

บทที่ 2

การทดลองและผลการทดลอง

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สาร

2.1.1 IR สเปกตรัม บันทึกด้วยเครื่อง UV Spectrophotometer Model 240 ซึ่งเป็นแบบ double beam spectrophotometer

2.1.2 NMR สเปกตรัม บันทึกด้วยเครื่อง Bruker AC-F 200 NMR สเปกโตรมิเตอร์ ใช้น้ำเตตระเมทิลซิลิโคน (TMS) เป็นสารอ้างอิง (references) วัดค่าเคมีคัลชิฟเป็น พี พี เอ็ม (ppm)

2.1.3 MS สเปกตรัม บันทึกด้วยเครื่อง Jeol Mass Spectrometer Model JMS-DX-300/JMA 2000 ที่ 70 อิเล็กตรอนโวลต์

2.1.4 Elemental Analysis บันทึกด้วยเครื่อง Perkin Elmer CHNO Analyzer Model 240

2.1.5 การวิเคราะห์ธาตุดีบุกด้วยเครื่อง Atomic Absorption Flame Emission Spectrophotometer Model AA-650 ของบริษัท Shimadzu

2.1.6 Melting Point บันทึกด้วยเครื่อง Fisher-John

2.2 สารเคมีที่ใช้

2.2.1 Magnesium (Mg) ความบริสุทธิ์ 99.8 %

2.2.2 Stannic chloride anhydrous (SnCl_4) 99 % MW 260.50
d₄²⁰ 2.217

2.2.3 Iodine (I) MW 126.904

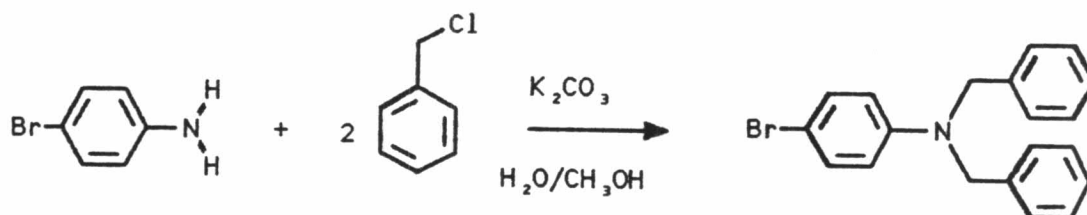
- 2.2.4 Bromo benzene (PhBr) MW 157.20 97 % d_4^{20} 1.49-1.50
 n_D^{20} 1.559-1.561
- 2.2.5 Tetraphenyltin MW 427.12 F 226-228 °C
- 2.2.6 Triphenyltin Chloride MW 385.46 F 103-106 °C 97 %
- 2.2.7 Aniline ($C_6H_5NH_2$) MW 93.13 99.5 % n_D^{20} 1.586
 d_4^{20} 1.021 bp 70-71 °C
- 2.2.8 4-chlorostyrene ($ClC_6H_4CH=CH_2$) MW 138.60 97 %
 bp 187-190 °C d_4^{20} 1.088 n_D^{20} 1.566
- 2.2.9 Dibutyltin dichloride (Bu_2SnCl_2) MW 303.83 98 %
 mp 37-40 °C
- 2.2.10 4-Bromoaniline ($BrC_6H_4NH_2$) MW 172.03 98 %
 mp 61-64 °C
- 2.2.11 Benzyl chloride ($C_6H_5CH_2Cl$) MW 126.58 99 %
 d_4^{20} 1.099-1.100
- 2.2.12 Potassium Carbonate MW 138.21
- 2.2.13 Lithium (Li) MW 6.94 99 %
- 2.2.14 Tetrakis-(4-dimethylaminophenyl)stannane MW 599.3936
- 2.2.15 4-Bromo N,N-dimethylaniline ($BrC_6H_4N(CH_3)_2$)
 MW 200.09 bp 264 °C mp 54-55 °C
- 2.2.16 Diphenyltin dichloride MW 343.81 mp 41-43 °C
 bp 333-337 °C 96 %
- 2.2.17 4-Bromo-nitrobenzene ($BrC_6H_4NO_2$) MW 202.01
 mp 127 °C
- 2.2.18 4-Bromophenol (BrC_6H_4OH) MW 173.01 mp 61-65 °C
- 2.2.19 Formic acid ($HCOOH$) MW 46.03 98% H_2O 2% mp > 4 °C
 bp 90-101 °C d_4^{20} 1.22 n_D^{20} 1.371
- 2.2.20 Stannous chloride anhydrous ($SnCl_2$) MW 189.60 98 %

2.2.21 Triethylamine (CH_3CH_2)₃N MW 101.19 99 %
 d_4^{20} 0.726-0.728 bp 88-90 °C

2.2.22 Cyclohexene (C_6H_{10}) MW 82.15 bp 82-84 °C 99 %
 d_4^{20} 0.810 n_D^{20} 1.446

2.3 การสังเคราะห์

2.3.1 การสังเคราะห์ 4 bromo N,N-dibenzylaniline



ใส่ 4 bromo aniline 50 กรัม (0.2906 โมล) และโปตัสเซียมคาร์บอเนต 60 กรัม (0.4341 โมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 500 มิลลิลิตร เติมตัวทำละลายผสมระหว่างเมทานอลและน้ำกลั่นอย่างละ 150 มิลลิลิตร รวมเป็น 300 มิลลิลิตรกวนอย่างแรงด้วยแท่งคนแม่เหล็กเป็นเวลาประมาณ 30-60 นาที จากนั้นค่อยๆหยด benzylchloride 86 มิลลิลิตร (0.738 โมล) พร้อมทั้งกวนอย่างแรงและกลั่นรีฟลักซ์ในอ่างน้ำมันร้อนเป็นเวลานาน 2 วันกรองเอาผลึกที่ได้ไปตกผลึกใหม่ในตัวทำละลายผสม ไดคลอโรมีเทนและเมทานอล จะได้ 4-bromo N,N-dibenzylaniline 71.00 กรัม (0.2906 โมล) (ประมาณ 69.35 เปอร์เซ็นต์)

การตกผลึกใหม่ทำโดยการละลายด้วย ไดคลอโรมีเทน ในปริมาณที่น้อยที่สุดแล้วค่อยๆเติมเมทานอล พร้อมทั้งอุ่นสารละลาย แล้วค่อยๆทิ้งให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิเย็นด้วยน้ำแข็ง สารที่ได้เป็นผลึกรูปเข็มใส ละลายได้ดีในไดคลอโรมีเทน จุดหลอมเหลว 126-126.5 °C

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr, cm^{-1}) (รูปที่ 5) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 3100-3000(C-H aromatic stretch), 2920-2800(C-H aliphatic stretch), 1590 (C=Cวงเบนซีน), 1250-1210 (CH_2 vibration), 800 (para-disubstitued aromatic), 730, 690 (mono-substitued aromatic)

โปรตอน-1 NMR ($CDCl_3, \delta$ ppm) (รูปที่ 6) 7.2-7.4 (m, 12H, อะโรมาติก), 6.6 (d, 2H, อะโรมาติก), 4.6 (s, 4H, $-CH_2$)

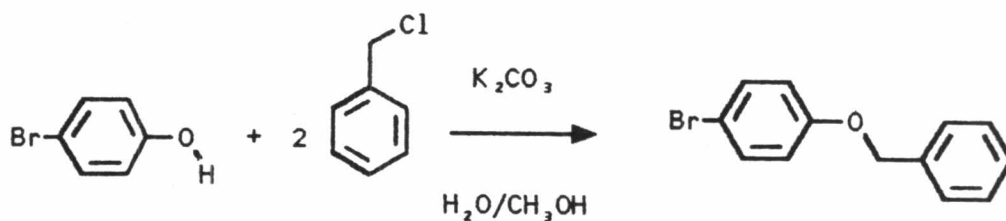
คาร์บอน-13 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 7) 148.05 (1C), 137.98 (2C), 131.86 (2C), 128.71 (4C), 127.03(2C), 126.49(4C), 114.14 (2C), 108.61 (1C), 78.44, 76.98, 75.57(CDCl_3), 54.39(2C)

แมสสเปกตรัม (70 eV, m/e) (รูปที่ 8) พบ M^+ ที่ 352.28, ($\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{BrN}$)
 พิกการแตกตัวที่ 272.38 ($\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{N}$), 261.16 ($\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{BrN}$), 91.13 (C_7H_7), และ
 77.11 (C_6H_5)

