



บทที่ 2

อุปกรณ์และการทดลอง

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

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

2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. สารประกอบดีบุกอินทรีย์ ไดแอกซ์ ไตรเนโนลกิโนไซด์ , บิส-(ไตรบิวติลกิโนไซด์ , ไตรบิวติลกิโนออกไซด์ , ไตรบิวติลกิโนไดคลอไรด์ , ไตรออกติลกิโนออกไซด์ , 1,4-ไดคลอโรบิวเทน , 1,6-ไดคลอโรเชกเซน รีเจนท์เกรด ของบริษัท ฟลูกา

ประเทศไทย สวีสเซอร์แลนด์

2. กระบวนการวิเคราะห์ รีเอเจนท์เกรด ของบริษัท ฟลุก้า ประเทศไทย สวีสเซอร์แลนด์
3. ตัวกำลังลายต่าง ๆ รีเอเจนท์เกรด เช่น เสกเชน , บีโตรเลียม อีเซอร์ , ไคลอเรียล อีเซอร์ , คลอโรฟอร์ม , ไடคลอโรเมเทน , ไชลิน , แอชิโนน , กลูอิน , 2-ไพรพานอล , นอร์แมลบิวากาโนล , เอกราโนล , เมธานอล นำไปกลั่นที่อุณหภูมิจุดเดือด ของมัน แล้วเก็บไว้ในภาชนะที่ปิดสนิท
4. แมกนีเซียม รีเอเจนท์เกรด ของ ฟลุก้า ประเทศไทย สวีสเซอร์แลนด์
5. แอนไฮดรัสเทกระ ไฮโดรฟูราน นำไปรีนลักซ์กับโลหะ ไฮเดียมเพื่อกำจัดน้ำออก ก่อนนำไปใช้
6. แอนไฮดรัสกลูอิน กำจัดน้ำออกก่อนโดยวิธีเดียวกันกับ เทกระ ไฮโดรฟูราน
7. เกล็ดไอโอดีน
8. เอชิลไบโรไมค์
9. แอนโนเนียมคลอไรด์

2.3 วิธีการทดลอง

2.3.1 เตรียมจากไตรเคนอลกินไฮดรอกไซด์ กำปฏิกริยาเอสเทอโรฟิโนเช็น กับ กรรม บอริก ในอัตราส่วนจำนวนโมลเป็น 1:1

ใส่ไตรเคนอลกินไฮดรอกไซด์ 2.09 กรัม (0.0057 โมล) และกระบวนการวิเคราะห์ 0.36 กรัม (0.0057 โมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 150 มลลิลิตร ที่มีแอนไฮดรัสกลูอิน 50 มลลิลิตร นำไปกลั่นรีนลักซ์ที่อุณหภูมิ 140–160 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งการวนอยู่ตลอดเวลา ประมาณ 1 ชั่วโมง จะเห็นว่ามีน้ำออกมารีดึงน้ำที่เกิดจากปฏิกริยานี้จะถูกแยกออกมานำไปใช้ใน เครื่องเก็บน้ำ Dean Stark และเพื่อให้ปฏิกริยาเกิดสมบูรณ์ ควรกลั่นรีนลักซ์ต่ออีก 1 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปกรองเอากรรมบอริกที่เหลือจากปฏิกริยา ออก นำสารละลายที่กรองได้ไปกลั่นแยกจากกลูอินออก จะได้สารที่หลงเหลืออยู่ในขวดก้นกลม เป็นของแข็งสีขาว นำไปตกผลึกโดยใช้ อีเซอร์เป็นตัวกำลังลาย ให้ผลึกสีขาว

จากนั้น ทำการทดลองเช่นเดียวกันทั้งหมด 2.3.1 โดยใช้อัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน ดังตารางข้างล่างนี้

อัตราส่วน จำนวนโมล	น้ำหนักที่ใช้ในการทดลองของ ไตรเบนิลกิน ไซดรอคไซด์ กرام(โมล) : กรณบอริก กرام(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 บีส-(ไตรบิวทิลกิน) ออกไซด์ ทำปฏิกิริยาเอสเทอราฟิเดชันกับ กรณบอริกในอัตราส่วนจำนวนโมลเป็น 1:1

