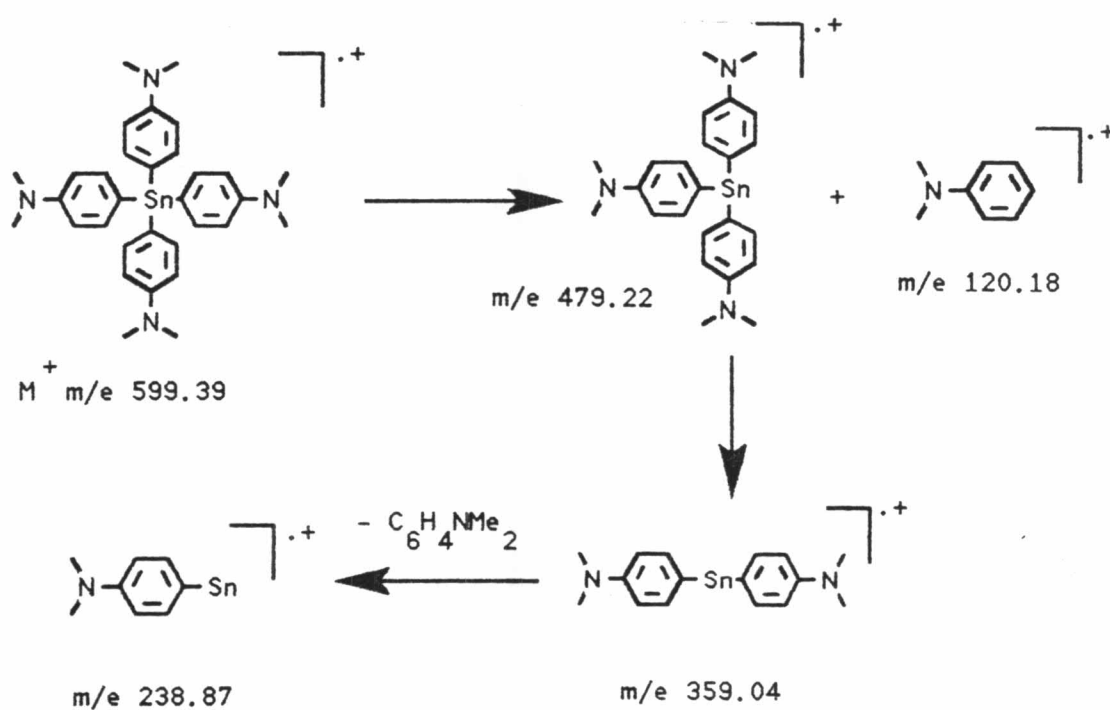


ในการวิจัยนี้ได้รายงานสมบัติเพิ่มเติมของสารประกอบข้างต้นเหล่านั้น

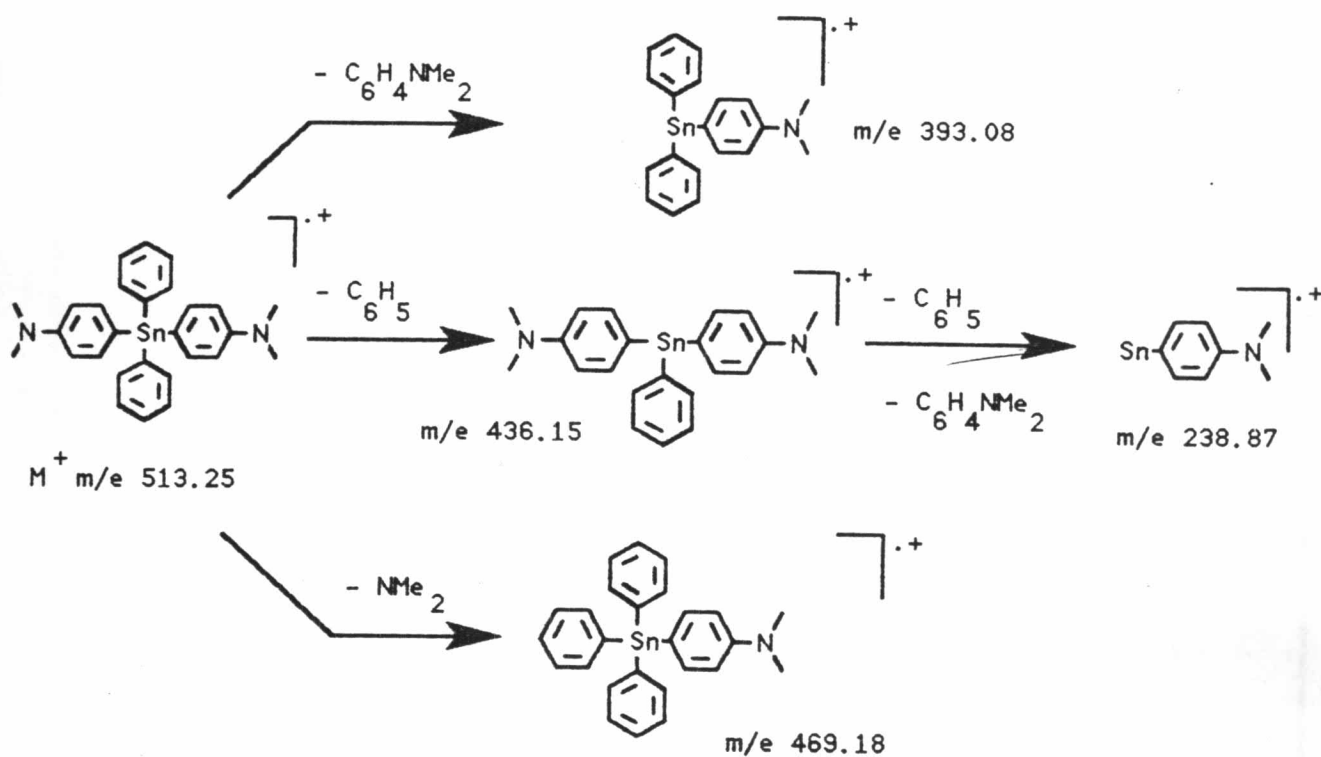
การทดลองที่ 2.3.3 การเตรียม N,N-dibenzylaniline เพื่อทดสอบการเกิดสารประกอบแอริลลิเทียม ของ 4-bromo-N,N-dibenzylaniline กับโลหะลิเทียม จากจุดหลอมเหลวที่เปลี่ยนจาก 126-126.5 °C เป็น 119 °C ซึ่ง N,N-dibenzylaniline จะมีจุดหลอมเหลวที่ 70 °C แสดงว่าปฏิกิริยาเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์มีสารตั้งต้นผสมอยู่กับผลิตภัณฑ์ จึงทำให้มีจุดหลอมเหลวอยู่ระหว่างสารทั้งสองนั้น ซึ่งข้อมูล IR ไม่สามารถใช้เป็นข้อมูลที่มีประโยชน์มากนัก เพราะการผสมของสารสองตัวนี้ แต่จากแมสสเปกตรัม เป็นการสนับสนุนว่าการสังเคราะห์นี้ได้สารที่ต้องการ สามารถแสดงการแตกตัวเป็นชิ้นส่วน (fragment) ของสารประกอบได้ดังนี้



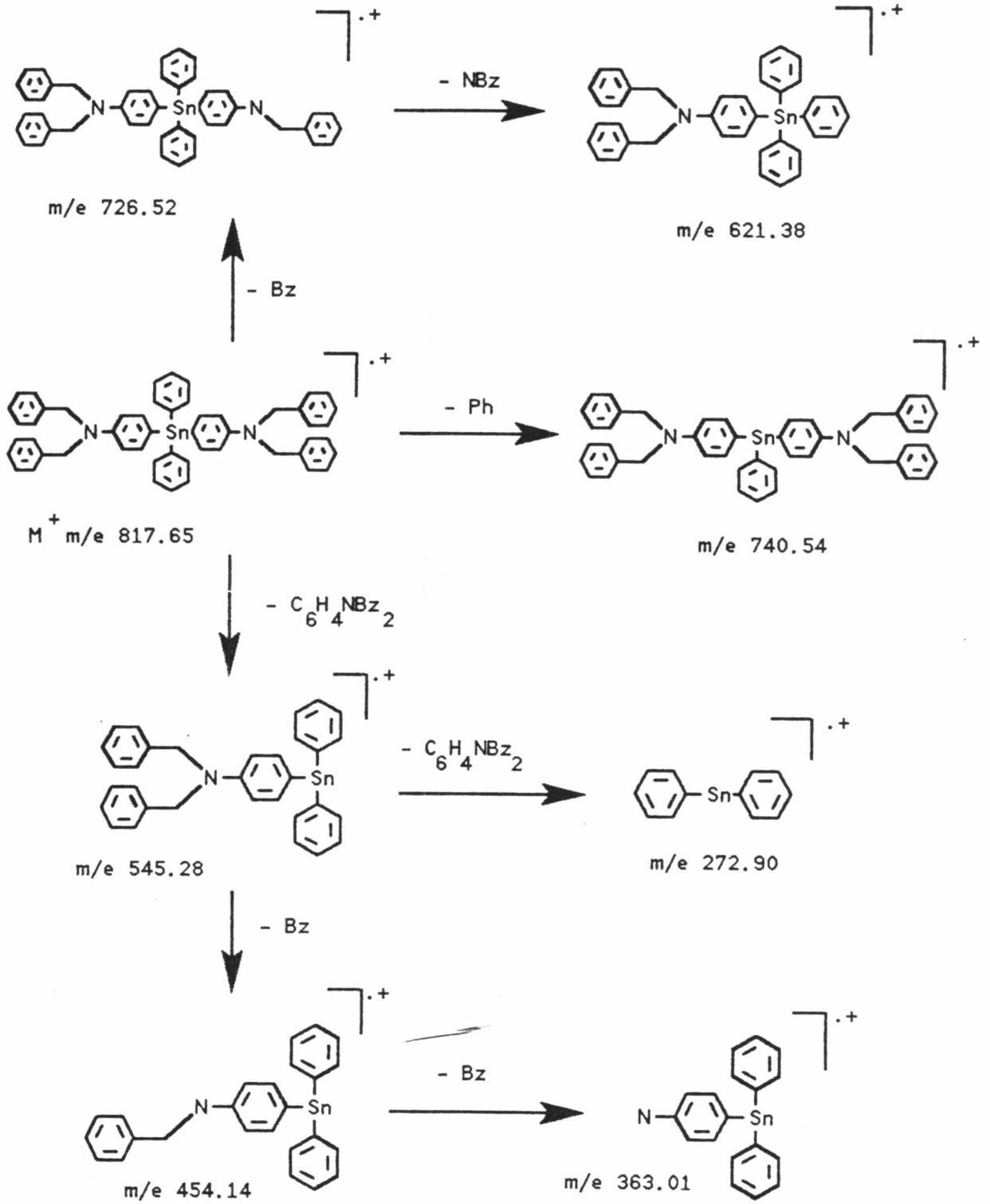
การทดลองที่ 2.3.4 การสังเคราะห์  $(\text{Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_4\text{Sn}$  ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีจุดหลอมเหลวที่ 202-203 °C ซึ่ง Austin, P.R.