การวิเคราะห์ธาตุ

	%C	%H	%N
จากการคำนวณ	68.19	5.15	3.98
จากการวิเคราะห์จริง	68.40	5.22	4.17

2.3.2 การเตรียมสารประกอบ para-bromophenylbenzylether



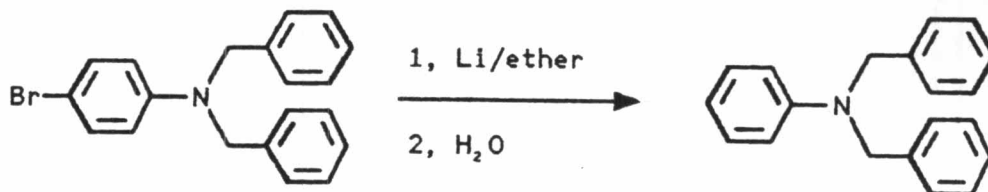
ชั่ง 4-bromophenol 5 กรัม (2.890×10^{-2} โมล) ผสมกับโพตัสเซียมคาร์บอเนต 5.2 กรัม (3.757×10^{-2} โมล) ละลายในเมทานอล 25 มิลลิลิตรกับน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตรคนอย่างแรงแล้วค่อยๆหยด benzylchloride 4.5 มิลลิลิตร ลงไปขณะคน แล้วทิ้งไว้พร้อมให้ความร้อนด้วยอ่างน้ำน้ำมันร้อน เป็นเวลา 6-8 ชั่วโมง สกัดด้วย ไดคลอโรมีเทน แล้วตกผลึกด้วยเมทานอลได้ผลึกไม่มีสี เป็นผลึกละเอียดมีจุดหลอมเหลว 60-61 °C วิเคราะห์ด้วย IR, NMR, และแมสสเปกโตรมิเตอร์

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr, cm^{-1}) (รูปที่ 9) 3100-3000 (C-H อะโรมาติก), 2920-2800 (C-H อะลิฟาติก), 1590-1550 (C-H วงเบนซีน), 1250-1210 (CH_2 vibration), 870-800 (para-disubstitued aromatic), 730, 690 (mono-substitued aromatic)

โปรตอน-1 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 10) 7.41-7.35 (m, 7H, อะโรมาติก), 6.87-6.82 (d, 2H, อะโรมาติก), 5.0 (s, 2H, $-\text{CH}_2-$)

แมสสเปกตรัม (70 eV, m/e) (รูปที่ 11) พบ M^+ ที่ 265.14 (isotop), 263.14 ($\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{BrO}$) พบพีคการแตกตัวที่ 172.01 ($\text{C}_6\text{H}_4\text{BrO}$), และ 91.13 (C_7H_7),

2.3.3 การเตรียม N,N dibenzylaniline เพื่อทดสอบการเกิดสารประกอบ
แอริลลิเทียม ของ 4-bromo-N,N-dibenzylaniline กับโลหะลิเทียม



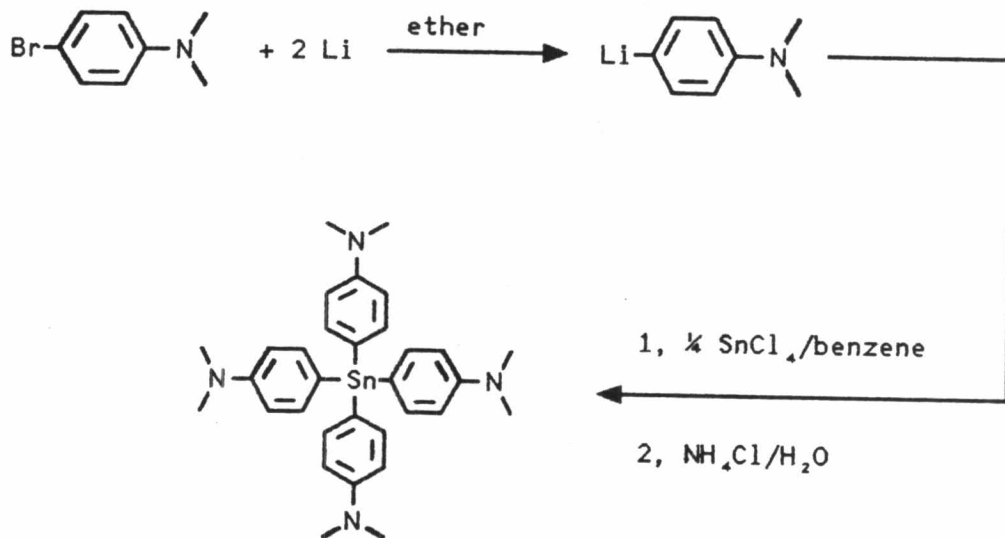
ซึ่ง 4-bromo-N,N-dibenzylaniline 2 กรัมใส่ลงในขวดแก้วกลมขนาด 250 มิลลิลิตร ใส่แอนไฮดรัสไดเอทิลอีเทอร์ เป็นตัวทำละลายโดยมีแอนไฮดรัสเทระไฮดรอปูรานปริมาณเล็กน้อยผสมอยู่ เติมโลหะลิเทียม 0.08 กรัมที่ตัดเป็นท่อนๆลงไป พร้อมทั้งคนอย่างแรงภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 6 ชั่วโมงแล้วเติมน้ำกลั่นลงไปหยุดปฏิกิริยา จากนั้นจึงสกัดด้วยคลอโรฟอร์ม แล้วทำให้แห้งด้วย แอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต ตกลึกรูปเข็ม นำไปหาจุดหลอมเหลวศึกษาโครงสร้างด้วย IR. และแมสสเปกโตรมิเตอร์

สารที่ได้เป็นผลึกรูปเข็ม มีจุดหลอมเหลว 119 °ซ

(จุดหลอมเหลวของ N,N-dibenzylaniline ตามที่มีรายงานโดยทั่วไป (Tokyo Kasei Catalog) คือ 70 °ซ)

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr, cm⁻¹) (รูปที่ 12) 3100-3000 (C-H อะโรมาติก), 3000-2800 (C-H อะลิฟาติก), 1610-1550, 1530-1460 (C=C วงเบนซีน), 810-760 (para-substitued benzene), 720,690 (mono-substitued benzene)

แมสสเปกตรัม (70 eV, m/e) (รูปที่ 13) พบ M⁺ ที่ 352 (C₂₀H₁₈BrN) (impurity จาก starting material) และ M⁺ ที่ 273 (C₂₀H₁₉N) และพบพีคการแตกตัวที่ 261.16 (C₁₃H₁₁BrN), 182.26 (C₁₃H₁₂N), และที่ 91.13 (C₆H₅N)

2.3.4 การสังเคราะห์ $(\text{Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_4\text{Sn}$ 

ใส่ 4-bromo-N,N-dimethylaniline 5 กรัม (0.0250 โมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตรจัดเครื่องมือให้ภายในเป็นบรรยากาศของไนโตรเจนเติมลิเทียม 0.35 กรัม (0.0499 โมล) ใช้แอนไฮดริสไดเอทิลอีเทอร์ในปริมาณน้อยๆ (5-10 มิลลิลิตร) เป็นตัวทำละลาย กวนอย่างแรงที่อุณหภูมิห้องประมาณ 30 นาที และอุ่นด้วยน้ำร้อนจนอีเทอร์เหลือน้อยแล้วค่อยๆ หยด stannic chloride anhydrous (1.4829 มิลลิลิตร ในเบนซีน 10 มิลลิลิตร) ลงไปพร้อมทั้งอุ่นเบาๆ ด้วยน้ำร้อนจะได้สารละลายมีสีน้ำเงิน กวนอย่างแรงพร้อมทั้งอุ่นในน้ำร้อนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้ปฏิกิริยาสมบูรณ์หลังจากนั้นหยุดปฏิกิริยาด้วยแอมโมเนียมคลอไรด์อิ่มตัวในน้ำกลั่น สกัดสารละลายทั้งหมดด้วยคลอโรฟอร์มและล้างด้วยน้ำกลั่น น้ำชั้นคลอโรฟอร์มมาระเหยตัวทำละลายออกแล้วตกผลึกใหม่ด้วย ไดคลอโรมีเทนและเมทานอล จะได้ผลึกสีขาวจุดหลอมเหลว $202-203^{\circ}\text{C}$ จำนวน 1.6 กรัม (2.6694×10^{-3} โมล) (42.74 เปอร์เซ็นต์)

จุดหลอมเหลวที่ได้จากการทดลองของ Austin, P, R.¹⁴ คือ $198-199^{\circ}\text{C}$

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr, cm^{-1}) (รูปที่ 14), 3100-3000 (C-H อะโรมาติก), 3000-2750 (C-H อะลิฟาติก), 1590,1500 (C=C ring stretch), 820-780 (para-substitued benzene)

โปรตอน-1 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 15), 7.5 (d, 2H, อะโรมาติก), 6.7(d, 2H, อะโรมาติก), 2.9(s, 6H, $-\text{CH}_3$), มีพีคแสดง Sn-H coupling ที่ ประมาณ 7.55 ของ Sn^{117} (มีค่า $J=2.25$ Hz) และที่ 7.60 ของ Sn^{119} (มีค่า $J=3.50$ Hz)