ใส่ บีส-(ไตรบิวทิลกิน) ออกไซด์ 1.98 กรัม (0.0033 โมล) และกรณบอริก 0.21 กรัม (0.0033 โมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 150 มิลลิลิตร ที่มีแอนไฮดรัสติกโซลูชัน 50 มิลลิลิตร นำไปกลั่นรีฟลักร์ที่อุณหภูมิ 140-160 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งการวนอยู่ตลอดเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง จะเห็นว่ามีน้ำออกมา ซึ่งน้ำที่เกิดจากปฏิกิริยานี้จะถูกแยกออกมาเก็บไว้ในเครื่องเก็บน้ำ Dean Stark และเพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ ควรกลั่นรีฟลักร์ต่ออีกใช้เวลาประมาณ 1/2 - 1 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปกรองเอากรณบอริกที่เหลือออกจากปฏิกิริยาออก นำสารละลายที่กรองได้ไปกลั่นแยกเอาทักษะออก จะได้สารที่หลงเหลืออยู่ในขวดก้นกลมเป็นของเหลวสีขาว

จากนั้นทำการทดลองเช่นเดียวกับ หัวข้อ 2.3.2 โดยใช้อัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน ดังตารางด้านล่างนี้

อัตราส่วน จำนวนโมล	น้ำหนักที่ใช้ในการทดลองของ บิส-(ไดบิวทิน) ออกไซด์ กัรบม(โมล) : กรดอะริก กัรบม(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 เตรียมจากไดบิวทิน ออกไซด์ทำปฏิกิริยาเขสเทอฟิโนเจชันกับกรดอะริกใน อัตราส่วนจำนวนโมล 1:1

ใส่ไดบิวทิน ออกไซด์ 2.07 กรัม (0.0083 โมล) และกรดอะริก 0.52 กรัม (0.0083 โมล) ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 150 มิลลิลิตรที่มีแอนไฮดรัสตอกลูอิน 30 มิลลิลิตร นำไปกลั่นเรฟลักษ์ที่อุณหภูมิ 140-160 องศาเซลเซียส พร้อมกับการอยู่ตลอดเวลา ประมาณ 1 ชั่วโมง จะเห็นว่ามีน้ำออกมา ซึ่งน้ำที่เกิดจากปฏิกิริยานี้จะถูกแยกออกมานำไปไว้ในเครื่องเก็บน้ำ Dean Stark และเพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ ควรกลั่นเรฟลักษ์ต่ออีกใช้เวลาประมาณ 1/2 - 1 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปกรอกເเอกสารดูอะริกที่เหลือจากปฏิกิริยาออก นำสารละลายที่กรองได้ไปกลั่นแยกເเอกสารกลูอินออก จะได้สารที่หลงเหลืออยู่ในขวดก้นกลมเป็นของแท้สีขาว นำไปตากผึ้งในเม็ดนอล

จากนั้น ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 2.3.3 โดยใช้อัตราส่วนจำนวนโมลต่าง ๆ กัน ดังตารางด้านล่างนี้

อัตราส่วน จำนวนไมล	น้ำหนักที่ใช้ในการทดลองของ ไคบิวทิกิโน ออกไซด์ กรัม(ไมล) : กรดบอริก กรัม(ไมล)
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 เตรียมจากไคบิวทิกิโน ออกไซด์ทำปฏิกิริยาและเทอรินิเคชันกับกรดบอริกในอัตราส่วนจำนวนไมล 1:1

ใส่ไคบิวทิกิโน ออกไซด์ 2.01 กรัม (0.0055 ไมล) และกรดบอริก 0.35 กรัม (0.0055 ไมล) ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 150 มิลลิลิตรที่มีแอนไฮดรัสติกอยู่ใน 50 มิลลิลิตร นำไปกลั่นเรฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 140–160 องศาเซลเซียส พร้อมกับการอยู่ตลอดเวลา ประมาณ 1 ชั่วโมง จะเห็นว่ามีน้ำออก ซึ่งน้ำที่เกิดจากปฏิกิริยานี้จะถูกแยกออกจากเก็บไว้ในเครื่องเก็บน้ำ Dean Stark และเพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ ควรกลั่นเรฟลักซ์ต่ออีกใช้เวลาประมาณ 1/2 – 1 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปกรอกເเอกสารดบอริกที่เหลือจากปฏิกิริยาออก นำสารละลายที่กรองได้ไปกลั่นแยกເเอกสารดลูอีกครั้ง จะได้สารที่หลงเหลืออยู่ในขวดก้นกลมเป็นของแข็งลีชารา นำไปตกผลึกในคลอร์ฟอร์ม

จากนั้น ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 2.3.4 โดยใช้อัตราส่วนจำนวนไมลต่าง ๆ กัน ดังตารางข้างล่างนี้