<sup>10</sup> ได้ 198-199 °C NMR ทั้ง  $^{13}\text{C}$  และ  $^1\text{H}$  มีการ shift ของ  $-\text{CH}_2-$  มาทาง downfield และมีการ coupling ระหว่าง Sn กับ H ใน  $^1\text{H}$  NMR Sn-H coupling ที่ 7.55 ppm และ 7.60 ppm ให้ค่า J 2.25 Hz และ 3.50 Hz แสดงว่ามี Sn อะตอมอยู่ที่ C อะตอมดังกล่าว และ Sn กับ C ใน  $^{13}\text{C}$  NMR Sn-C coupling ที่ 150.60 ppm แม้จะมีขนาดเล็กมากหาค่า J ไม่ได้ แต่ก็พอจะบอกได้ว่า มี Sn อะตอม อยู่ที่ตำแหน่งดังกล่าว นอกจากนี้ข้อมูลจากแมสสเปกตรัมยังยืนยันถึงโครงสร้างของผลิตภัณฑ์ สามารถแสดงการแตกตัวเป็นชิ้นส่วน (fragment) ของสารประกอบได้ดังนี้



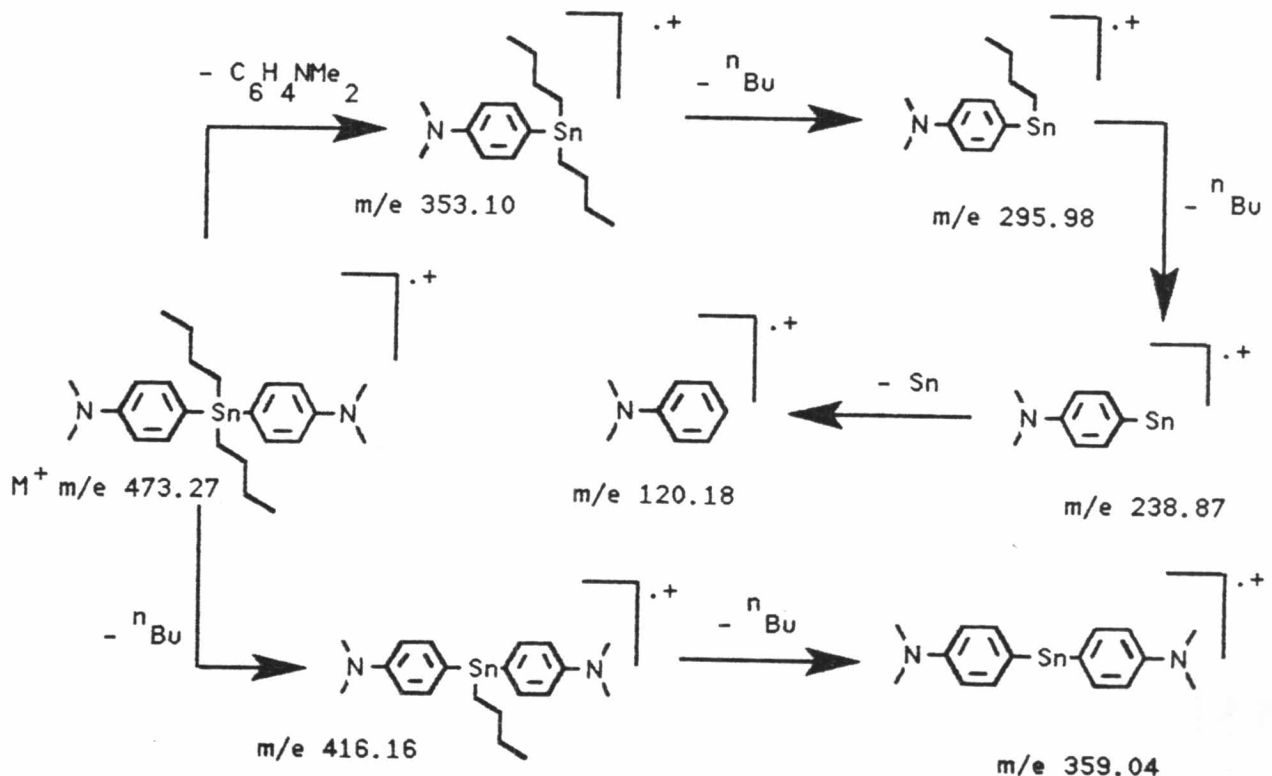
การทดลองที่ 2.3.5 การสังเคราะห์  $(\text{Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_2\text{SnPh}_2$  ทั้งแบบหยุดปฏิกิริยาด้วยแอมรมเนียมคลอไรด์ในน้ำ และหยุดปฏิกิริยาด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำ ทั้งสองปฏิกิริยามีความแตกต่างกันที่ ความเป็นกรดต่างในตอนสุดท้ายของปฏิกิริยา แต่ผลิตภัณฑ์ในการหยุดปฏิกิริยาด้วย แอมรมเนียมคลอไรด์ เป็นของเหลวและผลิตภัณฑ์ในการหยุดปฏิกิริยาด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำเป็นของแข็ง ทั้งที่ได้มีการทดลองซ้ำๆหลายครั้ง รวมทั้งได้มีการทำให้สารบริสุทธิ์ด้วยการตกผลึกใหม่ตลอดจนนำไปผ่าน