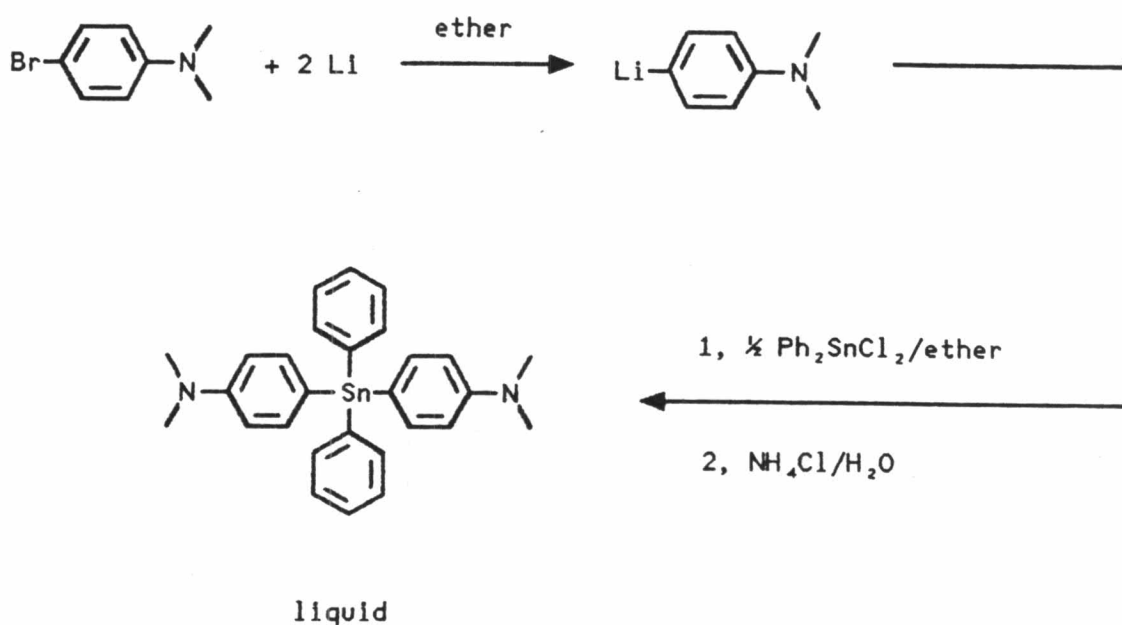
คาร์บอน-13 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 16) 150.60 (4C), 128.98 (8C), 116.58 (4C), 112.62 (8C), 78.66, 77.25, 75.84 (CDCl_3), 40.57-40.95 มีพีคแสดง Sn-C coupling แต่มีขนาดเล็กมากไม่สามารถหาค่า J ได้

แมสสเปกตรัม (70 eV, m/e) (รูปที่ 17) พบ M^+ ที่ 599.39 ($\text{C}_{32}\text{H}_{40}\text{N}_4\text{Sn}$), พบการแตกตัวที่ 479.22 ($\text{C}_{24}\text{H}_{30}\text{N}_3\text{Sn}$), 359.04 ($\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{Sn}$), 238.87 ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{NSn}$), และ 120.18 ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}$)

เอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (รูปที่ 18) พบเอกลักษณ์ของ ดีบุก

2.3.5 การสังเคราะห์ $(\text{Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_2\text{SnPh}_2$

2.3.5.1 การสังเคราะห์ $(\text{Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_2\text{SnPh}_2$ แล้วหยุดปฏิกิริยาด้วยแอมโมเนียมคลอไรด์ในน้ำ



ใส่ 4-bromo N,N-dimethylaniline 12 กรัม (5.9973×10^{-2} โมล) ลงในขวดก้นกลม 250 มิลลิลิตร จัดระบบให้เป็นบรรยากาศของไนโตรเจนเติมแอนไฮดริสไดเอทิลอีเทอร์ 30 มิลลิลิตร เป็นตัวทำละลายใส่ลิเทียม 0.87 กรัม (0.126 mol) ที่ตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ ลงไป คนที่อุณหภูมิห้องประมาณ 10-15 นาที จะเกิดปฏิกิริยาสังเกตได้จากฟองที่ผุดขึ้นมาที่ลิเทียมและสารละลายขุ่นขาวอุณหภูมิต่ำด้วยน้ำร้อนประมาณ 30 นาที เติมไดเฟนิลทินไดคลอไรด์ 8.25 กรัม (0.0239 โมล) ในแอนไฮดริสไดเอทิลอีเทอร์และมีเบนซีนเล็กน้อย คนทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 6-8 ชั่วโมง ไสโรตรอลส์ปฏิกิริยาด้วยแอมโมเนียมคลอไรด์อิ่มตัวในน้ำกลั่น สีของสารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลมีตะกอนขาว สกัดสารละลายทั้งหมดด้วยคลอโรฟอร์ม และล้างด้วยน้ำกลั่น 3-4 ครั้ง นำชั้นคลอโรฟอร์มมากลั่น แยกตัวทำละลายออกจะได้สารละลายเหนียวสีน้ำตาลเข้ม นำสารที่ได้มาผ่านคอลัมน์อะลูมินาโดยใช้เฮกเซนต่อไดคลอโรมีเทน 4:1 เป็นตัวทำละลาย แยกเอาสารช่วงแรกออกมา แล้วระเหยตัวทำละลายออก จะได้สารเหนียวสีเหลืองอ่อนหนัก 4.8 กรัม (9.3480×10^{-3} โมล)

(38.97 เปอร์เซ็นต์)

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr, cm^{-1}) (รูปที่ 19) 3100-3000 (C-H อะโรมาติก), 3000-2750 (C-H อะลิฟาติก), 1590, 1500 (C=C ring stretch), 820-780 (para-substitued benzene), 670-770 (mono-substitued benzene),

โปรตอน-1 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 20) 7.63-7.24 (m, 14H, อะโรมาติก), 6.78-6.74 (d, 4H, อะโรมาติก), 2.95 (s, 12H, $-\text{CH}_3$), มีพีคแสดง Sn-H coupling ที่ประมาณ 7.75 ของ Sn^{117} และที่ 8.20 ของ Sn^{119} แต่เนื่องจากมีการทับกันของพีคไม่สามารถวัดค่า J ได้

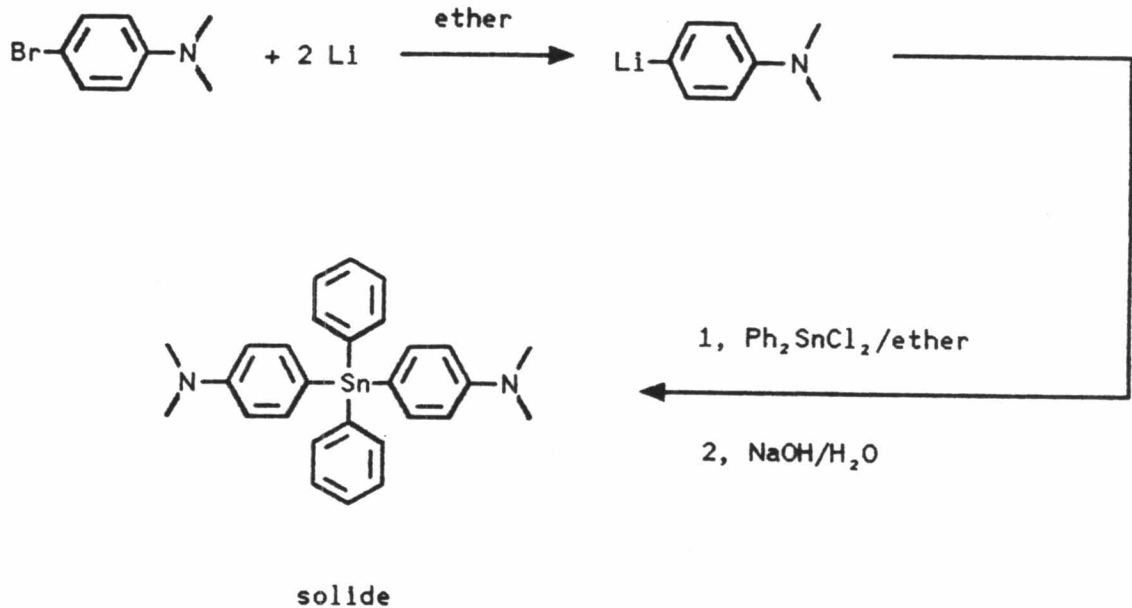
คาร์บอน-13 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 21) 151.09 (2C) 139.69 (2C), 138.27 (4C), 138.25 (4C), 129.15 (2C), 128.73, 116.81 (2C), 113.04 (4C), 40.31 (4C), มีพีคแสดง Sn-H coupling ที่บริเวณด้านข้างของพีคที่ 151.09 ของ C อะตอม ที่ต่ออยู่กับ Sn อะตอม และที่ 138.27 ของ C อะตอม ตัวถัดมา

แมสสเปกตรัม (70 eV, m/e) (รูปที่ 22) พบ M^+ ที่ 513.25 ($\text{C}_{28}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{Sn}$) พบการแตกตัวที่ 469.18 ($\text{C}_{26}\text{H}_{24}\text{NSn}$), 436.15 ($\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}_2\text{Sn}$), 393.08 ($\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{NSn}$), 238.87 ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{NSn}$),

การวิเคราะห์ธาตุ

	%C	%H	%N	%Sn
จากการคำนวณ	76.39	5.67	3.43	14.52
จากการวิเคราะห์จริง	77.68	6.12	4.56	ไม่วิเคราะห์

2.3.5.2 การสังเคราะห์ $(\text{Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_2\text{SnPh}_2$ แล้วหยุดปฏิกิริยา
ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำ



