



บทที่ 3

ผลการทดลอง และการวิเคราะห์ผล

3.1 คุณสมบัติทางกายภาพ

จากการสังเคราะห์สารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอเรท แล้วนำไปตรวจสอบหาคุณสมบัติทางกายภาพ เช่น จุดหลอมเหลว , จุดเดือด , การละลายในตัวทำละลาย พบว่า ปัจจัยที่มีผลโดยตรงต่อจุดเดือดและจุดหลอมเหลวของสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอเรท คือ ขนาดของโมเลกุล กล่าวคือ ถ้าขนาดของโมเลกุลใหญ่ขึ้นจุดเดือดหรือจุดหลอมเหลว ก็จะสูงขึ้นตามไปด้วยและยังขึ้นอยู่กับหมู่ที่มาเกิดพันธะกับดีบุกอีกด้วย

นอกจากนี้ยังพบว่า สารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอเรท ไตรแอลคิลทิน ไฮดรอกไซด์, บิส-(ไตรแอลคิลทิน) ออกไซด์ สามารถละลายได้ในอีเทอร์ , คลอโรฟอร์ม ซึ่งมี polarity ต่ำ แต่ถ้าเป็นไดแอลคิลทิน ออกไซด์ จะละลายในสารละลายที่มี polarity สูงขึ้น เช่น เมทานอล แสดงว่าหมู่แอลคิลอาจจะมีอิทธิพลต่อ polarity ของสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอเรท

3.2 การพิสูจน์โดยการหาปริมาณธาตุ

- โดยใช้เครื่องมือ Elemental Analysis วิเคราะห์หาปริมาณธาตุคาร์บอน และ ไฮโดรเจน
- โดยใช้เครื่องมือ Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometer วิเคราะห์หาปริมาณของโลหะดีบุก และ โบรอน ในสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอเรทที่สังเคราะห์ได้ แสดงในตารางดังนี้

ตารางที่ 2.2, 2.4, 2.6, 2.8, 2.10, 2.12 เป็นการแสดงปริมาณธาตุในสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอเรทที่สังเคราะห์จาก ไตรเฟนิลทิน ไฮดรอกไซด์ , บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์, ไดบิวทิลทิน ออกไซด์, ไดออกทิลทิน ออกไซด์, 1,6-เฮกซิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ และ 1,4-บิวทิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน พบว่าปริมาณของธาตุคาร์บอน, ไฮโดรเจน, ดีบุก และ โบรอน มีค่าใกล้เคียงกับค่าที่ได้จากการคำนวณ แต่ปริมาณของธาตุคาร์บอน, ไฮโดรเจน

ที่ได้จากการทดลองส่วนใหญ่มีแนวโน้มที่จะสูงกว่าที่ได้จากการคำนวณ ทั้งนี้อาจจะเป็นเพราะสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์ไม่ถึง 100 % อาจจะมีสารตั้งต้นหรือตัวทำละลายปนอยู่เล็กน้อยจึงเป็นผลทำให้พบปริมาณคาร์บอน และ ไฮโดรเจน สูงกว่าค่าที่ได้จากการคำนวณ แต่สำหรับปริมาณของโลหะดีบุก และ โบรอน มีแนวโน้มต่ำกว่าที่คำนวณได้ อาจจะเป็นเพราะสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกมีพันธะระหว่าง C-Sn เห็นิวแน่น มีค่าออกซิเจนสูง เมื่อวิเคราะห์หาปริมาณดีบุกโดย ICP อะตอมมิก อิมิชั่น อาจจะทำให้พลังงานไม่เพียงพอที่จะไปออกไนซ์ดีบุกทั้งหมดให้อยู่ในรูปของอะตอมได้ จึงทำให้พบว่าค่าดีบุกที่วิเคราะห์ได้มักจะต่ำกว่าความเป็นจริง

ตารางที่ 3.1 คุณสมบัติทางกายภาพและเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก ไตรฟีนิลทิน ไฮดรอกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | สถานะ | จุดหลอมเหลว (°C) หรือ จุดเดือด (mm/Hg) | | ตัวทำละลาย | เปอร์เซ็นต์ผลผลิต | |
|-----------------------|---------|---|---------|------------|-------------------|------|
| | | Expt. | Ref. | | Expt. | Ref. |
| 1 : 1 | ของแข็ง | 129-130 | - | อีเทอร์ | 81 | - |
| 1 : 2 | ของแข็ง | 123-125 | - | อีเทอร์ | 73 | - |
| 1 : 3 | ของแข็ง | 124-125 | - | อีเทอร์ | 78 | - |
| 2 : 1 | ของแข็ง | 130-131 | - | อีเทอร์ | 76 | - |
| 2 : 3 | ของแข็ง | 125-127 | - | อีเทอร์ | 70 | - |
| 3 : 1 | ของแข็ง | 129-130 | 131-132 | อีเทอร์ | 78 | 80 |
| 3 : 2 | ของแข็ง | 132-133 | - | อีเทอร์ | 76 | - |

ตารางที่ 3:2 ปริมาณธาตุในสารประกอบอนินทรีย์ชนิดบุกอินทรีย์เบอร์ที่สังเคราะห์จาก ไตรเฟนิลกินไฮดรอกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | % C | | % H | | % Sn | | % B | |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. |
| 1 : 1 | 58.47 | 58.48 | 4.07 | 4.06 | 31.73 | 32.13 | 0.87 | 0.99 |
| 1 : 2 | 56.15 | 56.89 | 4.41 | 4.08 | 30.84 | 31.25 | 1.13 | 1.44 |
| 1 : 3 | 56.35 | 56.89 | 4.13 | 4.08 | 31.18 | 31.25 | 1.23 | 1.44 |
| 2 : 1 | 58.89 | 58.48 | 4.13 | 4.06 | 31.91 | 32.13 | 0.73 | 0.99 |
| 2 : 3 | 57.35 | 56.89 | 4.11 | 4.08 | 30.99 | 31.25 | 1.35 | 1.44 |
| 3 : 1 | 59.11 | 58.48 | 4.13 | 4.06 | 31.87 | 32.13 | 0.92 | 0.99 |
| 3 : 2 | 56.15 | 55.01 | 3.95 | 3.82 | 30.03 | 30.22 | 2.13 | 2.75 |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.3 คุณสมบัติทางกายภาพและเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของสารประกอบอนุพันธ์
 ดิบกอินทรีย์บอเวทที่สังเคราะห์จาก บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์
 กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | สถานะ | จุดหลอมเหลว (°C) หรือจุดเดือด(0.001mm/Hg) | | ตัวทำละลาย | เปอร์เซ็นต์ผลผลิต | |
|-----------------------|---------|--|------------|------------|-------------------|------|
| | | Expt. | Ref. | | Expt. | Ref. |
| 1 : 1 | ของเหลว | - | 230-235 °C | คลอโรฟอร์ม | 79 | - |
| 1 : 2 | ของเหลว | - | - | คลอโรฟอร์ม | 74 | - |
| 1 : 3 | ของเหลว | - | - | คลอโรฟอร์ม | 59 | - |
| 2 : 1 | ของเหลว | - | - | คลอโรฟอร์ม | 80 | - |
| 2 : 3 | ของเหลว | - | - | คลอโรฟอร์ม | 64 | - |
| 3 : 1 | ของเหลว | - | - | คลอโรฟอร์ม | 70 | - |
| 3 : 2 | ของเหลว | - | 195-200 °C | คลอโรฟอร์ม | 72 | 75 |

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.4 ปริมาณธาตุในสารประกอบพหุพันธบัตรอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | % C | | % H | | % Sn | | % B | |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. |
| 1 : 1 | 46.05 | 45.05 | 8.83 | 8.66 | 37.02 | 37.12 | 1.12 | 1.16 |
| 1 : 2 | 44.07 | 43.29 | 8.59 | 8.18 | 34.78 | 35.67 | 3.09 | 3.24 |
| 1 : 3 | 43.99 | 43.29 | 8.49 | 8.18 | 35.17 | 35.67 | 3.11 | 3.24 |
| 2 : 1 | 46.48 | 46.55 | 8.84 | 8.79 | 38.11 | 38.36 | 1.13 | 1.18 |
| 2 : 3 | 45.85 | 45.05 | 8.49 | 8.66 | 36.95 | 37.12 | 0.92 | 1.16 |
| 3 : 1 | 46.81 | 46.55 | 8.85 | 8.79 | 38.16 | 38.36 | 1.11 | 1.18 |
| 3 : 2 | 46.36 | 46.55 | 9.02 | 8.79 | 38.29 | 38.46 | 1.05 | 1.16 |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.5 คุณสมบัติทางกายภาพและเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของสารประกอบอนุพันธ์
 ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก
 ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | สถานะ | จุดหลอมเหลว (°C) หรือ จุดเดือด (mm/Hg) | | ตัวทำละลาย | เปอร์เซ็นต์ผลผลิต | |
|-----------------------|---------|---|------|------------|-------------------|------|
| | | Expt. | Ref. | | Expt. | Ref. |
| 1 : 1 | ของแข็ง | > 260 | - | เมทานอล | 64 | - |
| 1 : 2 | ของแข็ง | > 260 | - | เมทานอล | 73 | - |
| 1 : 3 | ของแข็ง | > 260 | - | เมทานอล | 70 | - |
| 2 : 1 | ของแข็ง | > 260 | - | เมทานอล | 61 | - |
| 2 : 3 | ของแข็ง | > 260 | - | เมทานอล | 78 | - |
| 3 : 1 | ของแข็ง | > 260 | - | เมทานอล | 75 | - |
| 3 : 2 | ของแข็ง | > 260 | - | เมทานอล | 80 | - |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.6 ปริมาณธาตุในสารประกอบอนินทรีย์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | % C | | % H | | % Sn | | % B | |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. |
| 1 : 1 | 33.69 | 32.80 | 6.53 | 6.49 | 40.27 | 40.54 | 3.69 | 3.76 |
| 1 : 2 | 31.16 | 30.13 | 6.44 | 5.65 | 36.85 | 37.24 | 6.43 | 6.90 |
| 1 : 3 | 27.03 | 27.06 | 6.18 | 6.20 | 32.98 | 33.45 | 5.81 | 6.20 |
| 2 : 1 | 36.11 | 35.29 | 6.96 | 6.62 | 43.14 | 43.63 | 2.19 | 2.69 |
| 2 : 3 | 30.94 | 30.13 | 6.53 | 5.65 | 37.03 | 37.24 | 6.72 | 6.90 |
| 3 : 1 | 35.26 | 35.29 | 6.87 | 6.62 | 43.26 | 43.63 | 2.34 | 2.69 |
| 3 : 2 | 35.03 | 35.29 | 6.68 | 6.62 | 43.55 | 43.63 | 2.27 | 2.69 |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.7 คุณสมบัติทางกายภาพและเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของสารประกอบอนุพันธ์
 ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก ไดออกทิลทิน ออกไซด์ กับ
 กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | สถานะ | จุดหลอมเหลว (°C) หรือ จุดเดือด (mm/Hg) | | ตัวทำละลาย | เปอร์เซ็นต์ผลผลิต | |
|-----------------------|---------|---|------|------------|-------------------|------|
| | | Expt. | Ref. | | Expt. | Ref. |
| 1 : 1 | ของแข็ง | > 300 | - | คลอโรฟอร์ม | 73 | - |
| 1 : 2 | ของแข็ง | > 300 | - | คลอโรฟอร์ม | 68 | - |
| 1 : 3 | ของแข็ง | > 300 | - | คลอโรฟอร์ม | 70 | - |
| 2 : 1 | ของแข็ง | > 300 | - | คลอโรฟอร์ม | 72 | - |
| 2 : 3 | ของแข็ง | > 300 | - | คลอโรฟอร์ม | 65 | - |
| 3 : 1 | ของแข็ง | > 300 | - | คลอโรฟอร์ม | 54 | - |
| 3 : 2 | ของแข็ง | > 300 | - | คลอโรฟอร์ม | 78 | - |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.8 ปริมาณธาตุในสารประกอบอินทรีย์ที่สังเคราะห์จาก ไดออกซิลิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | % C | | % H | | % Sn | | % B | |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. |
| 1 : 1 | 46.97 | 47.45 | 8.84 | 8.65 | 28.78 | 29.33 | 2.54 | 2.72 |
| 1 : 2 | 41.32 | 41.14 | 8.46 | 8.14 | 25.02 | 25.43 | 4.21 | 4.71 |
| 1 : 3 | 41.40 | 41.14 | 8.33 | 8.14 | 25.11 | 25.43 | 4.33 | 4.71 |
| 2 : 1 | 49.26 | 49.99 | 9.26 | 8.85 | 29.94 | 30.90 | 1.78 | 1.91 |
| 2 : 3 | 44.39 | 44.58 | 8.63 | 7.89 | 27.23 | 27.55 | 5.12 | 5.11 |
| 3 : 1 | 49.87 | 49.99 | 8.99 | 8.85 | 30.07 | 30.90 | 1.85 | 1.91 |
| 3 : 2 | 49.61 | 49.99 | 8.81 | 8.85 | 30.12 | 30.90 | 1.63 | 1.91 |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.9 คุณสมบัติทางกายภาพและเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของสารประกอบอนุพันธ์
ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก 1,6-เฮกซิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน)
ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | สถานะ | จุดหลอมเหลว (°C) หรือจุดเดือด (mm/Hg) | ตัวทำละลาย | เปอร์เซ็นต์ผลผลิต |
|-----------------------|---------|--|--------------------|-------------------|
| | | Expt. | | Expt. |
| 1 : 1 | ของแข็ง | 101-102 | เมทานอล+คลอโรฟอร์ม | 76 |
| 1 : 2 | ของแข็ง | 99-101 | เมทานอล+คลอโรฟอร์ม | 79 |
| 3 : 2 | ของแข็ง | > 292 | เมทานอล+คลอโรฟอร์ม | 84 |