คอลัมน์อะลูมินา ผลิตภัณฑ์ก็ยังได้เหมือนเดิมสารประกอบนี้ไม่พบเอกสารอ้างอิงที่แสดงถึงคุณสมบัติทางกายภาพตลอดจนทางเคมีใดๆ จากการทดลองค่าต่างๆใน IR, NMR, MASS, มีลักษณะเหมือนกันมากซึ่งใน NMR ของสารที่ได้จากทั้งสองวิธีทั้ง  $^{13}\text{C}$  และ  $^1\text{H}$  มีการ shift ของ  $-\text{CH}_2-$  ทาง downfield และมีการ coupling ระหว่าง Sn กับ H ใน  $^1\text{H}$  NMR ที่ 7.70 และ 8.20 เป็นการยืนยันได้ว่ามี Sn อะตอม อยู่ใกล้กับ H อะตอม ดังกล่าว และ Sn กับ C ใน  $^{13}\text{C}$  NMR ที่บริเวณ 151.09 ppm และที่ 138.27 ppm ของ C อะตอมตัวถัดมา นอกจากนี้ข้อมูลจากการวิเคราะห์ธาตุให้เปอร์เซ็นต์ที่ใกล้เคียงกัน ข้อมูลจากแมสสเปกตรัมยังยืนยันถึงโครงสร้างของผลิตภัณฑ์ สามารถแสดงการแตกตัวเป็นชิ้นส่วน (fragment) ของสารประกอบได้ดังนี้



การทดลองที่ 2.3.6 การสังเคราะห์  $\text{Ph}_2\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{NBz}_2)_2$  สารประกอบนี้ไม่พบเอกสารอ้างอิงที่แสดงถึงคุณสมบัติทางกายภาพ ตลอดจนทางเคมีใดๆ จากการทดลองในทุกๆ ครั้งที่มีการตกผลึกใหม่จะทำให้ผลิตภัณฑ์มีจำนวนลดลงอย่างมาก ซึ่งโดยปกติแล้วสารตัวนี้ก็สังเคราะห์ได้ใน