ซึ่ง 4-bromo N,N-dimethylaniline 5 กรัม (2.499×10^{-2} ๖มล) ลงในขวดกั้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร จัดระบบให้เป็นบรรยากาศของไนโตรเจนเติมแอนไฮดริสไดเอทิลอีเทอร์ 30 มิลลิลิตรเป็นตัวทำละลายใส่ลิเทียม 0.2 กรัม (0.3468 ๖มล) คนอย่างแรงที่อุณหภูมิห้อง 10-15 นาที จะเกิดปฏิกิริยาสังเกตจากฟองที่ผุดออกมาที่ลิเทียมและสารละลายขุ่นขาวอุ่นเบาๆด้วยอ่างน้ำร้อนประมาณ 30 นาที เปลี่ยนอีเทอร์เป็นเบนซีน จากนั้นจึงใส่ $\text{Me}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{Li}$ ที่เกิดขึ้นลงใน Ph_2SnCl_2 ที่ละลายใน เบนซีนและอีเทอร์ (2:1) แล้วจึงเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำกลั่นลงไป สกัดสารละลายที่ได้ด้วยไดคลอโรมีเทนแล้วตกผลึกใหม่ด้วยเมทานอลและไดคลอโรมีเทน ได้ผลึกอัญฐานสีขาวละลายได้ดีในไดคลอโรมีเทน มีจุดหลอมเหลวที่ 144-145 °๗

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr , cm^{-1}) (รูปที่ 23) 3100-3000 (C-H อะโรมาติก), 3000-2750 (C-H อะลิฟาติก), 1590, 1500 (C=C ring stretch), 820-780 (para-substitued benzene), 670-770 (mono-substitued benzene),

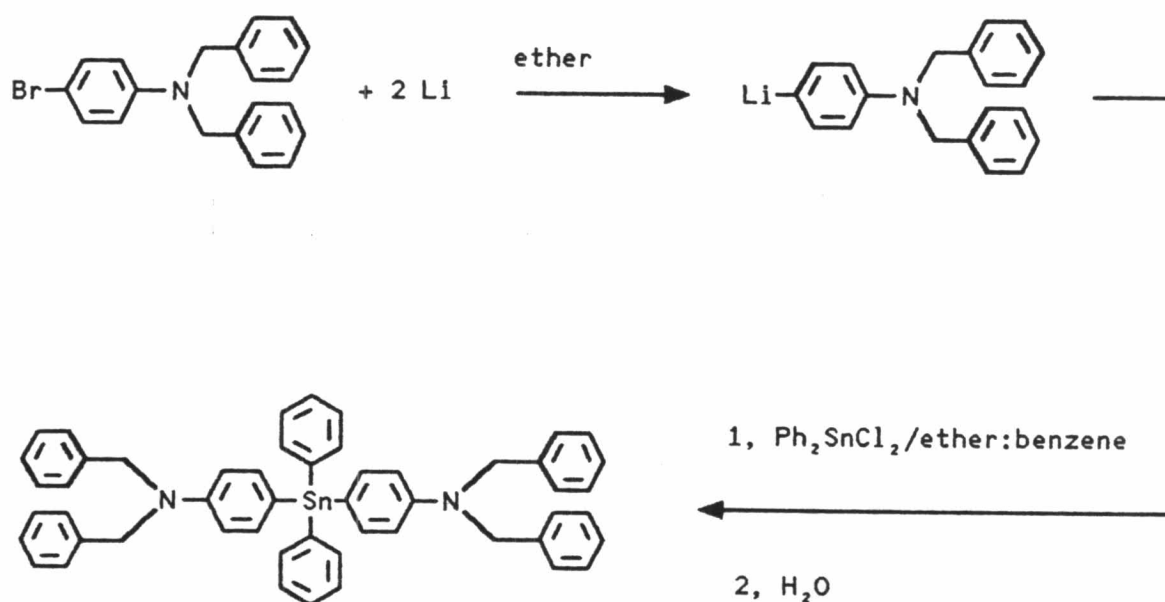
โปรตอน-1 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 24) 7.63-7.24 (m, 14H, อะโรมาติก), 6.78-6.74 (d, 4H, อะโรมาติก), 2.95 (s, 12H, $-\text{CH}_3$), มีพีค

Sn-H ที่ประมาณ 7.75 ppm แต่มีขนาดเล็ก และมีการทับกันของพีคใกล้เคียง ทำให้วัดหาค่า J ไม่ได้

คาร์บอน-13 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 25) 151.09 (2C), 139.69 (2C), 138.27 (4C), 138.25 (4C), 128.63(2C), 128.30(4C), 122.73 (2C), 112.76 (4C), 40.18 (4C), ที่ 151.09 และ 138.25 ไม่สามารถหาค่า J ของ Sn-C coupling ได้เพราะมีขนาดของพีคเล็กและมีการทับกันมาก

แมสสเปกตรัม (70 eV, m/e) (รูปที่ 26) พบ M^+ ที่ 513.25 ($\text{C}_{28}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{Sn}$) พบการแตกตัวที่ 469.18 ($\text{C}_{26}\text{H}_{24}\text{NSn}$), 436.15 ($\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}_2\text{Sn}$), 393.08 ($\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{NSn}$), 238.87 ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{NSn}$),

2.3.6 การสังเคราะห์ $\text{Ph}_2\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{NBz}_2)_2$



ใส่ 4-bromo N,N-dibenzylaniline 12 กรัม (0.0340 โมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน เติมแอนไฮดรัสเทระไฮโดรฟลูอีน 10 มิลลิลิตร และเติมแอนไฮดรัสไดเอทิลอีเทอร์ 30 มิลลิลิตร กวนสารละลายอย่างแรง เติมลิเทียมที่ตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ จำนวน 0.5 กรัม (0.0720 โมล) กวนทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 6 ชั่วโมง สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีแดงเข้ม ค่อยๆ หยดไดเฟนิลทินไดคลอไรด์ 5 กรัม (0.0145 โมล) ในแอนไฮดรัสไดเอทิลอีเทอร์ลงไป สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีเทาและจะค่อยๆ กลายเป็นสีน้ำตาลกวนอย่างแรงทิ้งไว้ที่อุณหภูมิประมาณ 70 °C เป็นเวลา 3-4 ชั่วโมง หยุดปฏิกิริยาด้วยน้ำกลั่น 20-30 มิลลิลิตร นำสารทั้งหมดมากลับใส่ตัวทำละลายพวก เทระไฮโดรฟลูอีนและไดเอทิลอีเทอร์ ออกไปแล้วสกัดสารที่เหลือด้วยคลอโรฟอร์ม แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น นำชั้นคลอโรฟอร์มไปตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมไดคลอโรมีเทนและเมทานอล จะได้ตะกอนขาวละลายได้ดินไดคลอโรมีเทน มีจุดหลอมเหลวที่ 236-240 °C น้ำหนักประมาณ 3.46 กรัม (4.2316×10^{-3} โมล) (29.10 เปอร์เซ็นต์เทียบกับไดเฟนิลทินไดคลอไรด์)

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr, cm^{-1}) (รูปที่ 27) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 3100-3000 (C-H อะโรมาติก), 2920-2800 (C-H อะลิฟาติก), 1590 (C=Cวงเบนซีน), 1250-1210 (CH_2 vibration), 800 (para-disubstitued aromatic), 730, 690 (mono-substitued aromatic)

โปรตอน-1 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 28) 4.6 (s, 8H, $-\text{CH}_2-$), 6.65-6.75 (d, 4H, อะโรมาติก), 7.1-7.4 (m, 34H, อะโรมาติก), ที่ประมาณ 7.4-7.6 มีพีคเล็กๆของ Sn-H coupling

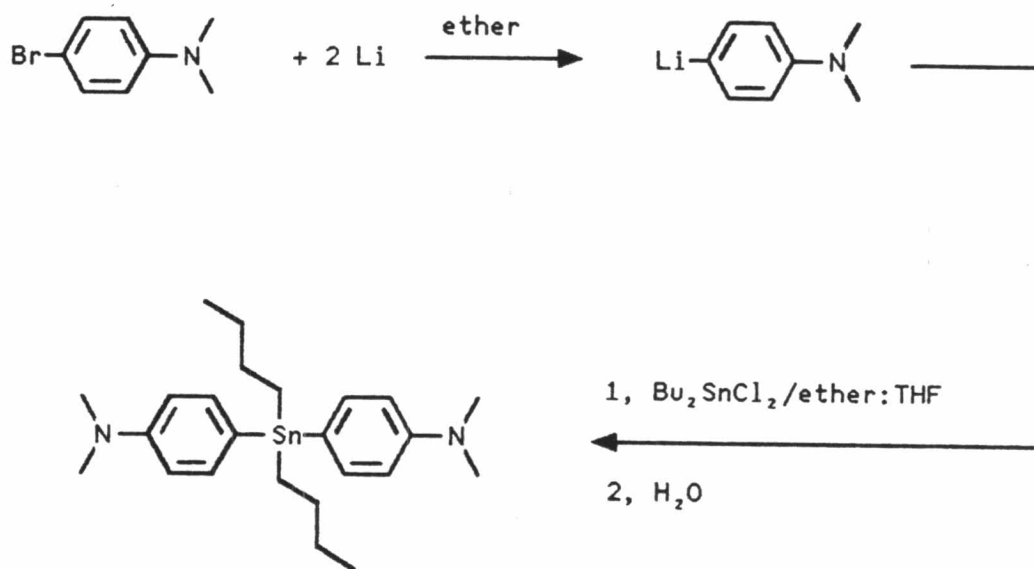
คาร์บอน-13 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 29) 138.57 (2C), 129.20 (4C), 128.61 (8C), 126.65 (8C), 112.46 (4C), 78.39, 76.97, 75.57 (CDCl_3), 54.174 (4C), เนื่องจากสัญญาณที่มีขนาดเล็กไม่สามารถเห็น Sn-C coupling ได้ชัดเจน