ตารางที่ 3.10 ปริมาณธาตุในสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก 1,6-เฮกซิลีน
บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | % C | | % H | | % Sn | | % B | |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. |
| 1 : 1 | 36.52 | 37.91 | 6.64 | 7.18 | 33.73 | 34.08 | 4.65 | 4.74 |
| 1 : 2 | 41.73 | 41.55 | 7.98 | 7.56 | 37.19 | 37.36 | 3.38 | 3.46 |
| 3 : 2 | 42.98 | 43.32 | 7.82 | 8.04 | 38.37 | 38.95 | 1.73 | 1.81 |

ตารางที่ 3.11 คุณสมบัติทางกายภาพและเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก 1,4-บิวทิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | สถานะ | จุดหลอมเหลว (°C) หรือ จุดเดือด (mm/Hg) | ตัวทำละลาย | เปอร์เซ็นต์ผลผลิต |
|-----------------------|---------|---|------------|-------------------|
| | | Expt. | | Expt. |
| 1 : 1 | ของแข็ง | 100-102 | ทอลูอิน | 71 |
| 1 : 2 | ของแข็ง | 99-100 | ทอลูอิน | 75 |
| 3 : 2 | ของแข็ง | > 298 | ทอลูอิน | 72 |

ตารางที่ 3.12 ปริมาณธาตุในสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก 1,4-บิวทิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | % C | | % H | | % Sn | | % B | |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. | Expt. | Calc. |
| 1 : 1 | 38.28 | 37.30 | 7.53 | 7.46 | 36.37 | 36.89 | 3.13 | 3.42 |
| 1 : 2 | 39.72 | 39.51 | 7.33 | 7.24 | 38.84 | 39.08 | 3.52 | 3.62 |
| 3 : 2 | 36.13 | 37.30 | 7.10 | 7.46 | 36.53 | 36.89 | 3.22 | 3.42 |

3.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยอินฟราเรดสเปกตรัม

โดยใช้เครื่องอินฟราเรดในการหาสูตรโครงสร้างอนุพันธ์ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์ได้ ได้ผลแสดงในตารางต่อไปนี้

ตารางที่ 3.13 พบว่าสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์ได้จาก ไตรเฟนิลทิน ไฮดรอกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน ให้พีดส่วนใหญ่เหมือนกัน คือ พีดที่แสดงพันธะยึดของ C-H ที่ความถี่ 3000-3100 cm^{-1} มีแบนด์การดูดกลืนรังสีในย่าน 1667-2000 cm^{-1} และมีความเข้มต่ำ ซึ่งแสดงว่ามีหมู่แทนที่ในวงเบนซินเพียงหมู่เดียว พีดที่แสดงการยึดของ C=C ในวงเบนซินที่ 1430-1480 cm^{-1} และพีดที่สำคัญอีกพีดหนึ่งแสดงว่าเป็นสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกจริงคือ พีดที่แสดงพันธะของ B-O-Sn ที่ความถี่ 1270-1300 cm^{-1} นอกจากนี้ยังพบพีดที่แสดงพันธะระหว่าง Ph-Sn ที่ความถี่ 1030-1065 cm^{-1} และพีดการงอในระนาบของ C-H ที่ความถี่ 1000-1100 cm^{-1} และพีดที่แสดงการงอออกนอกระนาบของ C-H ที่ความถี่ 675-870 cm^{-1} ซึ่งถ้าดูจากอินฟราเรดสเปกตรัมทั้ง 7 อัตราส่วนแล้วจะพบว่าอินฟราเรดสเปกตรัมไม่สามารถบอกให้ทราบได้ว่าสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์ได้มีสูตรโครงสร้างเป็น $(\text{Ph}_3\text{SnO})_3\text{-B}$ หรือ $(\text{Ph}_3\text{SnO})\text{-B=O}$ ยกเว้นที่มีสูตรโครงสร้างเป็น $(\text{Ph}_3\text{SnO})_2\text{-B-OH}$ เพราะสามารถสังเกตเห็นพีดที่แสดง O-H ที่ความถี่ 3200-3600 cm^{-1} ดังนั้นจึงจำเป็นต้องอาศัยการพิสูจน์โดยวิธีอื่น ๆ ควบคู่กันไปด้วย

ตารางที่ 3.14 พบว่าสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์ได้จาก บิส-(ไตรนิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน จะให้พีดส่วนใหญ่เหมือนกัน คือ พีดที่แสดงพันธะยึดของ C-H ที่ความถี่ 2800-3000 cm^{-1} แสดงว่าเป็นหมู่แอลิฟาติก พีดที่แสดงการงอของ C-H ที่ความถี่ 1375 กับ 1430-1470 cm^{-1} และพีดที่แสดงว่าเป็นสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกจริงคือ พีดที่แสดงพันธะ B-O-Sn ที่ความถี่ 1270-1300 cm^{-1} และยังพบพีดที่แสดง Bu-Sn ที่ความถี่ 1080 cm^{-1} , strong doublet ที่ความถี่ 875-885 cm^{-1} ซึ่งจากอินฟราเรดสเปกตรัมทั้ง 7 อัตราส่วนไม่สามารถบอกได้ว่าสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์ได้มีสูตรโครงสร้างเป็น $(\text{Bu}_3\text{SnO})_3\text{-B}$ หรือ $(\text{Bu}_3\text{SnO})\text{-B=O}$ ยกเว้น $(\text{Bu}_3\text{SnO})_2\text{-B-OH}$ ซึ่งจะแสดงพีด O-H ที่ความถี่ 3200-3600 cm^{-1} และเนื่องจากว่าสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์ได้มีจุดหลอมเหลวสูงเกินกว่าที่เครื่องมือจะกลั่นได้ ดังนั้นจึงปรากฏพีด O-H ยึด ซึ่งอาจจะเป็นของกรดบอริก หรือสารผลิตภัณฑ์ย่อย (minor product) ดังนั้นจึงจำเป็นต้องอาศัยการพิสูจน์โดยวิธีอื่นมาช่วยในการหาสูตรโครงสร้าง

ตารางที่ 3.15 และ ตารางที่ 3.16 เป็นการแสดงโครงสร้างของสารประกอบ ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์ได้จาก ไดบิวทิลทิน กับ กรดบอริก และ ไดออกทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน ซึ่งถ้าเปรียบเทียบอินฟราเรดสเปกตรัม ของทั้ง 14 ตัว จะเห็นว่าให้พีคที่เหมือนกันคือ พีคที่แสดงพันธะยืดของ C-H ที่ความถี่ 2800-3000 cm^{-1} . แสดงว่าเป็นหมู่แอลิฟาติก พีคที่แสดงการงอของ C-H ที่ความถี่ 1375 กับ 1430-1470 cm^{-1} พีคที่แสดงว่าเป็นสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกจริง คือพีค B-O-Sn ที่ ความถี่ 1270-1300 cm^{-1} พีคที่แสดง Bu-Sn ที่ความถี่ 1080 cm^{-1} และ strong doublet ที่ 875-885 cm^{-1} ทำนองเดียวกัน อินฟราเรดสเปกตรัมทั้ง 14 ตัวไม่สามารถบอกได้ว่ามีสูตร โครงสร้างอย่างไร

อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก ไดแอลซิลทิน ออกไซด์ (หมู่ R = หมู่ออกทิล) จะให้สเปกตรัมกว้างมาก เนื่องจากอนุพันธ์ดีบุก อินทรีย์บอแรกเหล่านี้ดูดความชื้นในอากาศได้

ตารางที่ 3.17 และ ตารางที่ 3.18 แสดงโครงสร้างของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ บอแรกที่สังเคราะห์ได้จาก 1,6-เฮกซิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ ทำปฏิกิริยากับ กรด บอริก และที่สังเคราะห์จาก 1,4-บิวทิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ ให้พีคส่วนใหญ่เหมือน กันกับพีคที่เกิดจากสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์ได้จาก บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก คือให้พีคที่แสดงพันธะยืดของ C-H ที่ความถี่ 2800-3000 cm^{-1} แสดงว่ามีหมู่ แอลิฟาติก พีคที่แสดงการงอของ C-H ที่ความถี่ 1375 กับ 1430-1470 cm^{-1} และพีคที่แสดง B-O-Sn ที่ความถี่ 1270-1300 cm^{-1} พีคของ Bu-Sn ที่ความถี่ 1080 cm^{-1} และ strong doublet ที่ 875-885 cm^{-1} เช่นเดียวกัน

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.13 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก ไตรฟีนิลทิน ไฮดรอกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | โครงสร้างของสาร | ความถี่ (cm^{-1}) | | รูปที่ |
|-----------------------|--------------------------------|------------------------------|-----------|--------|
| | | Expt. | Ref. | |
| 1 : 1 | C-H ของ แอโรมาติก | 2980-3060 | 3000-3080 | ก.1 |
| | การแทนที่หมู่เดี่ยวของวงเบนซีน | 1700-2000 | 1667-2000 | |
| | C-C ในวง | 1430-1480 | 1440-1480 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Ph-Sn | 1060 | 1050-1070 | |
| 1 : 2 | O-H ยึด | 3200-3500 | 3200-3600 | ก.2 |
| | C-H ของ แอโรมาติก | 2980-3060 | 3000-3080 | |
| | การแทนที่หมู่เดี่ยวของวงเบนซีน | 1700-2000 | 1667-2000 | |
| | C-C ในวง | 1430-1480 | 1440-1480 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Ph-Sn | 1060 | 1050-1070 | |
| 1 : 3 | O-H ยึด | 3200-3500 | 3200-3600 | ก.3 |
| | C-H ของ แอโรมาติก | 2980-3060 | 3000-3080 | |
| | การแทนที่หมู่เดี่ยวของวงเบนซีน | 1700-2000 | 1667-2000 | |
| | C-C ในวง | 1430-1480 | 1440-1480 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Ph-Sn | 1060 | 1050-1070 | |

ตารางที่ 3.13 (ต่อ) อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอ เรทที่สังเคราะห์จาก ไตรฟีนิลทิน ไฮดรอกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | โครงสร้างของสาร | ความถี่ (cm^{-1}) | | รูปที่ |
|-----------------------|------------------------------|------------------------------|-----------|--------|
| | | Expt. | Ref. | |
| 2 : 1 | C-H ของ แอโรมาติก | 2980-3060 | 3000-3080 | ก.4 |
| | การแทนที่หมู่เดิวของวงเบนซีน | 1700-2000 | 1667-2000 | |
| | C-C ในวง | 1430-1480 | 1440-1480 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Ph-Sn | 1060 | 1050-1070 | |
| 2 : 3 | O-H ซีด | 3200-3500 | 3200-3600 | ก.5 |
| | C-H ของ แอโรมาติก | 2980-3080 | 3000-3080 | |
| | การแทนที่หมู่เดิวของวงเบนซีน | 1700-2000 | 1667-2000 | |
| | C-C ในวง | 1430-1480 | 1440-1480 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| Ph-Sn | 1060 | 1050-1070 | | |
| 3 : 1 | C-H ของ แอโรมาติก | 2980-3080 | 3000-3080 | ก.6 |
| | การแทนที่หมู่เดิวของวงเบนซีน | 1700-2000 | 1667-2000 | |
| | C-C ในวง | 1430-1480 | 1440-1480 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Ph-Sn | 1060 | 1050-1070 | |
| 3 : 2 | C-H ของ แอโรมาติก | 2980-3080 | 3000-3080 | ก.7 |
| | การแทนที่หมู่เดิวของวงเบนซีน | 1667-2000 | 1667-2000 | |
| | C-C ในวง | 1430-1480 | 1440-1480 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Ph-Sn | 1060 | 1050-1070 | |