เบอร์เซ็นที่ต่ำมากอาจเนื่องมาจากมีโครงสร้างขนาดใหญ่และสามารถสลายตัวได้ที่อุณหภูมิสูง ผล IR ที่  $3100\text{--}2800\text{ cm}^{-1}$  อัตราส่วนของ อะโรมาติก และ อะลิฟาติก มีค่าแตกต่างจากค่า IR ที่  $3100\text{--}2800\text{ cm}^{-1}$  ของ  $(\text{Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_4\text{Sn}$  ทั้งนี้ เพราะหมู่  $-\text{CH}_3$  ที่ลดลงไปและหมู่  $-\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5$  ที่เพิ่มเข้ามา ส่วน NMR ทั้ง  $^{13}\text{C}$  และ  $^1\text{H}$  มีการ shift ของ  $-\text{CH}_2-$  มาทาง downfield และมีการ coupling ระหว่าง Sn กับ H ใน  $^1\text{H}$  NMR ที่ประมาณ  $7.4\text{--}7.6\text{ ppm}$  และ Sn กับ C ใน  $^{13}\text{C}$  NMR แต่สัญญาณที่มีขนาดเล็กไม่สามารถเห็นได้ชัดเจนนัก ผลจากการวิเคราะห์ธาตุ ต่างจากการคำนวณบ้างเล็กน้อยเนื่องจากสารไม่บริสุทธิ์ นอกจากนี้ข้อมูลจากแมสสเปกตรัมยังยืนยันถึงโครงสร้างของผลิตภัณฑ์สามารถแสดงการแตกตัวเป็นชิ้นส่วน (fragment) ของสารประกอบได้ดังนี้

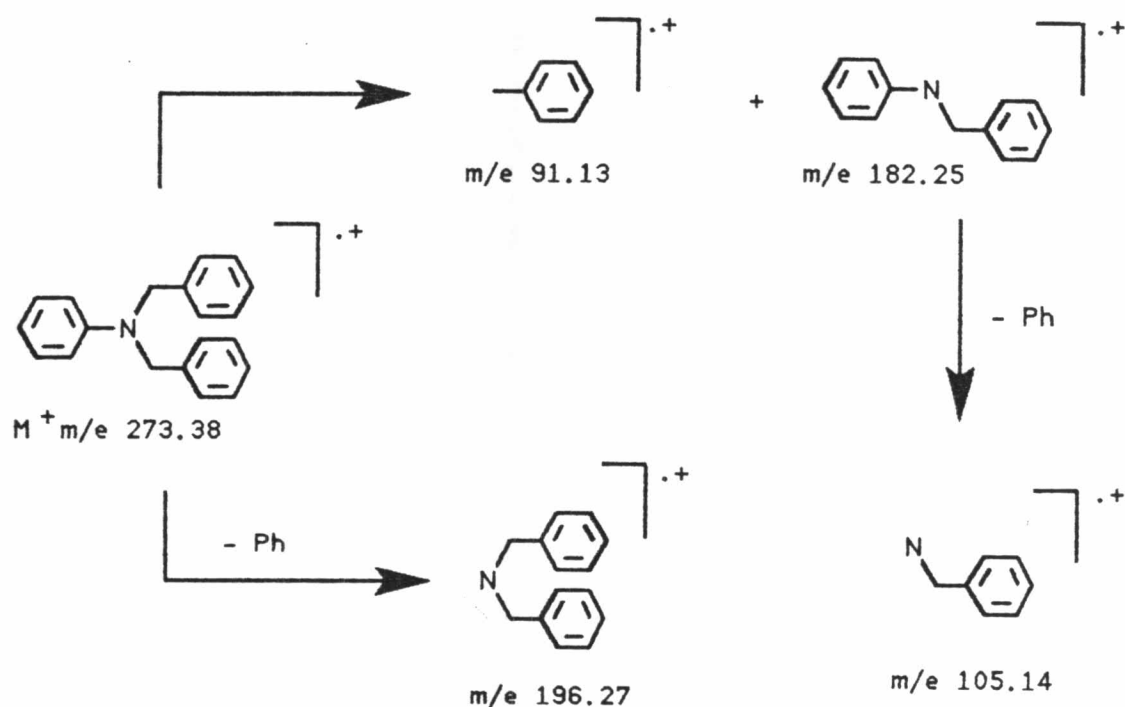