แมสสเปกตรัม (70 eV, m/e) (รูปที่ 30) พบ M^+ ที่ 817.65 ($\text{C}_{52}\text{H}_{46}\text{N}_2\text{Sn}$) และพบการแตกตัวที่ 740.54 ($\text{C}_{46}\text{H}_{41}\text{N}_2\text{Sn}$), 726.52 ($\text{C}_{45}\text{H}_{39}\text{N}_2\text{Sn}$), 621.38 ($\text{C}_{38}\text{H}_{32}\text{NSn}$), 545.28 ($\text{C}_{32}\text{H}_{28}\text{NSn}$), 454.14 ($\text{C}_{25}\text{H}_{21}\text{NSn}$), 363.01 ($\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{NSn}$), 272.90 ($\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{Sn}$)

การวิเคราะห์ธาตุ

	%C	%H	%N	%Sn
จากการคำนวณ	76.39	5.67	3.43	14.52
จากการวิเคราะห์จริง	77.68	6.12	4.56	ไม่ได้วิเคราะห์

2.3.7 การสังเคราะห์ $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{N}(\text{CH}_3)_2)_2$



ซึ่ง 4-bromo N,N-dimethylaniline 12 กรัม (5.9973×10^{-2} โมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจนเติมแอนไฮดรัสไดเอทิลอีเทอร์ 30 มิลลิลิตร เป็นตัวทำละลาย เติมนิเชียมตัดเป็นชิ้นเล็กๆ จำนวน 1.2 กรัม คนที่อุณหภูมิห้องจะเกิดปฏิกิริยาในเวลาประมาณ 30 นาที ถึงหนึ่งชั่วโมง แล้วจึงเปลี่ยนตัวทำละลายจากไดเอทิลอีเทอร์เป็นเบนซีนแล้วจึงเติม dibutyltin dichloride 7.29 กรัม (2.3989×10^{-2} โมล) ในเบนซีน 50 มิลลิลิตรลงไปพร้อมคนอย่างรวดเร็ว ให้ปฏิกิริยาเกิดต่อไปอีก 2-3 ชั่วโมง แล้วหยุดปฏิกิริยาด้วยน้ำกลั่น จากนั้นสกัดสารละลายทั้งหมดด้วยไดคลอโรมีเทน ล้างด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง แล้วทำให้แห้งด้วยแอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต ละเหยตัวทำละลายออกนำไปผ่าน คอลัมน์อะลูมินา โดยใช้ไดคลอโรมีเทนและเฮกเซน (3:2) เป็นตัวทำละลาย เมื่อนำไประเหยตัวทำละลายออกจะได้สารเหนียวเหลวสีขาวหนัก 10.62 กรัม (93.53 เปอร์เซ็นต์) นำไปหาโครงสร้างด้วย IR, NMR, และแมสสเปกตรัม

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr, cm^{-1}) (รูปที่ 31) 3100-3000 (C-H อะโรมาติก), 3000-2750 (C-H อะลิฟาติก), 1620-1570 (C=C ring stretch), 1400-1300 (C-N อะโรมาติก), 1250-1000 (C-N อะลิฟาติก), 820-780 (para-substituted benzenes).

โปรตอน-1 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 32) 7.62-7.90 (d, 4H, อะโรมาติก), 7.05-7.15 (d, 4H, อะโรมาติก), 3.20-3.30 (s, 12H, $-\text{CH}_3$), 1.95-2.15 (m, 4H, $-\text{CH}_2-$), 1.68-1.90 (m, 4H, $-\text{CH}_2-$), 1.55-1.68 (m, 4H, $-\text{CH}_2-$), 1.20-1.35 (t, 6H, $-\text{CH}_3$), มีพีคแสดง Sn-H coupling ที่ประมาณ 7.85 ของ Sn^{117} (มีค่า $J=2$ Hz) และที่ 7.89 ของ Sn^{119} (มีค่า $J=3$ Hz)

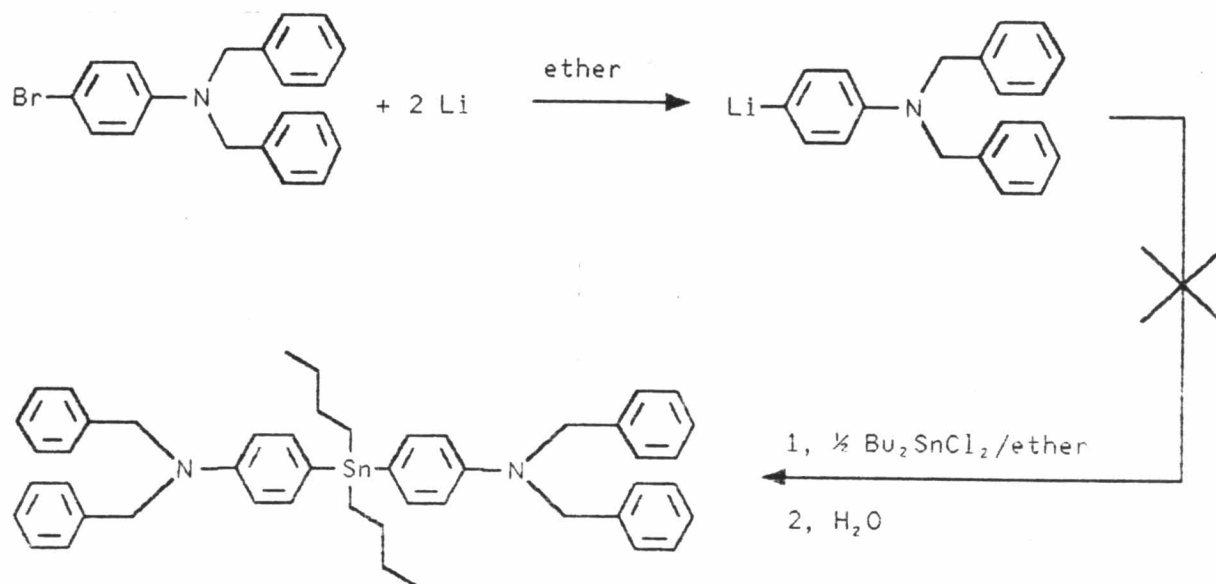
คาร์บอน-13 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 33) 150.36, 137.38, 125.16, 112.49, [77.63, 76.99, 76.36 (CDCl_3)], 39.99, 28.93, 27.28, 13.58, 10.11 ที่ 150.36, 137.38, 125.16, 112.49, มีพีค Sn-C coupling แสดงให้เห็นถึงผลของ Sn อะตอม ที่มีต่อ C อะตอม ที่ตำแหน่ง 3,1,2,4 ในวงเบนซีน

แมสสเปกตรัม (70 eV, m/e) (รูปที่ 34) พบ M^+ ที่ 473.27 ($\text{C}_{24}\text{H}_{38}\text{N}_2\text{Sn}$), นอกจากนี้ยังได้พบพีคการแตกตัวที่ 416.16 ($\text{C}_{20}\text{H}_{29}\text{N}_2\text{Sn}$), 359.04 ($\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{Sn}$), 353.10 ($\text{C}_{16}\text{H}_{28}\text{NSn}$), 295.98 ($\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{NSn}$), 238.87 ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{NSn}$) และ 120.18 ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}$)

การวิเคราะห์ธาตุ

	%C	%H	%N	%Sn
จากการคำนวณ	60.91	8.09	5.92	25.08
จากการวิเคราะห์จริง	60.96	8.79	ไม่วิเคราะห์	ไม่วิเคราะห์

2.3.8 ปฏิกิริยาระหว่าง dibutyltin dichloride กับ $Bz_2NC_6H_4Li$



ชั่ง 4 bromo N,N dibenzylaniline 6 กรัม (1.703×10^{-2} โมล) ใส่ลงในขวดกั้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร ละลายด้วยแอนไฮดรัสเททระไฮโดรฟลูอโรอานพอลให้ละลายหมด แล้วเติมแอนไฮดรัสไดเอทิลอีเทอร์ 30 มิลลิลิตร เติมลิเทียม 0.5 กรัม ที่ตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ ลงไป คนทิ้งไว้ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจนเป็นเวลา 8-10 ชั่วโมง ระหว่างนั้นสารละลายจะค่อยๆ เปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลและสีน้ำตาลแดง จนในที่สุดจะเป็นสีแดงเข้ม เมื่อได้เวลาจึงค่อยเติม dibutyltin dichloride ในแอนไฮดรัสไดเอทิลอีเทอร์ลงไป โดยค่อยๆ หยดลง สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาล หยุดปฏิกิริยาด้วยแอมโมเนียมคลอไรด์อิ่มตัวในน้ำกลั่น สารละลายจะเปลี่ยนจากสีน้ำตาลเป็นสีเขียวอ่อน สกัดด้วยไดคลอโรมีเทนล้างด้วยน้ำกลั่นและทำให้แห้งด้วย โซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส ตกผลึกจะได้ผลึกสีขาว จุดหลอมเหลว $62-63^\circ C$ นำไปวิเคราะห์ด้วย IR, NMR, และแมสสเปกตรัม