ตารางที่ 3.14 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบอินทรีย์ที่สังเคราะห์จาก บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | โครงสร้างของสาร | ความถี่ (cm^{-1}) | | รูปที่ |
|-----------------------|----------------------|------------------------------|-----------|--------|
| | | Expt. | Ref. | |
| 1 : 1 | O-H ยืด | 3200-3500 | 3200-3600 | ก.8 |
| | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1050-1070 | |
| | strong doublet | 875-885 | 850-900 | |
| 1 : 2 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก.9 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1050-1070 | |
| | | strong doublet | 875-885 | |
| 1 : 3 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก.10 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1050-1070 | |
| | | strong doublet | 875-885 | |

ตารางที่ 3.14 (ต่อ) อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบอนินทรีย์อินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | โครงสร้างของสาร | ความถี่ (cm^{-1}) | | รูปที่ |
|-----------------------|----------------------|------------------------------|-----------|--------|
| | | Expt. | Ref. | |
| 2 : 1 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก. 11 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1050-1070 | |
| | strong doublet | 875-885 | 850-900 | |
| 2 : 3 | O-H ยืด | 3200-3500 | 3200-3600 | ก. 12 |
| | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1050-1070 | |
| | strong doublet | 875-885 | 850-900 | |
| 3 : 1 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก. 13 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1050-1070 | |
| | | strong doublet | 875-885 | |

ตารางที่ 3.14 (ต่อ) อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบอนินทรีย์ที่สังเคราะห์จาก บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

7

| อัตราส่วน จำนวนโมล | โครงสร้างของสาร | ความถี่ (cm^{-1}) | | รูปที่ |
|-----------------------|----------------------|------------------------------|-----------|--------|
| | | Expt. | Ref. | |
| 3 : 2 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก. 14 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1050-1070 | |
| | strong doublet | 875-885 | 850-900 | |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.15 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบอนินทรีย์อินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | โครงสร้างของสาร | ความถี่ (cm^{-1}) | | รูปที่ |
|-----------------------|----------------------|------------------------------|-----------|--------|
| | | Expt. | Ref. | |
| 1 : 1 | O-H ยืด | 3200-3500 | 3200-3600 | ก. 15 |
| | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1070-1090 | |
| | strong doublet | 875-885 | 850-900 | |
| 1 : 2 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก. 16 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1070-1090 | |
| | strong doublet | 875-885 | 850-900 | |
| | 1 : 3 | O-H ยืด | 3200-3500 | |
| C-H ยืด ของแอลิฟาติก | | 2870-2980 | 2800-3000 | |
| C-H งอ ของแอลิฟาติก | | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| B-O-Sn | | 1290 | 1270-1300 | |
| Bu-Sn | | 1080 | 1070-1090 | |
| strong doublet | | 875-885 | 850-900 | |

ตารางที่ 3.15 (ต่อ) อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบอนินทรีย์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์
จาก ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | โครงสร้างของสาร | ความถี่ (cm^{-1}) | | รูปที่ |
|-----------------------|----------------------|------------------------------|-----------|--------|
| | | Expt. | Ref. | |
| 2 : 1 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก. 18 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1070-1090 | |
| | strong doublet | 875-885 | 850-900 | |
| 2 : 3 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก. 19 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1070-1090 | |
| | strong doublet | 875-885 | 850-900 | |
| 3 : 1 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก. 20 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1070-1090 | |
| | strong doublet | 875-885 | 850-900 | |

ตารางที่ 3.15 (ต่อ) อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบอินทรีย์ที่สังเคราะห์จาก ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | โครงสร้างของสาร | ความถี่ (cm^{-1}) | | รูปที่ |
|-----------------------|----------------------|------------------------------|-----------|--------|
| | | Expt. | Ref. | |
| 3 : 2 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก. 21 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1070-1090 | |
| | strong doublet | 875-885 | 850-900 | |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.16 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก ไดออกซิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | โครงสร้างของสาร | ความถี่ (cm^{-1}) | | รูปที่ |
|-----------------------|----------------------|------------------------------|-----------|--------|
| | | Expt. | Ref. | |
| 1 : 1 | O-H ยืด | 3200-3500 | 3200-3600 | ก.22 |
| | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| 1 : 2 | O-H ยืด | 3200-3500 | 3200-3600 | ก.23 |
| | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| 1 : 3 | O-H ยืด | 3200-3500 | 3200-3600 | ก.24 |
| | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| 2 : 1 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก.25 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |

ตารางที่ 3.16 (ต่อ) อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบอนินทรีย์อินทรีย์บอแรทที่สังเคราะห์จาก ไดออกซิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | โครงสร้างของสาร | ความถี่ (cm^{-1}) | | รูปที่ |
|-----------------------|----------------------|------------------------------|-----------|--------|
| | | Expt. | Ref. | |
| 2 : 3 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก.26 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| 3 : 1 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก.27 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| 3 : 2 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก.28 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.17 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบอินทรีย์ที่สังเคราะห์
จาก 1,6-เฮกซิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก
ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | โครงสร้างของสาร | ความถี่ (cm^{-1}) | | รูปที่ |
|-----------------------|----------------------|------------------------------|-----------|--------|
| | | Expt. | Ref. | |
| 1 : 1 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก.29 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| 1 : 2 | O-H ยืด | 3200-3500 | 3200-3600 | ก.30 |
| | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| 3 : 2 | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | ก.31 |
| | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |

ตารางที่ 3.18 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบอนินทรีย์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก 1,4-บิวทิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วน จำนวนโมล | โครงสร้างของสาร | ความถี่ (cm^{-1}) | | รูปที่ |
|-----------------------|----------------------|------------------------------|-----------|--------|
| | | Expt. | Ref. | |
| 1 : 1 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก.32 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1070-1090 | |
| | strong doublet | 875-885 | 850-900 | |
| 1 : 2 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก.33 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1070-1090 | |
| | strong doublet | 875-885 | 850-900 | |
| 3 : 2 | C-H ยืด ของแอลิฟาติก | 2870-2980 | 2800-3000 | ก.34 |
| | C-H งอ ของแอลิฟาติก | 1375 | 1370-1380 | |
| | | 1430-1470 | 1430-1470 | |
| | B-O-Sn | 1290 | 1270-1300 | |
| | Bu-Sn | 1080 | 1070-1090 | |
| | strong doublet | 875-885 | 850-900 | |

3.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์โดยใช้ ^1H , ^{13}C , ^{119}Sn และ ^{11}B NMR

เมื่อนำสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอเรทที่สังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นตัวเดียวกันจะให้พีคของ ^1H NMR ชั้นที่ตำแหน่งใกล้เคียงกันมาก ดังแสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 3.19 (รูปที่ ข.1) แสดง ^1H NMR (CDCl_3) ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอเรทที่สังเคราะห์ได้จาก ไตรฟีนิลทิน ไฮดรอกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน เมื่อพิจารณาสเปกตรัมทั้งหมดพบว่า วงเบนซีนต่ออยู่กับหมู่แทนที่เป็นหมู่ให้อิเล็กตรอนทำให้เกิดความหนาแน่นของอิเล็กตรอนที่ตำแหน่งออร์โธ- และ พารา- โดยเกิดจากผลของเรโซแนนซ์ ทำให้โปรตอนทั้ง 2 ตำแหน่งนี้ถูกบดบังมากกว่าโปรตอนที่ตำแหน่งเมตา ดังนั้นโปรตอนของวงแหวนจะให้สัญญาณ 1 ชุดเป็น multiplet สัญญาณนี้จะแยกออกเป็น 2 กลุ่มพีค โดยที่กลุ่มพีคที่ความเข้มสนามแม่เหล็กสูงกว่าจะเป็นของ ออร์โธ- และ พาราโปรตอน และที่ความเข้มสนามแม่เหล็กต่ำกว่าจะเป็นของเมตาโปรตอน ซึ่งสัญญาณชุดนี้จะมีค่า chemical shift (δ) ที่ 7.130-7.585 ppm แสดงว่าจะต้องเกิดจากแอนโรมาติกโปรตอนในเบนซีน

รูปที่ ค.1 แสดง ^{13}C NMR (CDCl_3) ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอเรทที่สังเคราะห์ได้ เมื่อพิจารณาจากสเปกตรัม พบว่า จะแสดงพีคของคาร์บอนที่มีสภาวะแวดล้อมทางเคมีแตกต่างกันเป็น 4 พีค พีคที่มีค่า chemical shift (δ) 137.3 ppm จะแสดงถึงคาร์บอนตำแหน่งที่ 1 ที่ต่ออยู่กับอะตอมดีบุกคาร์บอนตำแหน่งที่ 2 มีค่า chemical shift (δ) 136.2 ppm คาร์บอนตำแหน่งที่ 3 มีค่า chemical shift (δ) 129.2 ppm และ คาร์บอนตำแหน่งที่ 4 มีค่า chemical shift (δ) 130.5 ppm

รูปที่ ง.1 แสดง ^{119}Sn NMR (CDCl_3) ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอเรท เมื่อพิจารณาจากสเปกตรัม พบว่าจะปรากฏพีคเพียงพีคเดียว แสดงว่า สารประกอบดีบุกอินทรีย์บอเรทที่สังเคราะห์ได้มีเพียงสารเดียว และมีค่า ^{119}Sn อยู่ในช่วง chemical shift (δ) -120.456 ppm ซึ่งอยู่ในช่วง -40 ถึง -120 ppm แสดงว่าสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอเรทมีโครงสร้างเป็น 4 โคออร์ดิเนต

รูปที่ จ.1 แสดง ^{11}B NMR (CDCl_3) จากสเปกตรัม พบว่า จะให้พีคกว้าง (broad peak) ที่ฐานพีค แสดงถึงอะตอมของโบรอนที่เกิดพันธะกับออกซิเจนจำนวนมาก ทำให้เกิด broad peak

ตาราง 3.20 (รูปที่ ข.14) แสดง ^1H NMR (CDCl_3) ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอเรทที่สังเคราะห์ได้จาก บิส-(ไตรนิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน เมื่อพิจารณาสเปกตรัมทั้งหมดพบว่า จะประกอบด้วยสัญญาณ 2 ชุด คือ เป็น triplet

ที่มีจุดศูนย์กลางอยู่ที่ ~ 0.899 ppm ทั้งนี้เป็นเพราะโปรตอน a ทั้ง 3 ตัวของหมู่ CH_3 เป็นโปรตอนที่มีสภาวะแวดล้อมทางเคมีเหมือนกัน สัญญาณจะปรากฏที่เดียวกัน แต่เพราะ couple อยู่กับโปรตอนข้างเคียงคือ โปรตอน b 2 ตัว ลักษณะสัญญาณจึงแยกเป็น 3 เส้น โดยมีค่า coupling constant เท่ากับ 6 Hz สำหรับโปรตอน b ที่ 1.0-1.5 ppm จะ couple กับโปรตอนข้างเคียงคือ โปรตอน a อยู่ 3 ตัว และโปรตอน c และ d อยู่ 4 ตัว ลักษณะสัญญาณจะแตกออกเป็น 8 เส้น และโดยมีค่า coupling constant ซึ่งเท่ากับ 6 Hz

รูปที่ ค.14 แสดง ^{13}C NMR (CDCl_3) ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์ได้จาก บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน เมื่อพิจารณาจากสเปกตรัม พบว่า คาร์บอนตำแหน่งที่ 1 เป็นของ CH_2 ที่ต่ออยู่กับอะตอมดีบุก มีค่า chemical shift ~ 17.6 ppm คาร์บอนตำแหน่งที่ 2 จะมีค่า chemical shift (δ) ~ 28.2 ppm คาร์บอนตำแหน่งที่ 3 มีค่า chemical shift (δ) ~ 27.0 ppm และคาร์บอนตำแหน่งที่ 4 มีค่า chemical shift (δ) ~ 13.7 ppm