การทดลองที่ 2.3.7 การสังเคราะห์  $n\text{-Bu}_2\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{N}(\text{CH}_3)_2)_2$  สารประกอบนี้ไม่พบเอกสารอ้างอิงที่แสดงถึงคุณสมบัติทางกายภาพ ตลอดจนทางเคมีใดๆ ในการทดลองมีการใช้ตัวทำละลายผสมระหว่าง อีเทอร์ และ THF เนื่องจากการทดลองพบว่าสารประกอบในปฏิกิริยาดังกล่าวสามารถ ละลายได้ดีใน THF แต่จะให้ผลิตภัณฑ์ในเปอร์เซ็นต์ที่ต่ำ และให้เปอร์เซ็นต์สูงใน อีเทอร์ดังนั้นจึงเติม THF ในปริมาณที่น้อยที่สุดเพื่อให้ละลายเท่านั้น ข้อมูล IR ที่  $3100\text{--}2800\text{ cm}^{-1}$  วัตราส่วนของ อะโรมาติก และอะลิฟาติก มีค่าแตกต่างกันมาก ค่า NMR ทั้ง  $^{13}\text{C}$  และ  $^1\text{H}$  มีการ shift ของ  $-\text{CH}_2-$  มาทาง downfield และมีการ coupling ระหว่าง Sn กับ H ใน  $^1\text{H}$  NMR ที่ 7.89 ppm 7.85 ppm มีค่า  $J=3\text{ Hz}$  และ  $2\text{ Hz}$  ตามลำดับ และ Sn กับ C ใน  $^{13}\text{C}$  NMR บริเวณด้านข้างของฟิค ที่ 150.36, 137.38, 125.16, 112.49, แสดงถึงผลของ Sn อะตอม ที่มีต่ออะตอมข้างเคียงและอะตอมถัดไป ยืนยันถึงการมี Sn อะตอม อยู่ในตำแหน่งนั้นๆของโรมเลกุล ทั้งของหมู่อะลิฟาติกและอะโรมาติก แต่ข้อมูลจากการวิเคราะห์ธาตุของ N ไม่มีรายงานเนื่องจากปัญหาทางเครื่องมือวิเคราะห์ นอกจากนี้ข้อมูลจากแมสสเปกตรัมยังยืนยันถึงโครงสร้างของผลิตภัณฑ์ สามารถแสดงการแตกตัวเป็นชิ้นส่วน (fragment) ของสารประกอบได้ดังนี้



