



บทที่ 3

วิเคราะห์ผลการทดลอง

การทดลองในบทที่ 2 เป็นการส่งเคราะห์สารประกอบไฮดรอกไซด์แก๊สอิน ซิลเฟต เอสเทอร์ จำนวน 3 สาร ดังหัวข้อ 2.4.2.1-2.4.2.3 ตามลำดับ ซึ่งเมื่อนำสารดังกล่าวไปทำการวิเคราะห์โครงสร้าง โดยอาศัยเครื่องมือต่าง ๆ ได้แก่ อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี, นิวเคลียร์ แมกเนติก เรซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์, แมสสเปกโตรมิเตอร์ และอะตอมมิก แอบซอร์บชัน สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เป็นต้น เพื่อนำข้อมูลที่ได้จากเครื่องมือเหล่านี้มาประกอบการเสนอโครงสร้างของสารที่ส่งเคราะห์ได้ดังกล่าว

3.1 การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

ข้อมูลของอินฟราเรดสเปกตรัม จะบ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันของสาร โดยอาศัยการสั่นของพันธะระหว่างอะตอมในโครงสร้าง เมื่อได้รับพลังงานในช่วงรังสีอินฟราเรด

3.1.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของไตรบิวทิลทิน ไดเดคิล ซิลเฟต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.1

อินฟราเรดสเปกตรัมของไตรบิวทิลทิน ไดเดคิล ซิลเฟต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.1 แสดงในรูปที่ 3.1 ส่วนข้อมูลการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ความถี่ต่าง ๆ แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงข้อมูลการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของไตรโบทิลทิน ไดเคิล ซัลเฟต
ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.1

ความถี่ (ซม.) ⁻¹	ลักษณะ พีค	พันธะ	ลักษณะการสั่นของพันธะ
2835-2935	แหลม, ความเข้มสูง	C-H	ยืด
1505, 1460	กว้าง, ความเข้มปานกลาง	S=O	ยืด
1450	แหลม, ความเข้มปานกลาง	C-H	งอ
1370	แหลม, ความเข้มสูง	C-H	งอ
1170	แหลม, ความเข้มสูง	C-O	ยืด
1060	แหลม, ความเข้มปานกลาง	C-Sn	ยืด
945	แหลม, ความเข้มสูง	S-O	ยืด
860	แหลม, ความเข้มสูง	Sn-O	ยืด
710	แหลม, ความเข้มปานกลาง	C-H	โยก

การวิเคราะห์จากข้อมูลในตารางที่ 3.1 แสดงว่า สารนี้มีหมู่แอลคิลในโครงสร้าง เนื่องจากมีแถบการดูดกลืนที่ความถี่ 2835-2935 ซม.⁻¹ ซึ่งเป็นช่วงการสั่นแบบยืดของพันธะ C-H ของหมู่เมทิลและเมทิลีน และพีคการดูดกลืนที่ความถี่ 1450 ซม.⁻¹ ซึ่งเกี่ยวกับแถบการดูดกลืนของพันธะคู่ระหว่างซัลเฟอร์กับออกซิเจน แสดงการสั่นแบบงอของพันธะ C-H ของหมู่เมทิลีน ส่วนพีคที่ความถี่ 1370 ซม.⁻¹ แสดงการสั่นแบบงอของพันธะ C-H ของหมู่เมทิล หมู่แอลคิลดังกล่าวมาจากอัลเคนโซตรงที่มีโซ่ของคาร์บอนมากกว่า 7 อะตอม เนื่องจากมีพีคแหลม ความเข้มปานกลางที่ความถี่ 710 ซม.⁻¹ ซึ่งแสดงการสั่นแบบโยกของพันธะ C-H เป็นตัวชี้บอก

จากตารางที่ 3.1 พีคกว้างที่ความถี่ 1505 ซม.⁻¹ และ 1460 ซม.⁻¹ แสดงการสั่นแบบยืดของพันธะคู่ระหว่างซัลเฟอร์กับออกซิเจน 2 พันธะ ทำให้โครงสร้างอยู่ในรูปแบบ -SO₂- เมื่อประกอบกับพันธะ S-O ที่ความถี่ 945 ซม.⁻¹ ซึ่งเป็นความถี่ของการสั่นแบบยืด