รูปที่ ง.14 แสดง ^{119}Sn NMR (CDCl_3) พบว่า สารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่หมู่ R เป็นหมู่แอลคิล จะมีค่า chemical shift (δ) อยู่ระหว่าง 40-120 ppm ซึ่งจากสเปกตรัม จะปรากฏพีคมากกว่า 1 พีค แสดงว่า มีมากกว่า 1 สาร เมื่อเปรียบเทียบกับ บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ พบว่าจะเกิดขึ้นที่ค่า chemical shift (δ) ~ 45.8 ppm ดังนั้น พีคที่ค่า chemical shift (δ) ~ 55.45 ppm เป็นพีคของสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกและเนื่องจากเครื่องมือไม่สามารถกลั่นสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกได้ เพราะมีจุดหลอมเหลวสูงมาก เมื่อทิ้งไว้นาน ๆ จะเห็นของแข็งสีขาวตกตะกอนอยู่ที่ก้นขวด ซึ่งทดสอบจาก IR แล้วพบว่า ตะกอนนั้นไม่มีพีคของ B-O-Sn และให้พีค IR คล้ายกับของ บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ จึงคาดว่าน่าจะเป็นพีคของ บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์

รูปที่ จ.14 แสดง ^{11}B NMR (CDCl_3) ให้สัญญาณลักษณะเดียวกันกับสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก ไตรฟีนิลทิน ไฮดรอกไซด์ กับ กรดบอริก คือ จะให้ broad peak ที่ฐานพีค

ตาราง 3.21 (รูปที่ ข.21) แสดง ^1H NMR ($\text{CD}_3\text{OD} + \text{CDCl}_3$) ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์ได้จาก ไตรบิวทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน เมื่อพิจารณาสเปกตรัมทั้งหมดพบว่า จะประกอบด้วยสัญญาณ 2 ชุดเหมือนกันกับตาราง 3.20 แต่มีค่า chemical shift (δ) ต่างกันเล็กน้อย ทั้งนี้อาจจะเป็นเพราะการ

เพิ่มตัวทำละลายคือ CD_3OD อาจจะไม่ทำให้ค่า chemical shift (δ) ของสัญญาณเปลี่ยนไป
รูปที่ ค.21, ง.21 แสดง ^{13}C และ ^{119}Sn NMR ($\text{CD}_3\text{OD}+\text{CDCl}_3$) จะให้สัญญาณ
เหมือนกับ สารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก บิส-(ไดโรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ
กรดบอริก

ตาราง 3.22 (รูปที่ ข.28) แสดง ^1H NMR (CDCl_3) ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์
บอแรกที่สังเคราะห์ได้จาก ไดออกทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ
กัน เมื่อพิจารณาสเปกตรัม พบว่า จะประกอบด้วยสัญญาณ 4 ชุด คือเป็น triplet, multiplet
และ singlet 2 ชุด โดยที่ triplet เกิดจาก CH_3 ที่มีการ couple ของโปรตอนข้าง
เคียง เช่นเดียวกับ multiplet เกิดจาก $-\text{CH}_2$ ที่มีสถานะแวดล้อมทางเคมีเหมือนกัน เกิด
การ couple ของโปรตอนข้างเคียงด้วยกัน

รูปที่ ค.28 แสดง ^{13}C NMR (CDCl_3) ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรก ที่
สังเคราะห์จาก ไดออกทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลแตกต่างกัน เมื่อ
พิจารณาสเปกตรัม พบว่า

รูปที่ ง.28, จ.15 แสดง ^{119}Sn และ ^{11}B NMR (CDCl_3) จะให้สัญญาณเหมือน
กับสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่สังเคราะห์จาก บิส-(ไดโรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก

ตาราง 3.23 (รูปที่ ข.29) แสดง ^1H NMR (CDCl_3) ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์
บอแรกที่สังเคราะห์ได้จาก 1,6-เฮกซิลีน บิส-(ไดโรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ใน
อัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน เมื่อพิจารณาจากสเปกตรัม พบว่า จะประกอบด้วยสัญญาณ
โปรตอนของ CH_3 ที่ 0.92 ppm, $-\text{CH}_2$ ที่ติดกับ CH_3 ที่ 0.98 ppm โปรตอน a ของ
 $-\text{CH}_2$ ที่ต่ออยู่กับอะตอมดีบุก จะเลื่อนไปทางซ้ายมากกว่าโปรตอน b ส่วนโปรตอน c ของ
 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2$ จะอยู่ใกล้เคียงกัน จะเกิดการซ้อนทับกัน เนื่องจากอยู่ในสถานะแวดล้อมทางเคมี
เหมือนกัน สัญญาณจะปรากฏที่เดียวกัน

รูปที่ ค.29, จ.18 แสดง ^{13}C และ ^{11}B NMR จะให้สัญญาณเหมือนกับสารประกอบ
ดีบุกอินทรีย์ที่สังเคราะห์จาก บิส-(ไดโรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก

ตาราง 3.24 (รูปที่ ข.32) แสดง ^1H NMR ($\text{CDCl}_3 + \text{PhCH}_3$) ของสารประกอบ
ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์ได้จาก 1,4-บิวทิลีน บิส-(ไดโรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก
ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน เมื่อพิจารณาจากสเปกตรัม พบว่า จะประกอบด้วยสัญญาณ 2
ชุด ให้ลักษณะที่คล้ายคลึงกับรูปที่ ข.14 และ ข.21

ตารางที่ 3.19 แสดง ^1H , ^{13}C , ^{119}Sn และ ^{11}B NMR ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์
 บอแรกที่สังเคราะห์จาก ไตรเฟนิลทิน ไฮดรอกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตรา
 ส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วนจำนวนโมล | ชนิดของ NMR | (ppm) | รูปที่ |
|-------------------|---|--|--------------------------|
| 1 : 1 | ^1H ^{13}C ^{119}Sn ^{11}B | 7.135-7.457 (15 H) 128.339-136.790 -120.456 47.42 | ข.1 ค.1 ง.1 จ.1 |
| 1 : 2 | ^1H ^{13}C ^{119}Sn ^{11}B | 7.133-7.432 (15 H) 128.285-136.790 -120.310 46.60 | ข.2 ค.2 ง.2 จ.2 |
| 1 : 3 | ^1H ^{13}C ^{119}Sn ^{11}B | 7.135-7.454 (15 H) 128.285-136.790 -120.456 47.24 | ข.3 ค.3 ง.3 จ.3 |
| 2 : 1 | ^1H ^{13}C ^{119}Sn ^{11}B | 7.133-7.457 (15 H) 128.285-136.790 -120.602 44.36 | ข.4 ค.4 ง.4 จ.4 |
| 2 : 3 | ^1H ^{13}C ^{119}Sn ^{11}B | 7.210-7.585 (15 H) 128.772-137.224 -139.322 52.17 | ข.5 ค.5 ง.5 จ.5 |

ตารางที่ 3.19 (ต่อ) แสดง ^1H , ^{13}C , ^{119}Sn และ ^{11}B NMR ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอเวทที่สังเคราะห์จาก ไตรเฟนิลทิน ไฮดรอกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วนจำนวนโมล | ชนิดของ NMR | (ppm) | รูปที่ |
|-------------------|-------------------|--------------------|--------|
| 3 : 1 | ^1H | 7.130–7.460 (15 H) | ข.6 |
| | ^{13}C | 128.203–136.708 | ค.6 |
| | ^{119}Sn | -120.310 | ง.6 |
| | ^{11}B | 47.07 | จ.6 |
| 3 : 2 | ^1H | 7.133–7.457 (15 H) | ข.7 |
| | ^{13}C | 128.339–136.844 | ค.7 |
| | ^{119}Sn | -120.540 | ง.7 |
| | ^{11}B | 45.64 | จ.7 |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.20 แสดง ^1H , ^{13}C , ^{119}Sn และ ^{11}B NMR ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์
 บอแรกที่สังเคราะห์จาก บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ใน
 อัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วนจำนวนโมล | ชนิดของ NMR | (ppm) | รูปที่ |
|-------------------|---|--|------------------------------|
| 1 : 1 | ^1H ^{13}C ^{119}Sn ^{11}B | 0.896 (9 H) 1.087-1.430 (18 H) 13.706-28.062 55.885 -46.07 | ท.8 ค.8 ง.8 จ.8 |
| 1 : 2 | ^1H ^{13}C ^{119}Sn ^{11}B | 0.899 (9 H) 1.089-1.435 (18 H) 13.760-28.062 55.592 -45.33 | ท.9 ค.9 ง.9 จ.9 |
| 1 : 3 | ^1H ^{13}C ^{119}Sn ^{11}B | 0.896 (9 H) 1.084-1.430 (18 H) 13.706-28.1160 55.45 -46.07 | ท.10 ค.10 ง.10 จ.10 |
| 2 : 1 | ^1H ^{13}C ^{119}Sn ^{11}B | 0.893 (9 H) 1.081-1.433 (18 H) 13.676-27.141 55.15 -45.63 | ท.11 ค.11 ง.11 จ.11 |

ตารางที่ 3.20 (ต่อ) แสดง ^1H , ^{13}C , ^{119}Sn และ ^{11}B NMR ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์
 บอแรกที่สังเคราะห์จาก บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ใน
 อัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วนจำนวนโมล | ชนิดของ NMR | (ppm) | รูปที่ |
|-------------------|-------------------|-----------------------------------|--------|
| 2 : 3 | ^1H | 0.893 (9 H) 1.084-1.430 (18 H) | ข.12 |
| | ^{13}C | 13.706-28.062 | ค.12 |
| | ^{119}Sn | 55.450 | ง.12 |
| | ^{11}B | -45.03 | จ.12 |
| 3 : 1 | ^1H | 0.942 (9 H) 1.084-1.400 (18 H) | ข.13 |
| | ^{13}C | 13.651-28.008 | ค.13 |
| | ^{119}Sn | 55.300 | ง.13 |
| | ^{11}B | -45.31 | จ.13 |
| 3 : 2 | ^1H | 0.896 (9 H) 1.084-1.430 (18 H) | ข.14 |
| | ^{13}C | 13.760-28.224 | ค.14 |
| | ^{119}Sn | 55.553 | ง.14 |
| | ^{11}B | -45.03 | จ.14 |

ตารางที่ 3.21 แสดง ^1H , ^{13}C , ^{119}Sn และ ^{11}B NMR ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์
 บอแรกที่สังเคราะห์จาก ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วน
 จำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วนจำนวนโมล | ชนิดของ NMR | (ppm) | รูปที่ |
|-------------------|-----------------|-----------------------------------|--------|
| 1 : 1 | ^1H | 0.931 (9 H) 1.321-1.577 (18 H) | ข.15 |
| | ^{13}C | 13.651-27.412 | ค.15 |
| 1 : 2 | ^1H | 0.931 (9 H) 1.340-1.500 (18 H) | ข.16 |
| | ^{13}C | 13.706-27.520 | ค.16 |
| 1 : 3 | ^1H | 0.964 (9 H) 1.37-1.68 (18 H) | ข.17 |
| | ^{13}C | 13.706-27.466 | ค.17 |
| 2 : 1 | ^1H | 0.934 (9 H) 1.33-1.69 (18 H) | ข.18 |
| | ^{13}C | 13.706-27.466 | ค.18 |
| 2 : 3 | ^1H | 0.948 (9 H) 1.35-1.61 (18 H) | ข.19 |
| | ^{13}C | 13.706-27.574 | ค.19 |
| 3 : 1 | ^1H | 0.948 (9 H) 1.016-1.430 (18 H) | ข.20 |
| | ^{13}C | 13.706-27.845 | ค.20 |

ตารางที่ 3.21 (ต่อ) แสดง ^1H , ^{13}C , ^{119}Sn และ ^{11}B NMR ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์
 บอเรทที่สังเคราะห์จาก ไดมิทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตรา
 ส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วนจำนวนโมล | ชนิดของ NMR | (ppm) | รูปที่ |
|-------------------|-----------------|-------------------------------------|--------|
| 3 : 2 | ^1H | 0.896 (9 H) | ข.21 |
| | ^{13}C | 1.087-1.430 (18 H) 13.706-28.062 | ค.21 |