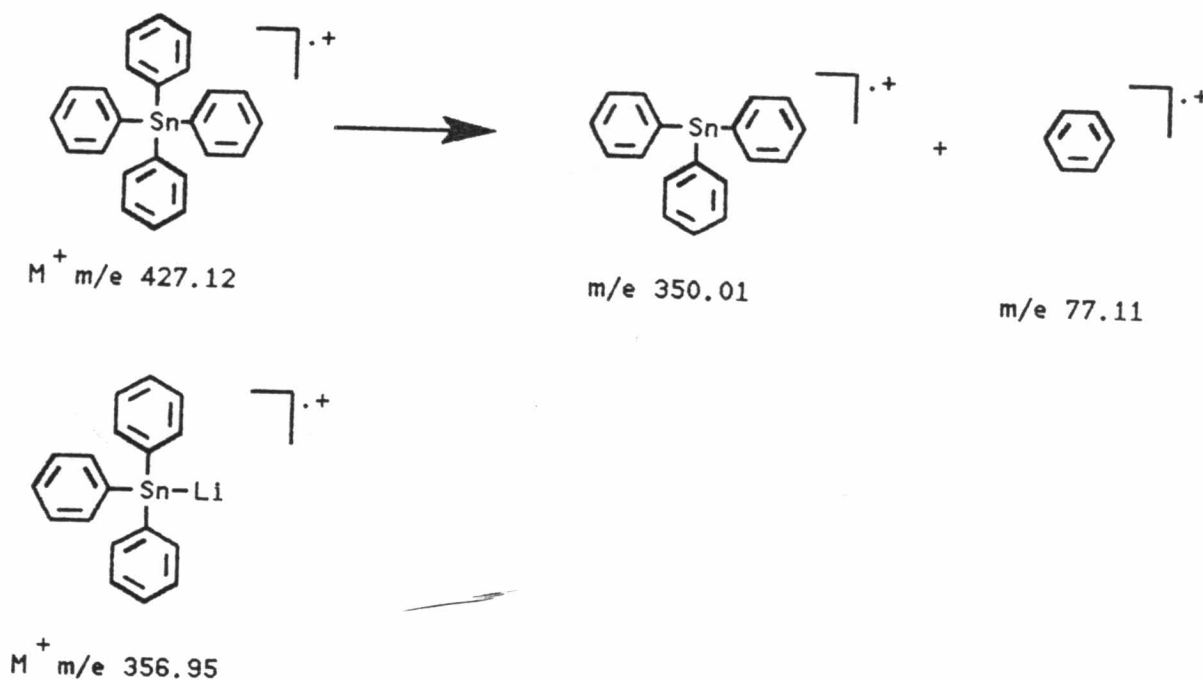


การทดลองที่ 2.3.8 ปฏิกิริยาระหว่าง dibutyltin dichloride กับ  $\text{Bz}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{Li}$  ไม่ได้ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการอาจเกิดจากหมู่ n-Bu มีความเกะกะมาก ประกอบกับหมู่ benzyl ก็มีขนาดใหญ่จึงทำให้สารดังกล่าวไม่สามารถทำปฏิกิริยากันได้ในสภาวะที่ใช้ในการทดลอง โดยดูจาก IR ที่  $3100\text{--}2800\text{ cm}^{-1}$  อัตราส่วนของ อะโรมาติกและอะลิฟาติกไม่แตกต่างกันมากนักแสดงว่ามีหมู่ n-Bu และหมู่เฟนนิล ในสัดส่วนที่น่าจะเป็นสารที่ต้องการ ข้อมูล NMR ตลอดจนแมสสเปกตรัมแสดงให้เห็นถึงผลที่ได้คือ N,N-dibenzylaniline ซึ่งผลจากการวิเคราะห์ธาตุก็ไม่สนับสนุนผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ จากแมสสเปกตรัมสามารถแสดงการแตกตัวเป็นชิ้นส่วน (fragment) ของสารประกอบได้ดังนี้



การทดลองที่ 2.3.9 ปฏิกริยาของสารประกอบ  $\text{Li}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{Li}$  กับ stannous chloride anhydrous หรือ stannic chloride anhydrous การสังเคราะห์  $\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2)_4$  ไม่ได้ผลิตภัณฑ์ทั้งสองวิธี โดยดูจาก NMR ไม่มีลักษณะของสารที่ต้องการ