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr, cm^{-1}) (รูปที่ 35) 3100-3000 (C-H อะโรมาติก), 3000-2800 (C-H อะลิฟาติก), 1610-1550, 1530-1460 (C=C วงเบนซีน), 810-760 (para-substitued benzene), 720, 690 (mono-substitued benzene)

โปรตอน-1 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 36) 1.1-2.2 (m, $-\text{CH}_2-$, $-\text{CH}_3$), 4.9 (s, $-\text{CH}_2-$), 6.6-7.7 (m, อะโรมาติก), (สารไม่บริสุทธิ์ มี dibuthyltin dichloride ผสมอยู่)

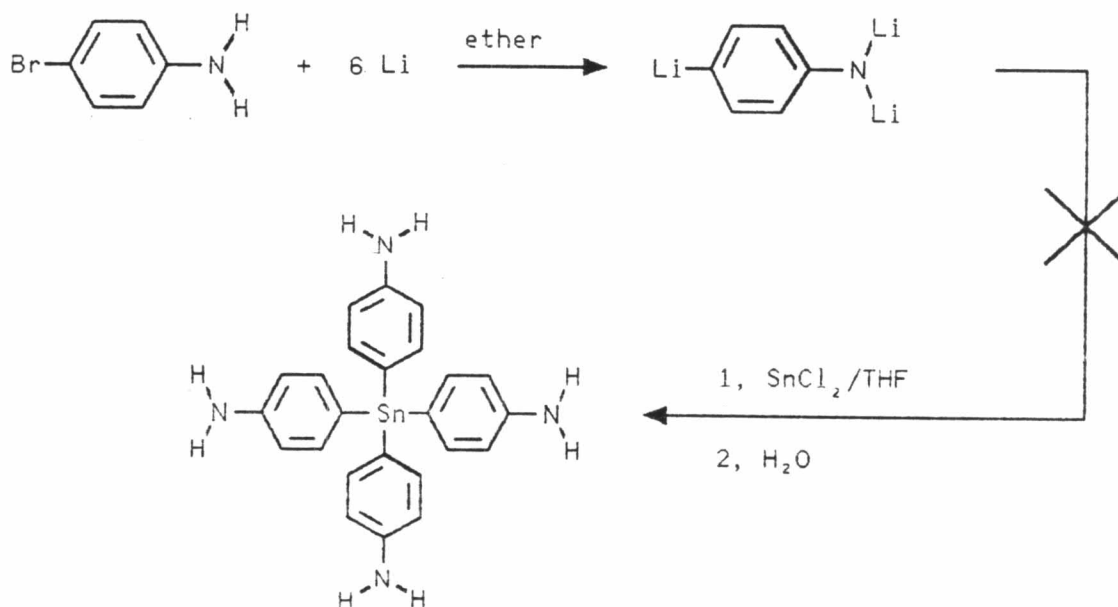
แมสสเปกตรัม (70 eV, m/e) (รูปที่ 37, 38) พบ M^+ ที่ 273.38 ($\text{C}_{20}\text{H}_{19}\text{N}$), พบการแตกตัวที่ 196.27 ($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}$), 182.25 ($\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}$), 105.14 ($\text{C}_7\text{H}_7\text{N}$), 91.13 (C_7H_7)

การวิเคราะห์ธาตุ

	%C	%H	%N	%Sn
จากการคำนวณ	74.14	7.00	3.60	15.26
จากการวิเคราะห์จริง	69.64	7.08	ไม่ได้วิเคราะห์	ไม่ได้วิเคราะห์

2.3.9 ปฏิกิริยาของสารประกอบ $\text{Li}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{Li}$

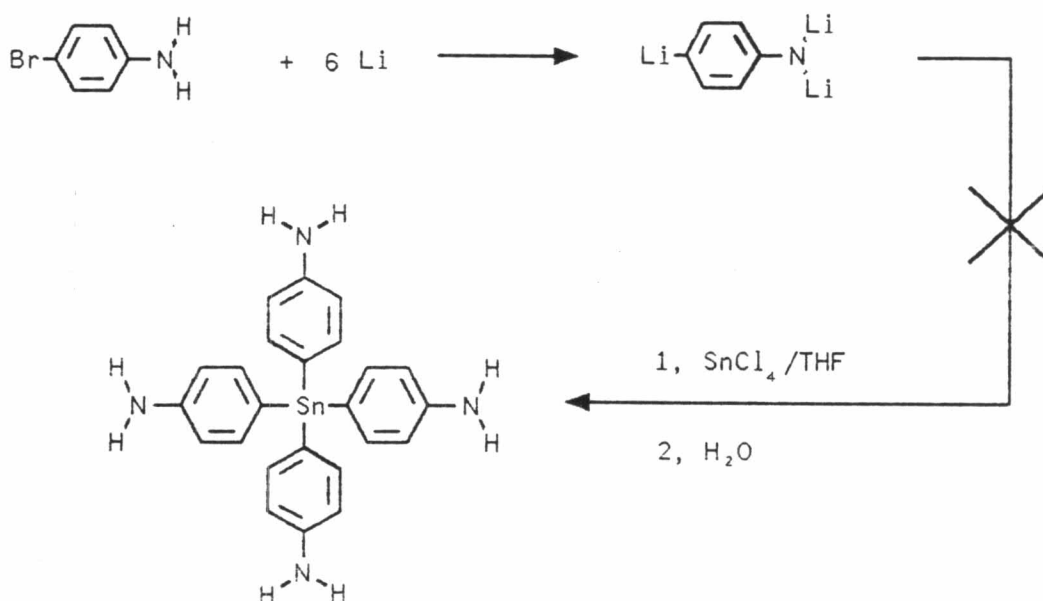
2.3.9.1 ปฏิกิริยาระหว่าง $\text{Li}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{Li}$ กับ stannous chloride anhydrous



ใส่ ลิเทียม จำนวน 0.484 กรัม (6.9755×10^{-2} โมล) ในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร เติมแอนไฮดรัสไดเอทิลอีเทอร์ 20 มิลลิลิตร ค่อยๆ หยด 4-Bromoaniline จำนวน 2 กรัม (2.9064×10^{-2} โมล) ในแอนไฮดรัสไดเอทิลอีเทอร์ 10 มิลลิลิตร คนที่อุณหภูมิห้อง 3 ชั่วโมง ลิเทียมจะมีฟองผุดขึ้นมาในตอนแรกและผิวจะมันวาว จากนั้นค่อยๆ เติม stannous chloride anhydrous 500 มิลลิกรัม (2.6150×10^{-3} โมล) ในแอนไฮดรัสไดเอทิลอีเทอร์ 10 มิลลิลิตร สารละลายจะกลายเป็นสีเขียวคนทั้งไว้ 3 ชั่วโมง หยุดปฏิกิริยาด้วยน้ำกลั่น สกัดสารละลายทั้งหมดด้วยไดคลอโรมีเทน แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น ทำให้แห้งด้วยแอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟตแล้วระเหยตัวทำละลายออก นำไปวิเคราะห์ด้วย NMR

โปรตอน-1 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 39) 6.4 (s, 2H, $-\text{NH}_2$), 8.2 (d, 2H, อะโรมาติก), 8.6 (m, 3H, อะโรมาติก)

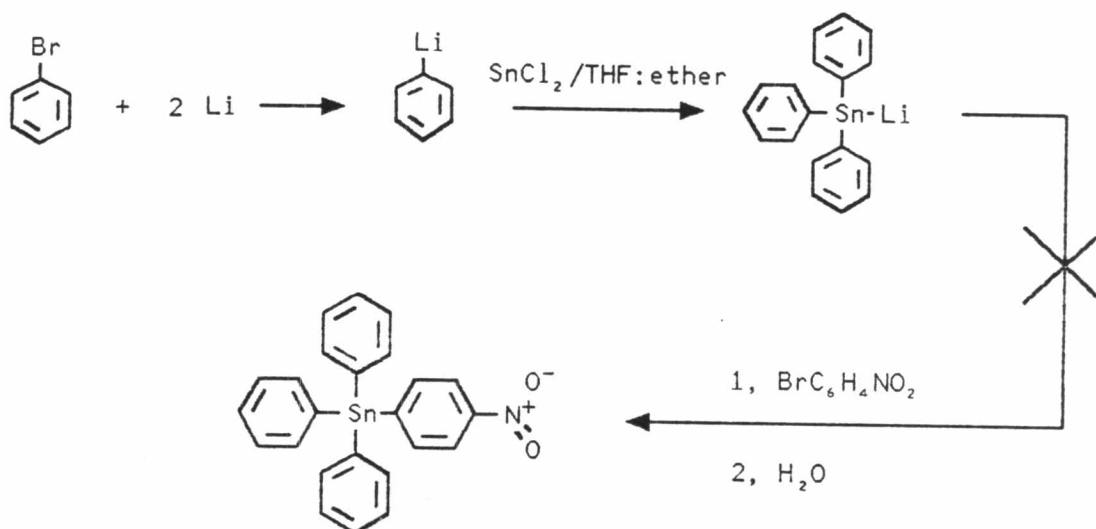
2.3.9.2 ปฏิกริยาระหว่าง $\text{Li}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{Li}$ กับ stannic chloride anhydrous