และพันธะ C-O ที่ความถี่ 1170 ซม.⁻¹ ซึ่งก็เป็นความถี่ของการสั่นแบบยืดเช่นเดียวกัน ทำให้มีความเป็นไปได้ว่า สารนี้มีโครงสร้างเป็นซิลิเกต เอสเทอร์ โดยหมู่ซิลิเกตได้จาก -SiO₂- ร่วมกับพันธะ S-O ส่วนหมู่แอลคอกซินั้นมาจากพันธะ C-O โดย C เป็นส่วนของ หมู่แอลคิลที่กล่าวมาแล้ว

นอกจากนี้ ข้อมูลในตารางที่ 3.1 ยังบ่งบอกถึงสารดังกล่าวว่าเป็นสารประกอบ ออร์แกโนทิน เนื่องจากมีพีคการสั่นแบบยืดของพันธะ C-Sn ที่ความถี่ 1060 ซม.⁻¹ และพีคแสดงการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-O ที่ความถี่ 860 ซม.⁻¹ อีกด้วย

3.1.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของไตรบิวทิลทิน เฮกซะ เดคิล ซิลิเกต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.2

อินฟราเรดสเปกตรัมของไตรบิวทิลทิน เฮกซะ เดคิล ซิลิเกต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.2 แสดงในรูปที่ 3.2 ส่วนข้อมูลการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ ความถี่ต่าง ๆ แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงข้อมูลการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของไตรบิวทิลทิน เฮกซะ เดคิล ซิลิเกต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.2

ความถี่ (ซม.) ⁻¹	ลักษณะพีค	พันธะ	ลักษณะการสั่นของพันธะ
2880-2980	แหลม, ความเข้มสูง	C-H	ยืด
1530	กว้าง, ความเข้มสูง	S=O	ยืด
1480	กว้าง, ความเข้มปานกลาง	S=O	ยืด
1375	กว้าง, ความเข้มสูง	C-H	งอ
1200	แหลม, ความเข้มสูง	C-O	ยืด
1080	แหลม, ความเข้มปานกลาง	C-Sn	ยืด
970	แหลม, ความเข้มสูง	S-O	ยืด
890	แหลม, ความเข้มสูง	Sn-O	ยืด
730	แหลม, ความเข้มปานกลาง	C-H	โยก

ข้อมูลในตารางที่ 3.2 วิเคราะห์ผลคือ สารนี้มีหมู่แอลคิลในโครงสร้าง เนื่องจากมีแถบการดูดกลืนที่ความถี่ 2880-2980 cm^{-1} ซึ่งเป็นช่วงของการสั่นแบบยืดของพันธะ C-H ของหมู่เมทิลและเมทิลีน และพีคการดูดกลืนที่ความถี่ 1375 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีคของการสั่นแบบงอของพันธะ C-H ของหมู่เมทิล แต่พีคของการสั่นแบบงอของพันธะ C-H ของหมู่เมทิลีนไม่สามารถเห็นได้ เนื่องจากเกยกับแถบการดูดกลืนของพันธะคู่ระหว่างซิลเพอร์กับออกซิเจน แต่ก็สามารถชี้ได้ว่าสารนี้มีหมู่แอลคิลโซตรงที่มีจำนวนคาร์บอนมากกว่า 7 ตัวได้ เนื่องจากมีพีคของการสั่นแบบโยกของพันธะ C-H เห็นได้ชัดที่ความถี่ 730 cm^{-1}

จากตารางที่ 3.2 พีคขนาดใหญ่ที่ความถี่ 1530 cm^{-1} และพีคกว้าง ความเข้มปานกลางที่ความถี่ 1480 cm^{-1} แสดงการสั่นแบบยืดของพันธะคู่ระหว่างซิลเพอร์กับออกซิเจน 2 พันธะ ทำให้โครงสร้างอยู่ในรูป $-\text{SO}_2-$ เมื่อประกอบกับพันธะ S-O ที่ความถี่ 970 cm^{-1} ซึ่งเป็นความถี่ของการสั่นแบบยืด และพันธะ C-O ที่ความถี่ 1200 cm^{-1} ซึ่งเป็นความถี่ของการสั่นแบบยืดเช่นเดียวกัน ทำให้มีความเป็นไปได้ว่า สารนี้มีโครงสร้างเป็นซัลเฟต เอสเทอร์ โดยหมู่ซัลเฟตได้จาก $-\text{SO}_2-$ ร่วมกับพันธะ S-O ส่วนหมู่แอลคอกซีนั้นมาจากพันธะ C-O โดย C เป็นส่วนของหมู่แอลคิลที่กล่าวมาแล้ว