การทดลองที่ 2.3.10 ปฏิกิริยาระหว่างเพนทิลลิเทียมกับ stannous chloride anhydrous และ 4-bromonitrobenzene ผลจาก IR ไม่ปรากฏ หมู่ไนโตร และที่ 700, 740  $\text{cm}^{-1}$  ไม่แสดงถึง para-substitued benzene (รูปที่ 41) นั่นคือ  $\text{Ph}_4\text{Sn}$  ส่วนรูปที่ 42 ปรากฏหมู่ไนโตรและมี para-substitued benzene นั่นคือ  $\text{BrC}_6\text{H}_4\text{NO}_2$  แสดงว่า สารสองตัว ไม่สามารถเข้าทำปฏิกิริยากันได้ อาจเนื่องมาจากไม่มี  $\text{Ph}_3\text{SnLi}$  ในขณะที่เติม  $\text{BrC}_6\text{H}_4\text{NO}_2$  ลงไปหรือในปฏิกิริยา  $\text{Ph}_3\text{SnLi}$  มีความว่องไวต่อปฏิกิริยามาก จึงทำปฏิกิริยาต่อไปเป็น  $\text{Ph}_4\text{Sn}$  ซึ่งปฏิกิริยานี้หากทำที่อุณหภูมิต่ำมากก็อาจทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ ที่ต้องการได้ ข้อมูลจาก NMR แสดงถึงโครงสร้าง  $\text{Ph}_4\text{Sn}$  โดยมีการ coupling ของ Sn-H ที่ 8.25-8.50 ppm แสดงถึงการเกาะตัวของ Sn อะตอมแต่ไม่มีการ shift อันเป็นผลของ  $-\text{NO}_2$  แสดงว่าไม่มีหมู่  $-\text{NO}_2$  และจากแมสสเปกตรัมสามารถแสดงการแตกตัวเป็นชิ้นส่วน (fragment) ของสารประกอบได้ดังนี้