ใส่ลิเทียมจำนวน 0.484 กรัม (6.9755×10^{-2} โมล) ในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร เติมแอนไฮดรรัสไดเอทิลอีเทอร์ 20 มิลลิลิตร ค่อยๆ หยด 4-Bromoaniline จำนวน 2 กรัม (2.9064×10^{-2} โมล) ในแอนไฮดรรัสไดเอทิลอีเทอร์ 10 มิลลิลิตร คนที่อุณหภูมิห้อง 3 ชั่วโมง ลิเทียมจะมีฟองผุดขึ้นมาในตอนแรกและผิวจะมันวาว ให้ความร้อนกับปฏิกิริยาเพื่อระเหยอีเทอร์ ออกจนเหลือน้อยที่สุด จากนั้นจึงค่อยเติมเบนซีนที่ทําให้แห้งแล้วด้วย โซเดียม (sodium-dried benzene) 20 มิลลิลิตร ลงไป แล้วจึงค่อยๆ หยด stannic chloride anhydrous 0.31 มิลลิลิตร (2.6150×10^{-3} โมล) ในเบนซีนที่ทําให้แห้งด้วย โซเดียม 15 มิลลิลิตร คนที่อุณหภูมิห้อง 2 ชั่วโมง หยุดปฏิกิริยาด้วยน้ำกลั่นสกัดสารละลายทั้งหมดด้วยไดคลอโรมีเทน แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นทําให้แห้งด้วยแอนไฮดรรัสโซเดียมซัลเฟต

โปรตอน-1 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 40) 3.5-3.7 (s, -CH-), 6.6-6.8 (m, อะโรมาติก), 7.1-7.3 (m, อะโรมาติก)
(ไม่ใช้ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ)

2.3.10 ปฏิกิริยาระหว่างเฟนิลลิเทียม กับ stannous chloride
anhydrous และ 4-bromonitrobenzene



ใส่ bromobenzene 8.59 มิลลิลิตร (7.911×10^{-2} รมล) ลงในขวดก้นกลม ขนาด 250 มิลลิลิตร ละลายด้วยแอนไฮดรัสไดเอทิลอีเทอร์ 30 มิลลิลิตร เติมลิเทียม 1.10 กรัม ที่ตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ ลงไป คนที่บรรยากาศของไนโตรเจนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2-3 ชั่วโมง ลิเทียมจะมีฟองผุดขึ้นมาและเหลือน้อยลง ผิวมันวาว สารละลายเปลี่ยนเป็นสีเทา มีตะกอนสีขาวกระจายอยู่ทั่วไป จากนั้นจึงใส่เฟนิลลิเทียมลงใน stannous chloride anhydrous 5 กรัม (7.911×10^{-2} รมล) ที่ละลายอยู่ในแอนไฮดรัสไดเอทิลอีเทอร์ โดยการหยดอย่างช้า ๆ พร้อมทั้งอุ่นสารละลาย ด้วยอ่างน้ำร้อน 1-2 ชั่วโมง จากนั้นจึงหยด bromonitrobenzene 6.39 กรัม (3.1644×10^{-2} รมล) ที่ละลายในแอนไฮดรัสไดเอทิลอีเทอร์ ลงไปช้า ๆ พร้อมทั้งให้ความร้อนด้วยอ่างน้ำร้อน คนทิ้งไว้ 2-3 ชั่วโมง แล้วจึงหยุดปฏิกิริยา ด้วยน้ำกลั่น กรองเอาของเหลวและน้ำมันมาสกัดด้วย คลอโรฟอร์ม แล้วล้างด้วยน้ำ ทำให้แห้งด้วยโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส ตกผลึกเป็นส่วนๆ ด้วยไดคลอโรมีเทนและเมทานอลได้ ผลึกสีส้มแดง หนัก 1.07 กรัม มีจุดหลอมเหลวที่ $208-212^{\circ}\text{C}$ เป็นส่วนที่ไม่มีหมู่นิโตร และผลึกสีเหลือง หนัก 1.18 กรัม มีจุดหลอมเหลวที่ 124°C เป็นส่วนที่มีหมู่นิโตร

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr, cm^{-1}) (รูปที่ 41) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 3000-3100 (C-H อะโรมาติก), 1430,1480 (C=C วงเบนซีน), 700,740 (mono-substitued benzene)

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr, cm^{-1}) (รูปที่ 42) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 3000-3100 (C-H อะโรมาติก), 1430,1480 (C=C วงเบนซีน), 1480-1530, 1290-1380 (N=O หมู่ไนโตร), 830 (para-substitued benzene)

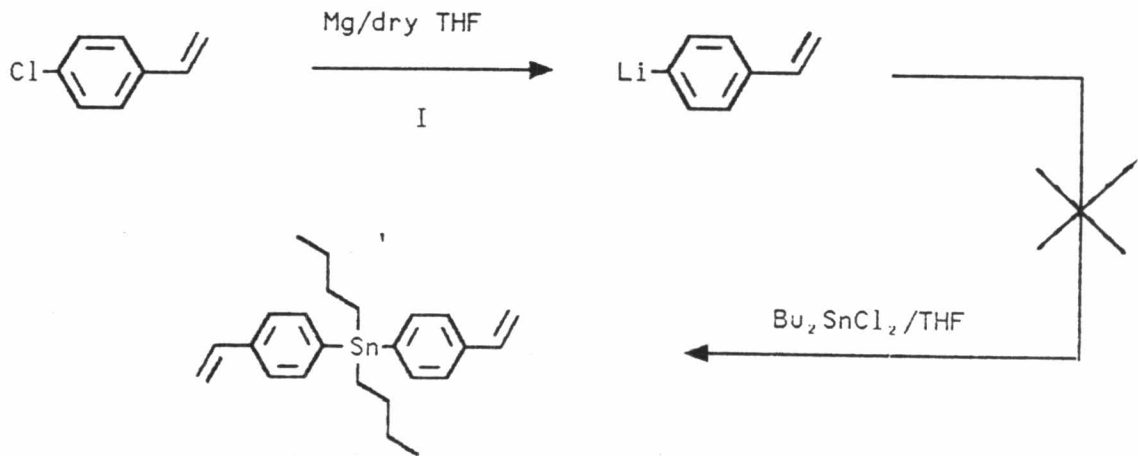
โปรตอน-1 NMR (CDCl_3 , δ ppm) (รูปที่ 43) 7.0-8.1 (m, 12H, อะโรมาติก), 8.25-8.5 (m, 8H, อะโรมาติก) ซึ่งเป็นพีคที่แยกออกมาจากกลุ่มของเฟนิลอันเป็นผลของ Sn อะตอม โดย Sn-C coupling มองเห็นไม่ชัด

แมสสเปกตรัม (70 eV, m/e) (รูปที่ 44) พบ M^+ ที่ 427.12 ($\text{C}_{24}\text{H}_{20}\text{Sn}$) พบการแตกตัวที่ 356.95 ($\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{LiSn}$), 350.01 ($\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{Sn}$), 77.11 (C_6H_5)

การวิเคราะห์ธาตุ

	%C	%H	%N	%Sn
จากการคำนวณ				
Ph_4Sn	67.49	4.72	-	27.79
$\text{Ph}_3\text{SnC}_6\text{H}_4\text{NO}_2$	61.06	5.00	2.97	25.14
จากการวิเคราะห์จริง	69.64	7.08	ไม่พบ	ไม่ได้วิเคราะห์

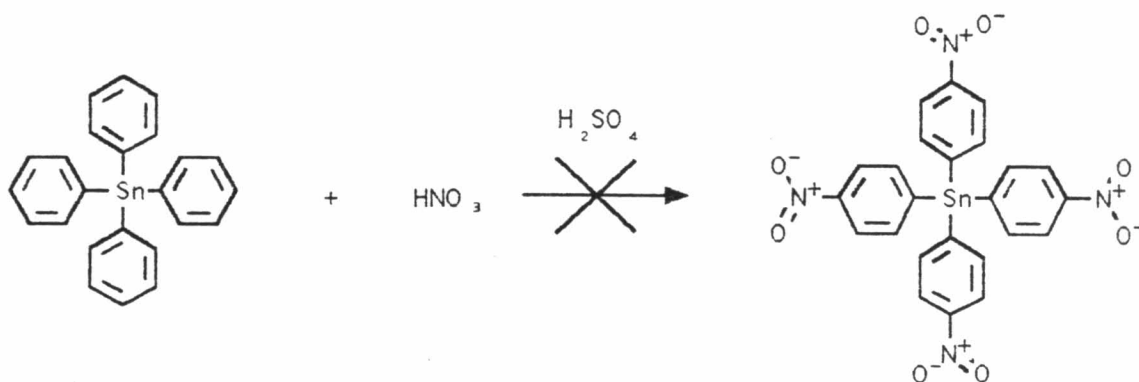
2.3.11 การสังเคราะห์ $n\text{-Bu}_2\text{Sn}(\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}=\text{CH}_2)_2$