ตารางที่ 3.22 แสดง ^1H , ^{13}C , ^{119}Sn และ ^{11}B NMR ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์
 บอเรทที่สังเคราะห์จาก ไดออกทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วน
 จำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วนจำนวนโมล | ชนิดของ NMR | (ppm) | รูปที่ |
|-------------------|-----------------|---------------|--------|
| 1 : 1 | ^1H | 1.286 | ข.22 |
| | | 1.569 | |
| | | 2.174 | |
| 1 : 2 | ^1H | 1.569 | ข.23 |
| | | 2.174 | |
| 1 : 3 | ^1H | 1.280 | ข.24 |
| | | 1.574 | |
| | | 2.174 | |
| | ^{13}C | 10.378 | ค.22 |
| | | 14.085-32.017 | |

ตารางที่ 3.22 (ต่อ) แสดง ^1H , ^{13}C , ^{119}Sn และ ^{11}B NMR ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์
 บอแรกที่สังเคราะห์จาก ไดออกทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตรา
 ส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วนจำนวนโมล | ชนิดของ NMR | (ppm) | รูปที่ |
|-------------------|-----------------|---------------|--------|
| 2 : 1 | ^1H | 0.888 | ข.25 |
| | | 1.283 | |
| | ^{13}C | 14.085-32.071 | ค.23 |
| | ^{11}B | -45.40 | จ.15 |
| 2 : 3 | ^1H | 0.88 | ข.26 |
| | | 1.28 | |
| | ^{11}B | -45.10 | จ.16 |
| 3 : 1 | ^1H | 0.885 | ข.27 |
| | | 1.283 | |
| | ^{11}B | -45.40 | จ.17 |
| 3 : 2 | ^1H | 0.888 | ข.28 |
| | | 1.283 | |
| | ^{13}C | 13.944-35.124 | ค.24 |

ตารางที่ 3.23 แสดง ^1H , ^{13}C , ^{119}Sn และ ^{11}B NMR ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์
 บอแรกที่สังเคราะห์จาก 1,6-เฮกซิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ
 กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

| อัตราส่วนจำนวนโมล | ชนิดของ NMR | (ppm) | รูปที่ |
|-------------------|-----------------|---------------|--------|
| 1 : 1 | ^1H | 0.89-0.99 | ข.29 |
| | | 1.16-1.44 | |
| | ^{13}C | 13.706-28.914 | ค.25 |
| | ^{11}B | -55.5 | จ.18 |

ตารางที่ 3.24 แสดง ^1H , ^{13}C , ^{119}Sn และ ^{11}B NMR ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์
 บอแรกที่สังเคราะห์จาก 1,4-บิวทิลีน บิส-(ไดออกทิลทิน) ออกไซด์ กับ
 กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน

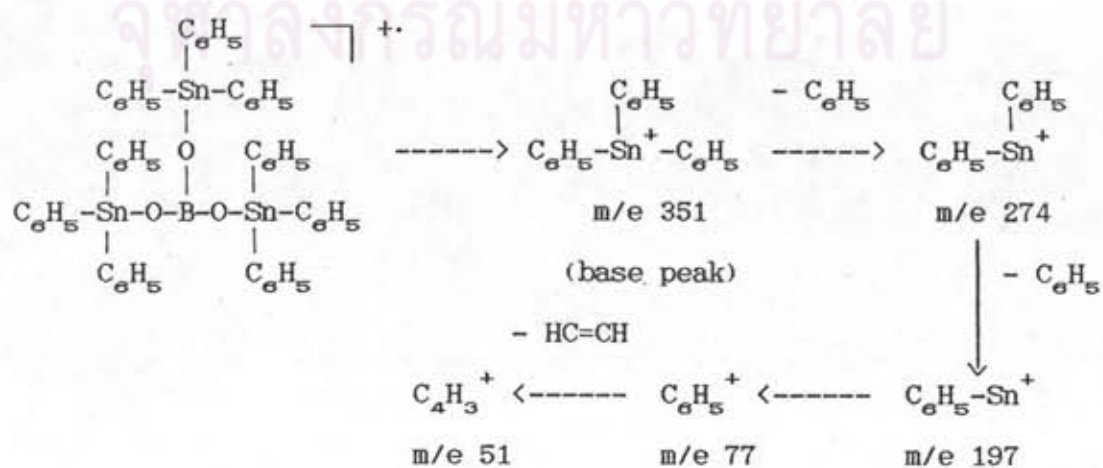
| อัตราส่วนจำนวนโมล | ชนิดของ NMR | (ppm) | รูปที่ |
|-------------------|-----------------|------------------------|--------|
| 1 : 1 | ^1H | 0.91-0.98 | ข.30 |
| | | 1.23-1.69 | |
| | ^{11}B | -47.8 | จ.19 |
| 1 : 2 | ^1H | 0.89-0.99 1.24-1.72 | ข.31 |
| 3 : 2 | ^1H | 0.88-0.98 | ข.32 |
| | | 1.30-1.69 | |

รูปที่ จ.19 จะให้สัญญาณเหมือนกับสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่สังเคราะห์จาก บิส-(ไตรนิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก

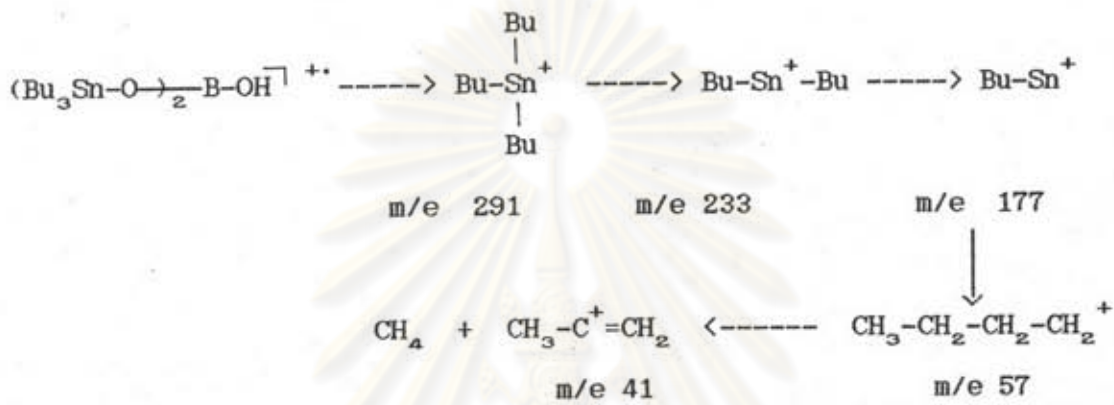
3.5 การนิสจน์เอกลักษณ์โดยใช้แมสสเปกโตรสโคปี

จากการนำสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอ เรทบางตัว ไปวิเคราะห์หาสูตร โครงสร้างของ สารโดยใช้แมสสเปกโตรสโคปี ดังรูป

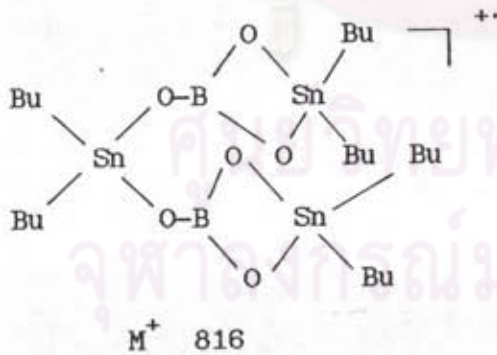
จากรูป จ.1 และ จ.2 แสดงแมสสเปกตรัมของสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอเรทที่มี สูตรโครงสร้างเป็นลักษณะเฉพาะของ ไอโซโทปที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติของดีบุก คือ มี ^{115}Sn , ^{117}Sn , และ ^{119}Sn จะเห็น ไอออนโมเลกุลที่มีดีบุกอยู่ด้วย 1 อะตอม จะให้สเปกตรัมที่มีพีคที่ M , $M+2$, $M+4$ ตามลำดับ แต่ในทางปฏิบัติจะเลือก ^{119}Sn ในการตรวจหาสูตร โครงสร้าง สำหรับสารประกอบแอโรมาติกจะมีระบบ ไออิเล็กตรอนแบบแอโรมาติก (aromatic -electron system) จึงได้ไอออนโมเลกุลที่ค่อนข้างเสถียร การที่ไอออนโมเลกุลมี เสถียรภาพสูง จึงทำให้ไออิเล็กตรอนตัวที่สองมีโอกาสหลุดออกไปจากส่วนอื่นของ ไอออนโมเลกุล ก่อนที่จะเกิดการแตกหัก ทำให้ได้ไอออนโมเลกุลที่มีประจุบวก 2 ประจุ พีคของไอออนโมเลกุล ที่มี 2 ประจุ (doubly-charged molecular ion) นี้จะเกิดขึ้นที่ $M/2$ นอกจากนี้สาร ประกอบแอโรมาติกมีพีคเป็นอนุกรมที่ค่า m/e 78, 65, 52, 39 ซึ่งจะตรงกับ $[\text{C}_n\text{H}_{2n}]^+$ โดยทั่วไป ไอออนเหล่านี้จะสูญเสียอะเซทิลีน (น้ำหนักโมเลกุล 26) ต่อไปได้อีก นอกจากพีคซึ่ง ตรงกับ $[\text{C}_n\text{H}_{2n}]^+$ แล้วยังอาจเกิดพีคซึ่งตรงกับ $[\text{C}_n\text{H}_{2n-1}]^+$ หรือ $[\text{C}_n\text{H}_{2n-2}]^+$ (ค่า m/e 77, 76, 64, 63, 51, 50, 38, 37) เกิดขึ้นด้วยหรือในบางครั้งอาจเกิดขึ้นแทน กันได้ และสามารถเกิดการแตกหักของพันธะที่ติดกับแอโรมาติก ให้เนนิลแคตไอออน (phenyl cation) ที่ไม่เสถียร และเกิดการสูญเสียอะเซทิลีน ได้ไอออน C_4H_3^+

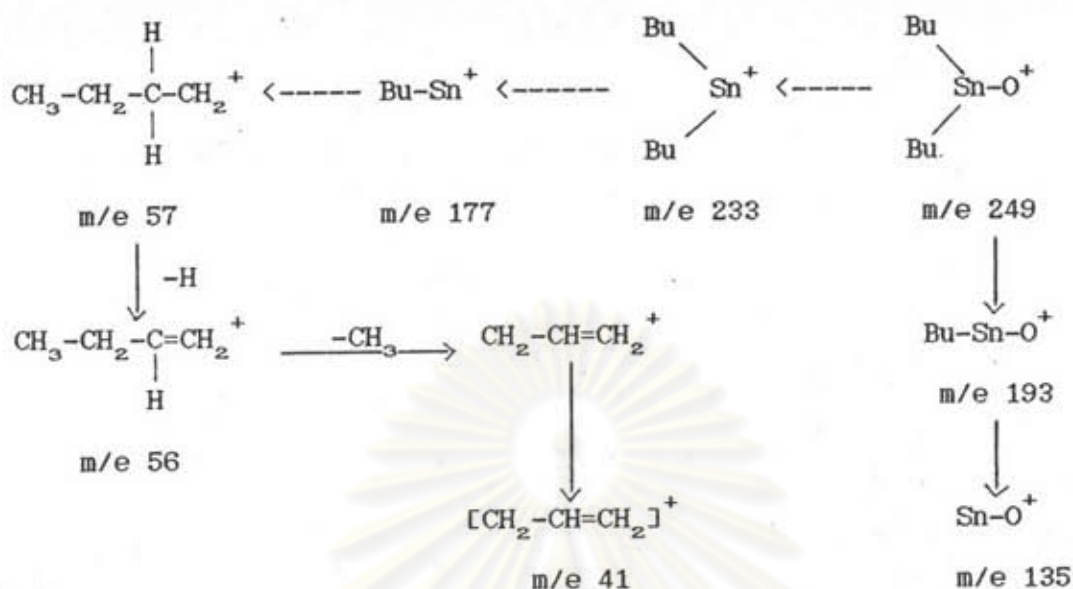


จากรูป ฉ.3 แสดงแมสสเปกตรัมของสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก อัตราส่วนจำนวนโมล 1:2 เมื่อพิจารณาจากแมสสเปกตรัม พบเบสพีคที่ m/e 291 นอกจากนี้ยังมีการแตกตัวเป็นไอออน ดังรูปแบบข้างล่างนี้



จากรูป ฉ.4 แสดงแมสสเปกตรัมของสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก ไตรบิวทิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 3:2 พบว่าเบสพีคที่ m/e 41 นอกจากนี้ยังมีการแตกตัวเป็นไอออน ดังรูปแบบข้างล่างนี้