อัตราส่วน จำนวนไมล	น้ำทึบที่ใช้ในการทดลองของ ไดออกทิลทิน ออกไซด์ gramm(ไมล) : กรณบอริก gramm(ไมล)
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-เซกชีลีน-บิส-ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ ทำปฏิกิริยาเอสเทอเรต
ผิวเคลือน กับกรณบอริกในอัตราส่วนจำนวนไมลเป็น 1:1

ใส่ 1,6-เซกชีลีน-บิส-ไดบิวทิลทิน ออกไซด์ 1.12 gramm (0.001 ไมล)
และกรณบอริก 0.06 gramm (0.001 ไมล) ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 150 มิลลิลิตร ที่มีแอนไฮดรัส
กอลูอีน 50 มิลลิลิตร นำไปกลั่นรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 140-160 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งการวนอยู่ตลอด
เวลา ประมาณ 1 ชั่วโมงจะเห็นว่ามีน้ำออกมาก กลั่นรีฟลักซ์ต่อไปอีกประมาณ 1/2 - 1 ชั่วโมง
จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปกรอกເเอกสารดบอริกที่เหลือออก นำไปกลั่นแยกกอลูอีนออกจะได้ของแข็ง
สีขาว จากนั้นแยกผลลัพธ์ในคลอดิฟอร์ม

จากนี้ ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 2.3.5 โดยใช้อัตราส่วนจำนวนไมลต่าง ๆ
กัน ดังตารางข้างล่างนี้

อัตราส่วน จำนวนไมล	น้ำยาที่ใช้ในการทดลองของ 1,6-ເຊັກຫີລິນ-ປີສ-ໄດ້ບົວທິລທິນ ອອກໄສ່ດ ກຣມ(ໄມລ) : ກຣດອອົກ ກຣມ(ໄມລ)
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-ບົວທິລິນ-ປີສ-(ໄດ້ບົວທິລທິນ ອອກໄສ່ດ) ກຳນົງກິຈວາເອສເຖວີ
ຝເຕັ້ນກັບກຣດອອົກໃນອັດຕາສ່ວນຈຳນວນໄມລ 1:1

ໄສ 1,4-ບົວທິລິນ-ປີສ-(ໄດ້ບົວທິລທິນ ອອກໄສ່ດ) 1.07 ກຣມ (0.001 ໄມລ)
ແລະກຣດອອົກ 0.12 ກຣມ (0.001 ໄມລ) ໃສ່ລົງໃນຂວາດກັນກາລມໜາດ 150 ມິລລິລິຕົຣ ທີ່ມີແອນໄສດວັສ
ກອລູອືນ 50 ມິລລິລິຕົຣ ນໍາໄປກຳລັ້ນຮັບລັກທີ່ອຸ່ພໍ່ຫຼຸມ 140-160 ອົງສາເຊົລເຊີຍສ ພ້ອມທັງກວນອ່ອຍ່ວົດລວດ
ເວລາປະປາມານ 1 ຊົ່ວໂມງ ຈະເຫັນວ່າມີໜ້າອອກນາ ຈາກໜັກລັ້ນຮັບລັກທີ່ດ້ວຍໄປເອົກປະປາມານ 0.5-1 ຊົ່ວໂມງ
ນໍາສາຮະລາຍທີ່ໄດ້ໄປກrongເຂາກຣດອອົກທີ່ເຫັນວ່າມີໜ້າອອກນາ ນໍາໄປກຳລັ້ນແຍກກອລູອືນເອກຈະໄດ້ຂອງແໜ້ງສື່ຂາວ
ແລ້ວນໍາໄປກົມພັກໃນຄລອໂໄຟວົ່ວມ

ຈາກນັ້ນ ກຳກາຮາກດຼອງເປັນເຕີຍກັບຫັ້ວ້ອ 2.3.6 ໂດຍໃຊ້ອັດຕາສ່ວນຈຳນວນໄມລຕ່າງໆ
ກັນ ດັ່ງຕາງໆຮ້າງລ່າງນີ້

ອັດຕາສ່ວນ ຈຳນວນໄມລ	ນ້ຳໜັກທີ່ໃຊ້ໃນກາຮາກດຼອງຂອງ 1,4-ບົວທິລິນ-ປີສ-ໄດ້ບົວທິລທິນ ອອກໄສ່ດ ກຣມ(ໄມລ) : ກຣດອອົກ ກຣມ(ໄມລ)
1 : 2	1.07 (0.0010) : 0.25 (0.0020)
3 : 2	1.07 (0.0010) : 0.08 (0.0006)