ใส่แมกนีเซียม 1 กรัม (41.1353×10^{-3} โมล) ในขวดก้นกลม 250 มิลลิลิตร ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน ใช้แอนไฮดรัสเทตระไฮโดรฟลูอีนเป็นตัวทำละลาย โดยใส่ในปริมาณน้อยที่สุด กวนอย่างแรงพร้อมทั้งให้ความร้อนด้วยอ่างน้ำร้อนใส่ไอโรดีนลงไป 1 เกล็ดค่อยๆหยด 4-chlorostyrene จำนวน 4 มิลลิลิตร (30.4577×10^{-3} โมล) ปฏิกิริยาจะเกิดที่อุณหภูมิ 110°C โดยสังเกตได้จากสีของไอโรดีนจะหายไป ปล่อยให้ปฏิกิริยาเกิดต่อไปอีก 10-20 นาที เติมนิวทริลีนไดคลอไรด์ 4 กรัม (13.1652×10^{-3} โมล) ซึ่งละลายในแอนไฮดรัสเทตระไฮโดรฟลูอีนลงไปพร้อมทั้งให้ความร้อนด้วยอ่างน้ำร้อน หลังจากนั้นปล่อยให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ด้วยการกวนต่อไปอีก 20 นาที พร้อมทั้งให้ความร้อนด้วยอ่างน้ำร้อน แล้วจึงหยุดปฏิกิริยาด้วยแอมโมเนียมคลอไรด์อิ่มตัวในน้ำกลั่น เป็นเวลา 10-20 นาที สกัดด้วยคลอโรฟอร์ม แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น 2-3 ครั้ง หลังจากระเหยตัวทำละลายออกไปแล้วจะได้ของเหลวสีชมพูเมื่อทิ้งไว้สารที่ได้จะเกิดปฏิกิริยา polymerize ทำให้สารทั้งหมดเป็น ก้อนพลาสติกแข็ง ไม่สามารถหาโครงสร้างได้ ซึ่งอาจเป็น polystyrene

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr , cm^{-1}) (รูปที่ 45) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ 3000-3100 (C-H อะโรมาติก, ไวนิล), 3000-2750 (C-H อะลิฟาติก), 1630 (C=C ไวนิล), 1430-1600 (C=C อะโรมาติก), 1460 ($-\text{CH}_2-$), 1380 ($-\text{CH}_3$), 820 (para-substitued benzene)

2.3.12 ปฏิกริยาในเตตระซีนของ เทตระเฟนิลทิน (tetraphenyl tin)(Ph₄Sn)



2.3.12.1 ใส่เทตระเฟนิลทิน 2.58 กรัม (6.0400×10^{-3} โมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น [H_2SO_4 (conc)] จำนวน 5 มิลลิลิตรแล้วค่อยๆเติมกรดไนตริกเข้มข้น [HNO_3 (conc)] จำนวน 5 มิลลิลิตร ตามลงไป คนให้น้ำเย็นแล้วจึงอุ่นให้ร้อนด้วยไอน้ำ เทสารละลายทั้งหมดลงในน้ำเย็นได้สารละลายสีเขียวตะกอนขาว สกัดสารละลายที่ได้ด้วยคาร์บอนเทตระคลอไรด์ นำชั้นน้ำไประเหยเอาผลึกและชั้นคาร์บอนเทตระคลอไรด์ไปตกผลึกในเมทานอล นำผลึกที่ได้จากทั้งในชั้นน้ำและในชั้นคาร์บอนเทตระคลอไรด์ ไปวิเคราะห์ด้วยอะตอมมิกแอคซอบชันสเปกโทรสโกปี และอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

2.3.12.2 ใส่เทตระเฟนิลทิน 5 กรัม (1.1706×10^{-2} โมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร ปิดให้มิดชิดแล้วหล่อเย็นด้วยอะซิโตนผสมกับน้ำแข็งแห้งที่อุณหภูมิ -40°C ถึง -20°C เติมกรดซัลฟูริก 10 มิลลิลิตร ที่ทำให้เย็นด้วยวิธีเดียวกัน ลงไปพร้อมทั้งคนอย่างแรง ค่อยๆหยดกรดไนตริกเข้มข้นจำนวน 10 มิลลิลิตรตามลงไป จะเกิดเป็นสีชมพูและเปลี่ยนเป็นสีม่วงซึ่งจะเข้มข้นเรื่อยๆจนเกือบดำ เทสารทั้งหมดลงในน้ำเย็น สกัดด้วยคลอโรฟอร์มนำสารละลายในชั้นคลอโรฟอร์มล้างด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง ทำให้แห้งด้วยแอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟตนำสารละลายมาตกผลึกด้วยไดคลอโรมีเทนและเมทานอล นำไปวิเคราะห์ด้วย อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เพื่อหาหมู่ในเตตระซีนผลึกที่ได้พร้อมทั้งหาจุดหลอม

เหลว เพื่อเทียบกับสารตั้งต้น

2.3.12.3 ใส่เทพระเพนินทิน(Ph_4Sn) 2.58 กรัม(6.0400×10^{-3} รมล)ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตรบิดให้มิดชิดแล้วหล่อเย็นด้วยน้ำแข็งที่อุณหภูมิ 10°C เติมกรดอะซิติกเข้มข้นจำนวน 10 มิลลิลิตรและกรดไนตริกเข้มข้นจำนวน 5 มิลลิลิตร ตามด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้นอีก 2 มิลลิลิตร อุ่นด้วยไอน้ำอุณหภูมิประมาณ 80°C คงอยู่นาน 30 นาทีที่เตาละลายทั้งหมดลงในน้ำเย็น สกัดด้วยคาร์บอนเทพระคลอไรด์ วิเคราะห์ทั้งชั้นน้ำ และชั้นคาร์บอนเทพระคลอไรด์ด้วยอะตอมมิกแอคซอบชันสเปกโทรสโกปีและหาจุดหลอมเหลว เทียบกับสารตั้งต้น

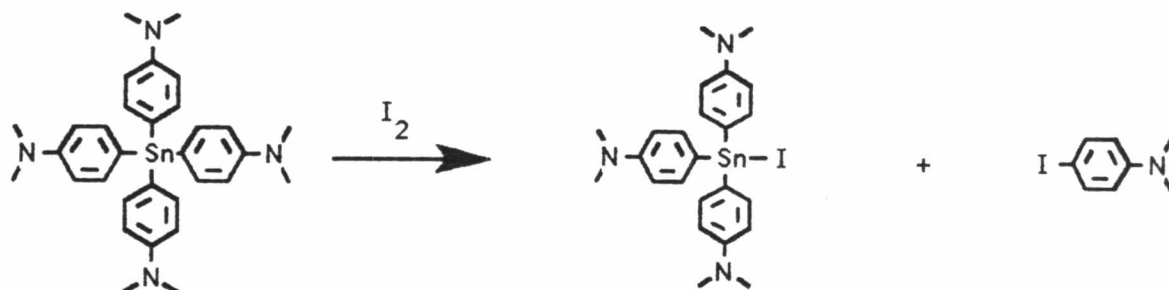
อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr , cm^{-1}) (รูปที่ 46)

ตารางที่ 4 ผลการทดลองจากปฏิกิริยาไนเตรชันของสารประกอบเทอร์นาฟีนิก

กรด	อุณหภูมิ °ซ	ตัวทำละลาย	ผลการวิเคราะห์		สรุปผล
			A.A.	I.R.	
HNO ₃ (10ml) + H ₂ SO ₄ (10ml)	100	CHCl ₃	มี Sn	ไม่มี NO ₂	สารที่วิเคราะห์คือ Ph ₄ Sn
		H ₂ O	มี Sn	—	—
HNO ₃ (10ml) + H ₂ SO ₄ (10ml)	-40 ถึง -20	CHCl ₃	—	ไม่มี NO ₂	สารที่วิเคราะห์คือ Ph ₄ Sn
		H ₂ O	—	—	—
HNO ₃ (10ml) + CH ₃ COOH(10ml) + H ₂ SO ₄ (2ml)	10 , 80	CCl ₄	มี Sn	—	Ph ₄ Sn ไม่เกิดปฏิกิริยา
		H ₂ O	ไม่มี SN	—	Ph ₄ Sn ไม่เกิดปฏิกิริยา
HNO ₃ (10ml) + H ₂ SO ₄ (10ml)	-15	pyridine		มี NO ₂	—

2.3.13 ปฏิกิริยาระหว่าง tetrakis-(4-dimethylaminophenyl)stannane

กับ ไอโอดีน



ใส่ tetrakis-(4-dimethylaminophenyl) stannane 300 มิลลิกรัม (0.5000 รมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร ละลายด้วยแอนไฮดรัสเอทิลอีเทอร์ เติมไอโอดีนเกล็ด 19 มิลลิกรัม คนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 ชั่วโมงสกัดด้วยคลอโรฟอร์ม แล้วตกผลึกใหม่ ด้วยตัวทำละลายผสมไดคลอโรมีเทน และเมทานอล ในอัตราส่วน 1:3 ได้ผลึกเป็นแผ่นสีเขียวจางๆ ให้ IR ที่ไม่น่าสนใจ เนื่องจากโครงสร้างของผลิตภัณฑ์เหมือนกับสารตั้งต้นมาก อาจบอกด้วย IR ได้ยาก