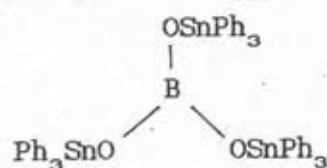
3.6 การวิเคราะห์ผล

3.6.1 สารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่เหมือนอินทรีย์สามหมู่

3.6.1.1 สารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่สังเคราะห์จาก

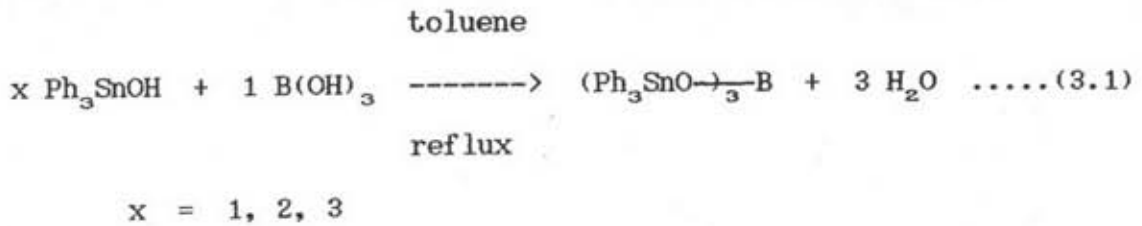
ไตรฟีนิลทิน ไฮดรอกไซด์ กับ กรดบอริก

สารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์นิเคชันระหว่าง ไตรฟีนิลทิน ไฮดรอกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 1:1, 2:1 และ 3:1 ผลการวิเคราะห์จาก IR, NMR, EA พบว่าให้สารผลิตภัณฑ์ตัวเดียวกัน คือ ทริส-(ไตรฟีนิลทิน) บอแรก มีสูตรโครงสร้างเป็น

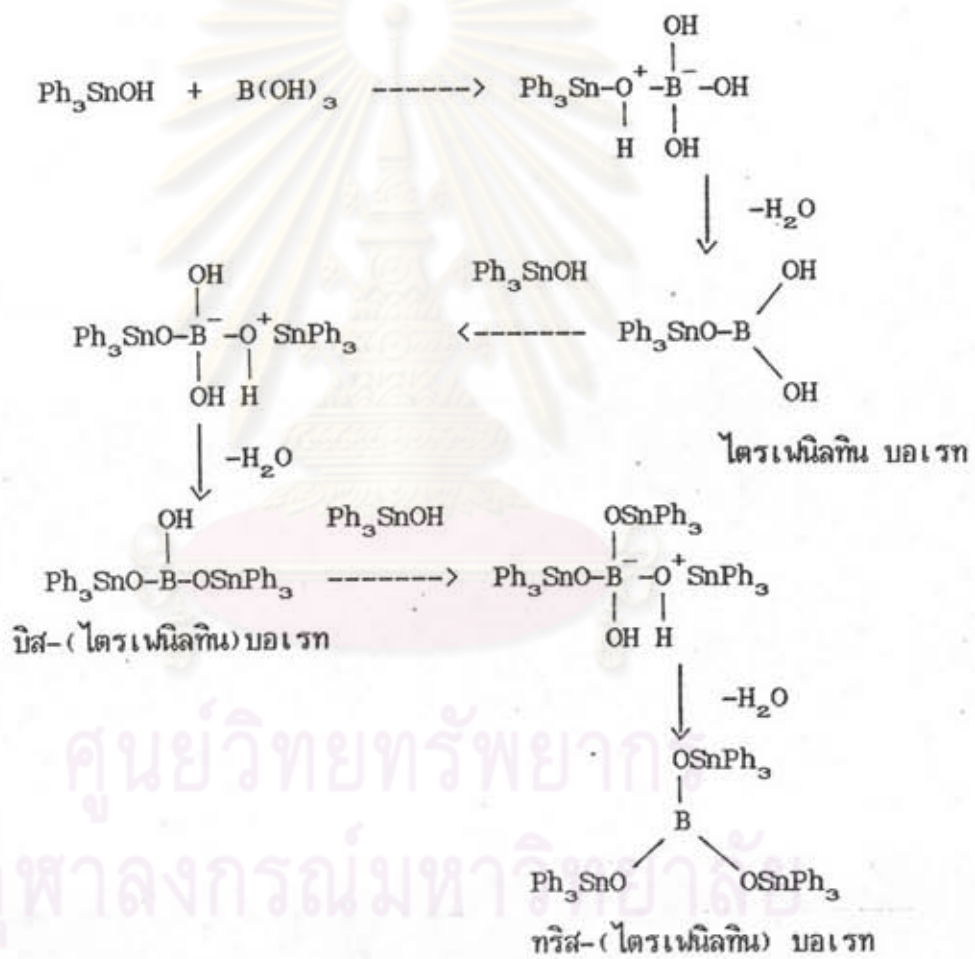


ทริส-(ไตรฟีนิลทิน) บอแรก

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปตามสมการ (3.1)

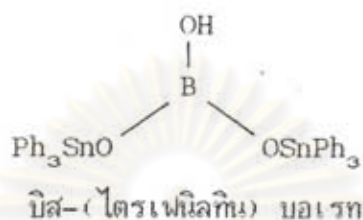


กลไกของปฏิกิริยาเป็นดังนี้

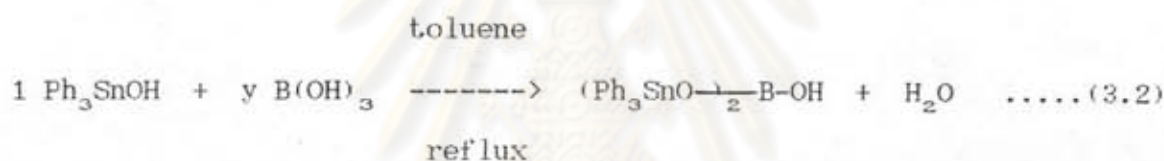


เนื่องจากกรดบอริกมีคุณสมบัติเป็นกรดเลวิส คือ สามารถรับอิเล็กตรอนคู่จากออกซิเจนของไตรฟีนิลทิน ไฮดรอกไซด์ได้ดี ดังนั้นเมื่อเกิดเป็นสารประกอบไตรฟีนิลทิน บอเรท หรือสารประกอบ บิส-(ไตรฟีนิลทิน) บอเรท ถ้าในปฏิกิริยายังคงมีไตรฟีนิลทิน ไฮดรอกไซด์ เหลืออยู่ ก็สามารถทำปฏิกิริยาต่อไปจนให้สารผลิตภัณฑ์ตัวสุดท้ายเป็น ทริส-(ไตรฟีนิลทิน) บอเรท

แต่สำหรับสารประกอบดีบุกอินทรีย์บอแรกที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน
ระหว่างไตรฟีนิลทิน ไฮดรอกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 1:2, 1:3 และ 2:3
จะให้สารผลิตภัณฑ์เป็น บิส-(ไตรฟีนิลทิน) บอแรก มีสูตรโครงสร้างเป็น



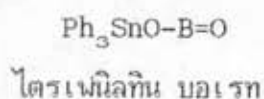
ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปตามสมการ (3.2)



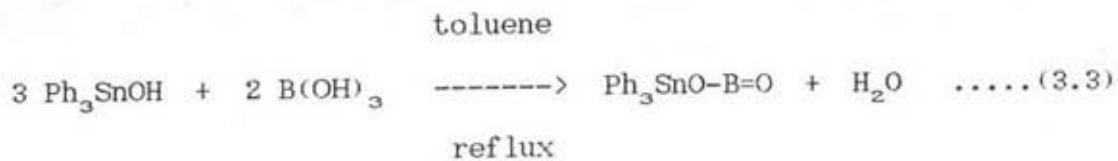
$$y = 1.5, 2, 3$$

กลไกของปฏิกิริยาจะคล้ายกับการเกิดสารประกอบทริส-(ไตรฟีนิลทิน) บอแรก แต่ที่
ไม่เกิดเป็น ทริส-(ไตรฟีนิลทิน) บอแรก เพราะในปฏิกิริยาไม่มี ไตรฟีนิลทิน ไฮดรอกไซด์ หลง
เหลืออยู่ ปฏิกิริยาจึงสิ้นสุด ให้สารผลิตภัณฑ์เป็น บิส-(ไตรฟีนิลทิน) บอแรก

ในทำนองเดียวกัน สารประกอบอินทรีย์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาเอส
เทอร์ฟิเคชัน ระหว่าง ไตรฟีนิลทิน ไฮดรอกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 3:2
ให้สารผลิตภัณฑ์เป็น ไตรฟีนิลทิน บอแรก มีสูตรโครงสร้างเป็น

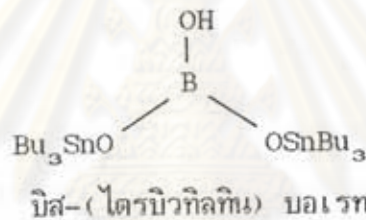


ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปตามสมการ (3.3)

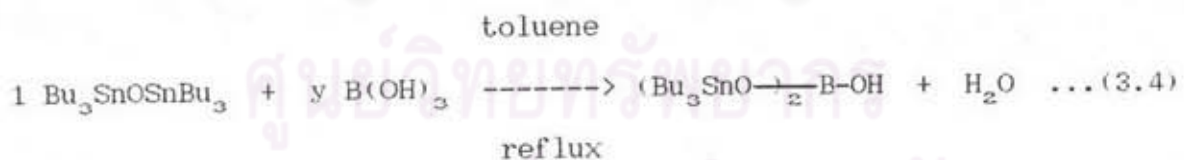


3.6.1.2 สารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอเรทที่สังเคราะห์จาก บิส-(ไตรนิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก

สารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอเรทที่เกิดจากการทำปฏิกิริยา เอสเทอร์ฟิเคชัน ระหว่าง บิส-(ไตรนิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 1:1 และ 2:3 ผลการวิเคราะห์ พบว่าให้สารผลิตภัณฑ์ คือ บิส-(ไตรนิวทิลทิน) บอเรท มีสูตร โครงสร้างเป็น

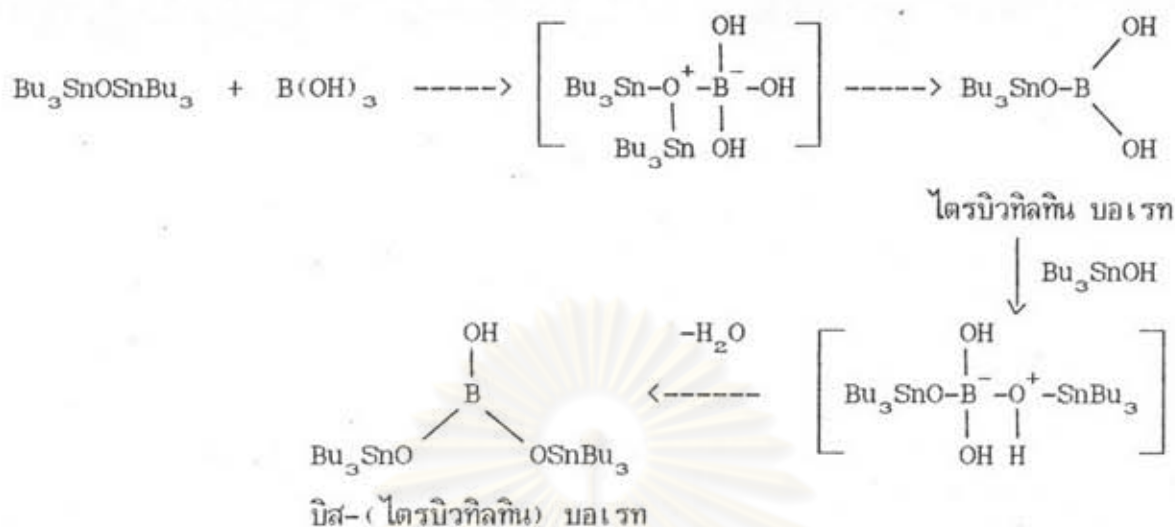


ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปตามสมการ (3.4)