การทดลองที่ 2.3.11 การสังเคราะห์  $n\text{-Bu}_2\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}=\text{CH}_2)_2$  ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นพลาสติกแข็งซึ่งมีเฉพาะข้อมูล IR โดยวิเคราะห์ทันทีที่ได้ผลิตภัณฑ์ แต่เมื่อทิ้งไว้ไม่นานนัก ก็จะกลายเป็นก้อนพลาสติกที่ไม่สามารถหาค่าละลายที่เหมาะสม จึงไม่สามารถวิเคราะห์ด้วย NMR, และ MASS spectroscopy ได้

การทดลองที่ 2.3.12 ปฏิกริยาในเตาชั้นของเทตระเฟนิลทิน (tetraphenyltin) ( $\text{Ph}_4\text{Sn}$ ) การสังเคราะห์  $\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2)_4$  ไม่ได้สารผลิตภัณฑ์ที่ต้องการเพราะ  $\text{Ph}_4\text{Sn}$  เกิดการสลายตัวเป็น nitrobenzene เกือบทั้งหมด และถ้าหาที่อุณหภูมิต่ำมากๆ สารก็ไม่เกิด ปฏิกริยา

การทดลองที่ 2.3.13 ปฏิกริยาระหว่าง tetrakis-(4-dimethylamino phenyl)stannane กับ ไอโอดีน การสังเคราะห์  $\text{ISn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{NMe}_2)_3$  ปรากฏว่าผลิตภัณฑ์มีลักษณะคล้าย  $\text{BrC}_6\text{H}_4\text{NMe}_2$  ซึ่งอาจเป็น  $\text{IC}_6\text{H}_4\text{NMe}_2$  นอกนั้นจะเป็นตะกอนอินทรีย์ที่ไม่มี IR ที่น่าสนใจ