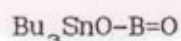
$$y = 1, 1.5$$

กลไกของปฏิกิริยาเป็นดังนี้



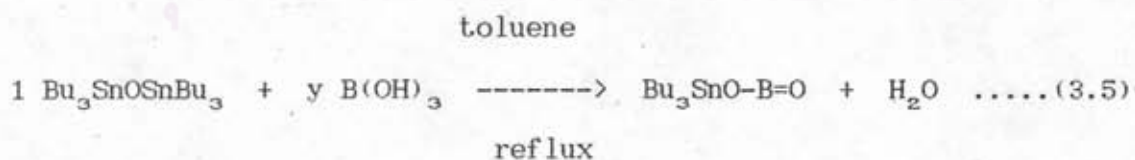
ในขั้นที่เกิดเป็นไตรบิวทิลทิน บอเรท นั้น ในปฏิกิริยาจะมี ไตรบิวทิลทิน ไฮดรอกไซด์ เกิดขึ้นด้วย ซึ่ง ไตรบิวทิลทิน ไฮดรอกไซด์ ที่เกิดขึ้นนี้ สามารถให้อิเล็กตรอนคู่แก่ ไตรบิวทิลทิน บอเรท ได้ ทำให้เกิดการสูญเสียน้ำให้สารผลิตภัณฑ์เป็น บิส-(ไตรบิวทิลทิน) บอเรท

สำหรับสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอเรทที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน ระหว่าง บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 1:2 และ 1:3 จะให้สารผลิตภัณฑ์เป็น ไตรบิวทิลทิน บอเรท มีสูตรโครงสร้างเป็น



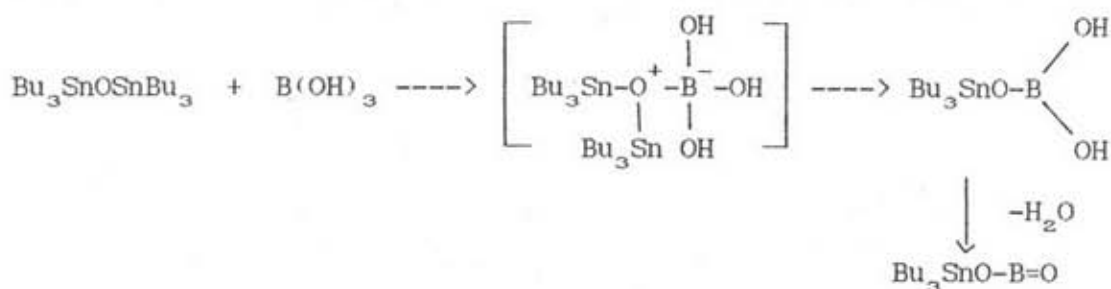
ไตรบิวทิลทิน บอเรท

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปตามสมการ (3.5)



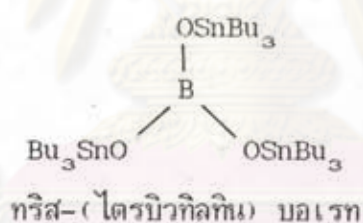
$$y = 2, 3$$

กลไกของปฏิกิริยาเป็นดังนี้

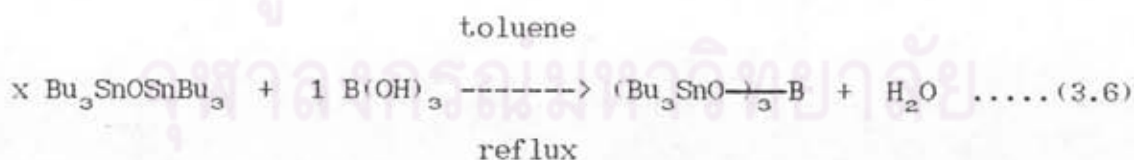


ในปฏิกิริยาดังสมการ (3.5) นั้นพบว่า จำนวนโมลของกรดบอริกมีมากกว่าจำนวนโมลของ บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ ดังนั้น กรดบอริกจึงชอบที่จะทำปฏิกิริยากับ บิส-(ไตรบิวทิลทิน) ออกไซด์ ให้ ไตรบิวทิลทิน บอเรท มากกว่า

แต่สำหรับสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอเรทที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์นิเคชันระหว่าง บิส-(ไตรบิวทิลทิน) บอเรท กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 2:1, 3:1 และ 3:2 มีสูตรโครงสร้างเป็น

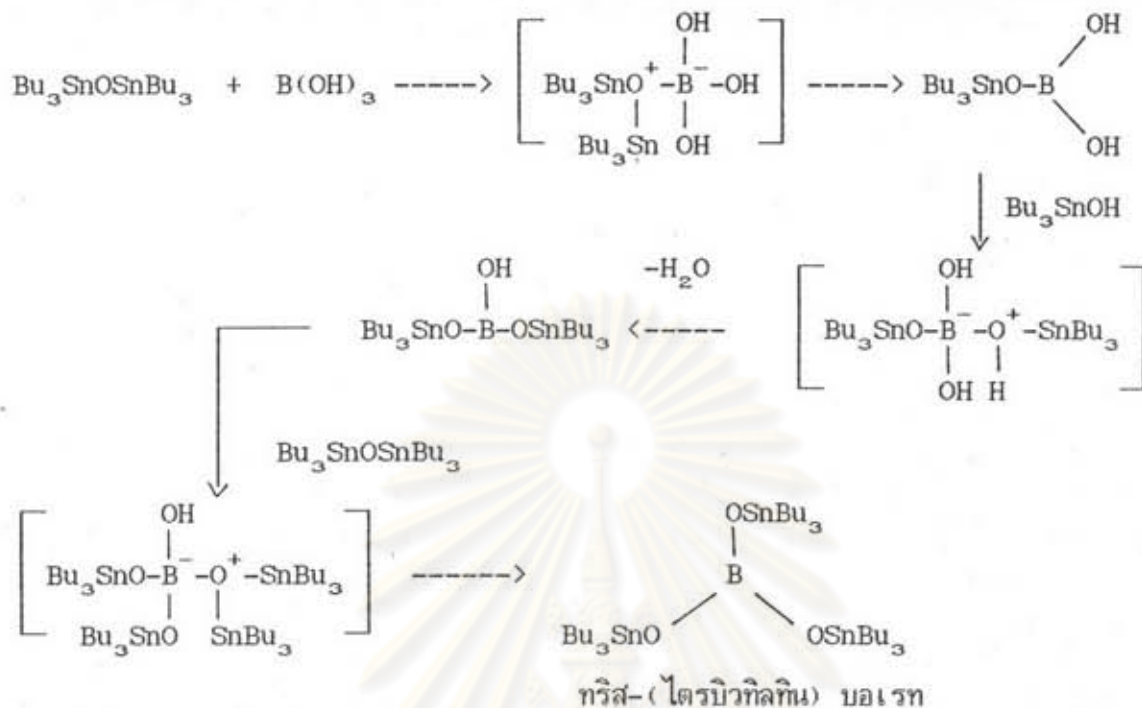


ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปตามสมการ (3.6)

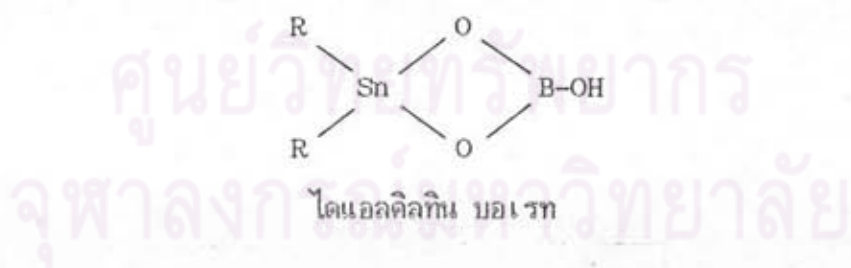


$$x = 1.5, 2, 3$$

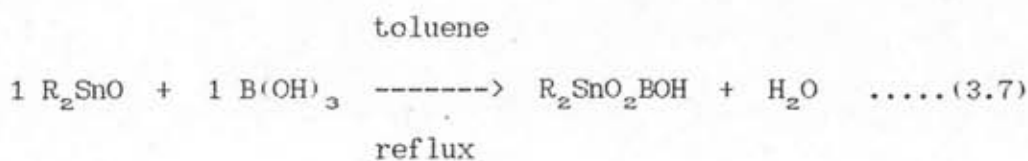
กลไกของปฏิกิริยาเป็นดังนี้



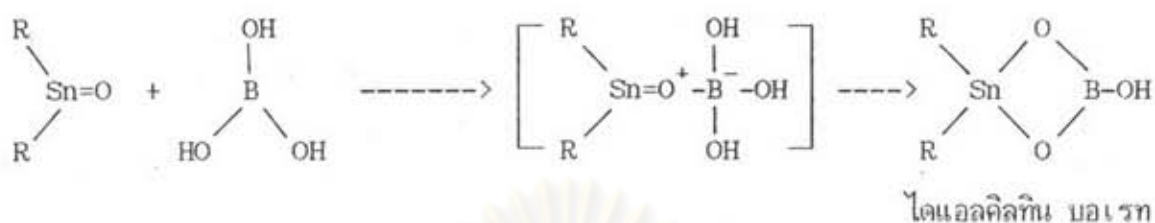
3.6.1.3 สารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอเรทที่เกิดจากการสังเคราะห์ของ ไดแอลคิลทิน ออกไซด์ (หมู่แอลคิล = หมู่บิวทิล-, หมู่ออกทิล-) ทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันกับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 1:1 จะให้สารผลิตภัณฑ์เป็น ไดแอลคิลทิน บอเรท มีสูตรโครงสร้างดังนี้



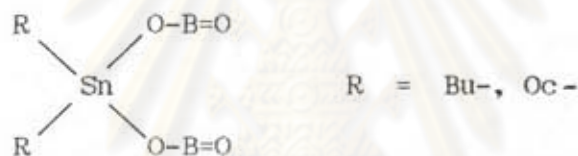
เกิดปฏิกิริยาดังสมการ (3.7)



กลไกของปฏิกิริยาเกิดขึ้นดังนี้

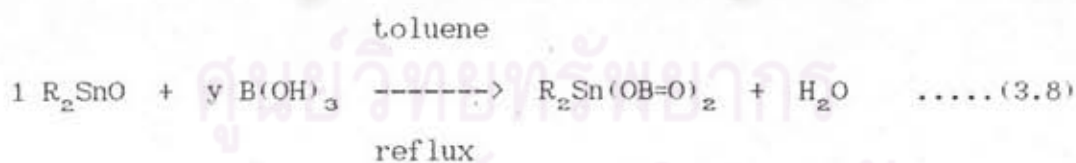


สารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอเรทที่เกิดจากการสังเคราะห์ของไดแอลคิลทิน ออกไซด์ กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 1:2, 1:3 และ 2:3 จะได้สารผลิตภัณฑ์เป็น ไดแอลคิลทิน ไดบอเรท มีสูตรโครงสร้างเป็น



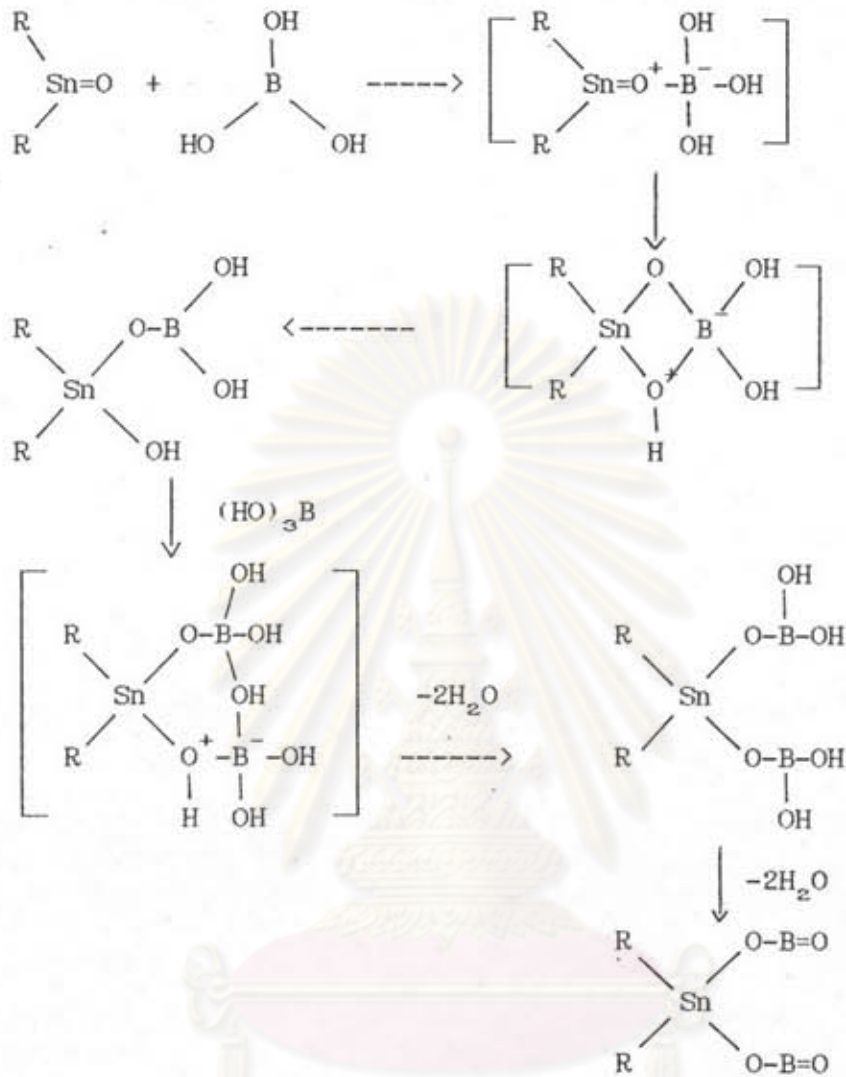
ไดแอลคิลทิน ไดบอเรท

เกิดปฏิกิริยาดังสมการ (3.8)

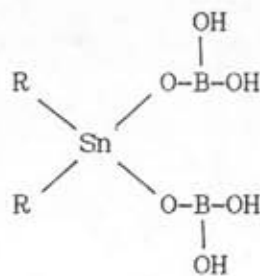


$$y = 1.5, 2, 3$$

กลไกของปฏิกิริยาเกิดขึ้นดังนี้



สารประกอบอนุพันธ์ที่บ่งชี้บอแรกที่เกิดจากการสังเคราะห์ของ ไดแอลซิลทิน ออกไซด์ (หมู่ R = หมู่บิวทิล) กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 1:3 จะได้สารผลิตภัณฑ์เป็น ไดไฮดรอกไซด์ ของ ไดแอลซิลทิน โดยบอแรก มีสูตรโครงสร้างเป็น

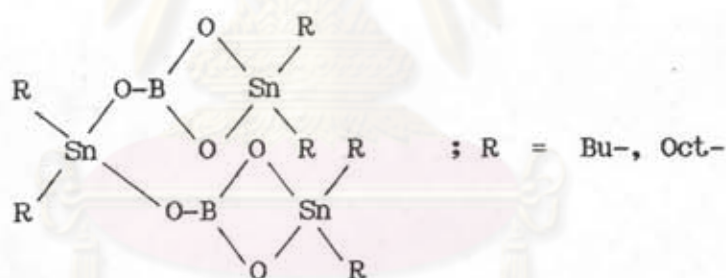


แต่ถ้าใช้ไดแอลคิลทิน ออกไซด์ ที่หมู่ R = หมู่ออกทิล กับ กรดบอริก ในอัตราส่วน
จำนวนโมล 1:2 และ 1:3 จะได้สารผลิตภัณฑ์เป็น ไดไฮดรอกไซด์ ของ ไดแอลคิลทิน
ไดบอเรท และถ้าใช้อัตราส่วนจำนวนโมล 2:3 จะให้สารผลิตภัณฑ์คือ ไดแอลคิลทิน ไดบอเรท

เมื่อเปรียบเทียบ เปอร์เซนต์ผลผลิต ระหว่าง สารประกอบดีบุกอินทรีย์บอเรทที่
สังเคราะห์จากไดบิวทิลทิน ออกไซด์ กับ ไดออกทิลทิน ออกไซด์ พบว่า สารประกอบดีบุกอินทรีย์
บอเรทที่สังเคราะห์จาก ไดออกทิลทิน ออกไซด์ จะให้ เปอร์เซนต์ผลผลิต ต่ำกว่า ทั้งนี้เป็นเพราะ
steric effect

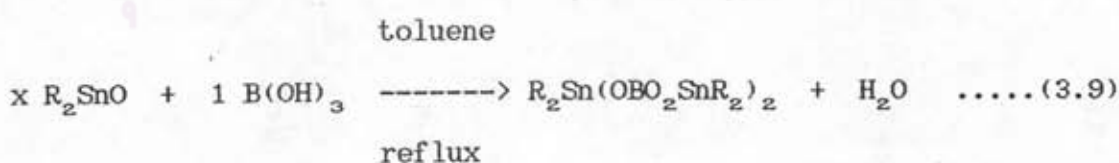
เมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้มากกว่า 160°C และ/หรือ เพิ่มเวลาให้มากกว่า 2 ชั่วโมง พบว่า
จะเกิดการสูญเสียไปให้ ไดแอลคิลทิน ไดบอเรท ได้เหมือนกัน

สารประกอบอนินทรีย์ดีบุกอินทรีย์บอเรทที่เกิดจากการสังเคราะห์ของไดแอลคิลทิน ออกไซด์
กับกรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 2:1, 3:1 และ 3:2 ให้สารผลิตภัณฑ์เป็น ทริส-
(ไดแอลคิลทิน) ไดบอเรท มีสูตรโครงสร้างเป็น



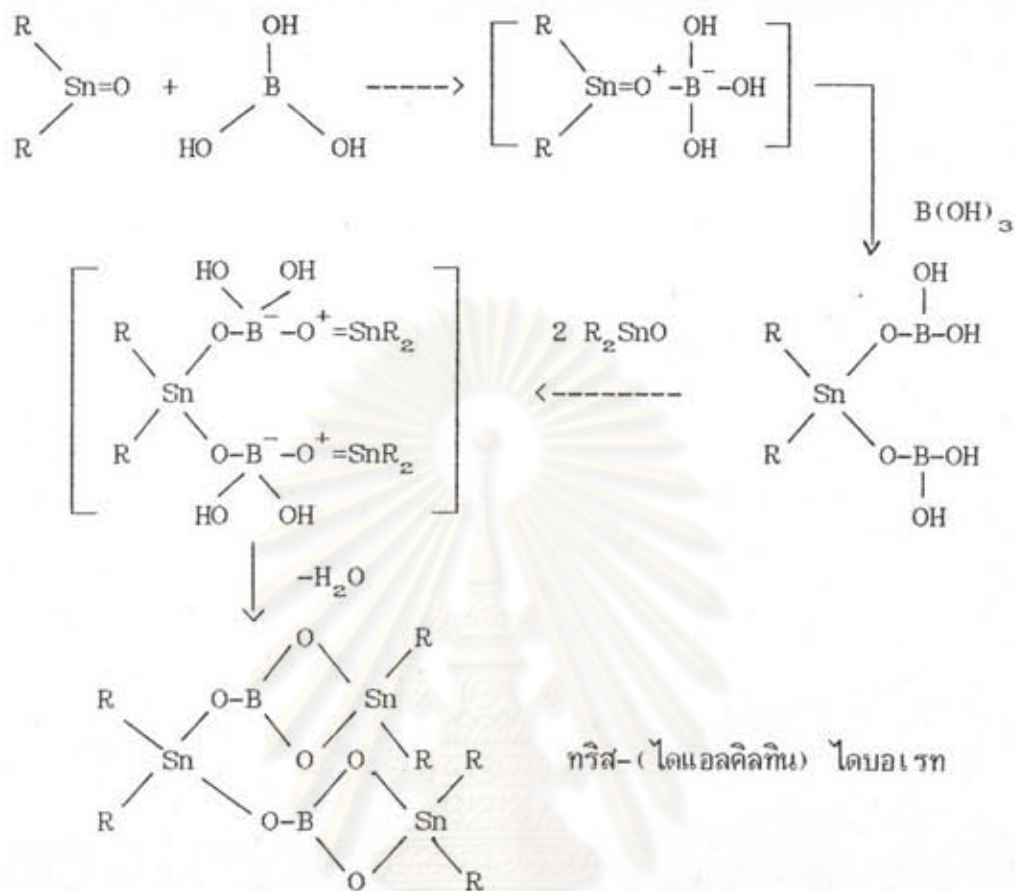
ทริส-(ไดแอลคิลทิน) ไดบอเรท

เกิดปฏิกิริยาดังสมการ (3.9)

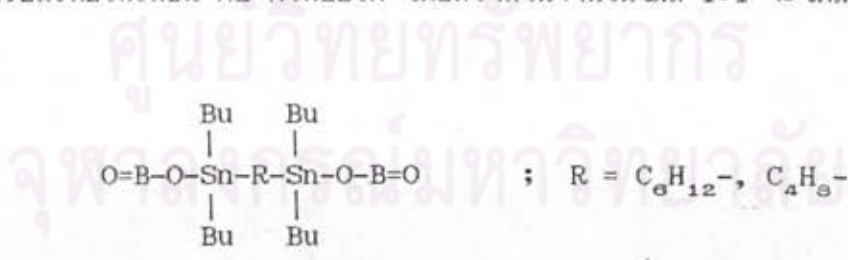


$$x = 1.5, 2, 3$$

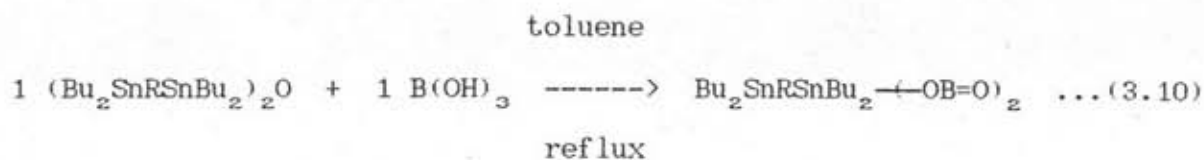
กลไกของปฏิกิริยาเป็นดังนี้



3.6.1.4 สารประกอบดีบุกอินทรีย์บอเรทที่เกิดจากการสังเคราะห์ของ 1,6-เฮกซิลีน บิส-(ไดนิวทิลทิน) ออกไซด์ หรือ 1,4-นิวทิลีน บิส-(ไดนิวทิลทิน) ออกไซด์ ทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 1:1 จะให้สารผลิตภัณฑ์คือ



ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปตามสมการ (3.10)

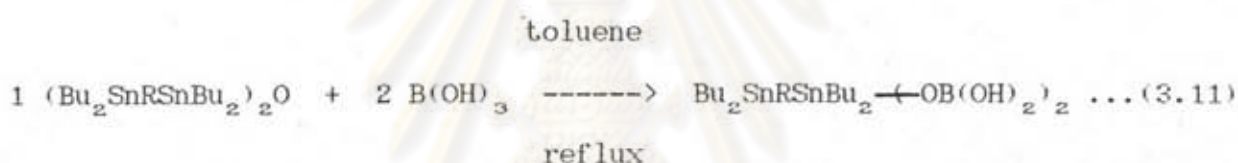


กลไกของปฏิกิริยานี้จะเกิดขึ้นในลักษณะเดียวกัน

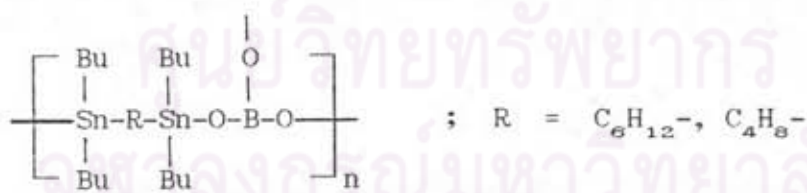
สำหรับสารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่เกิดจากการสังเคราะห์ของ 1,6-เฮกซิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ หรือ 1,4-บิวทิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ ทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 1:2 จะให้สารผลิตภัณฑ์คือ



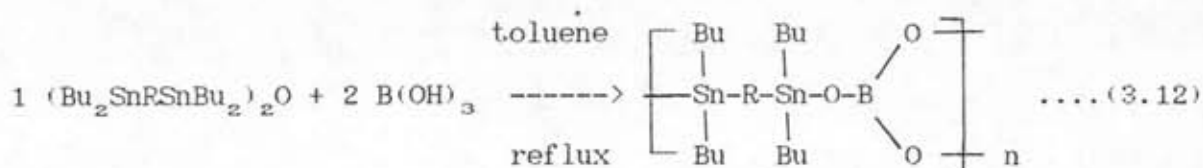
ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปตามสมการ (3.11)



สารประกอบอนุพันธ์ดีบุกอินทรีย์บอแรกที่เกิดจากการสังเคราะห์ของ 1,6-เฮกซิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ หรือ 1,4-บิวทิลีน บิส-(ไดบิวทิลทิน) ออกไซด์ ทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน กับ กรดบอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมล 3:2 จะให้สารผลิตภัณฑ์ คือ



ปฏิกิริยาเป็นไปตามสมการ (3.42)



กลไกของปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นในลักษณะทำนองเดียวกัน