นอกจากนี้ ข้อมูลในตารางที่ 3.2 ยังแสดงถึงความเป็นสารประกอบออร์แกนิกอิน เนื่องจากมีพีคของการสั่นแบบยืดของพันธะ C-Sn ที่ความถี่ 1080 cm^{-1} และพีคแสดงการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-O ที่ความถี่ 890 cm^{-1} อีกด้วย

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

3.1.3 อินฟราเรดสเปกตรัมของไตรบิวทิลทิน ออกตะเดคิล ซัลเฟต ซึ่ง
ได้จากหัวข้อ 2.4.2.3

อินฟราเรดสเปกตรัมของไตรบิวทิลทิน ออกตะเดคิล ซัลเฟต ซึ่ง
ได้จากหัวข้อ 2.4.2.3 แสดงในรูปที่ 3.3 ข้อมูลการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ความถี่ต่าง ๆ
แสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงข้อมูลการดูดกลืนรังสีพาราเรดของไตรบิวทิลทิน ออกตะ เดคิล

ซิลเพต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.3

ความถี่ (ซม.) ⁻¹	ลักษณะพีค	พันธะ	ลักษณะการสั่นของพันธะ
2860-2960	แหลม, ความเข้มสูง	C-H	ยืด
1520	กว้าง, ความเข้มสูง	S=O	ยืด
1470	กว้าง, ความเข้มปานกลาง	S=O	ยืด
1380	แหลม, ความเข้มสูง	C-H	งอ
1190	แหลม, ความเข้มสูง	C-O	ยืด
1080	กว้าง, ความเข้มต่ำ	C-Sn	ยืด
960	แหลม, ความเข้มสูง	S-O	ยืด
887	แหลม, ความเข้มสูง	Sn-O	ยืด
720	แหลม, ความเข้มต่ำ	C-H	โยก

การวิเคราะห์จากข้อมูลในตารางที่ 3.3 พบว่า สารนี้มีหมู่แอลคิลในโครงสร้าง เนื่องจากมีแถบการดูดกลืนที่ความถี่ 2860-2960 ซม.⁻¹ ซึ่งเป็นช่วงของการสั่นแบบยืดของพันธะ C-H ของหมู่เมทิลและ เมทิลีน และพีคการดูดกลืนที่ความถี่ 1380 ซม.⁻¹ ซึ่งเป็นพีคของการสั่นแบบงอของพันธะ C-H ของหมู่เมทิล แต่พีคของการสั่นแบบงอของพันธะ C-H ของหมู่เมทิลไม่ปรากฏให้เห็น เนื่องจากเกยกับพีคการดูดกลืนของพันธะคู่ระหว่างซิลเพอร์กับออกซิเจน แต่สามารถชี้ได้ว่าสารนี้มีหมู่แอลคิลโซตรงที่มีจำนวนคาร์บอนมากกว่า 7 อะตอมได้ เนื่องจากมีพีคของการสั่นแบบโยกของพันธะ C-H ซึ่งเห็นได้ชัดที่ความถี่ 720 ซม.⁻¹

จากตารางที่ 3.3 พีคขนาดใหญ่ที่ความถี่ 1520 ซม.⁻¹ และ 1470 ซม.⁻¹ แสดงการสั่นแบบยืดของพันธะคู่ระหว่างซิลเพอร์กับออกซิเจน 2 พันธะ ทำให้โครงสร้างมีหมู่

-SO₂- เมื่อประกอบกับพันธะ S-O ที่ความถี่ 960 ซม.⁻¹ และ C-O ที่ความถี่ 1190 ซม.⁻¹ ซึ่งเป็นความถี่ของการสั่นแบบยืดของพันธะทั้งคู่ ทำให้มีความเป็นไปได้ว่า สารนี้มีโครงสร้างเป็นซิลิเกต เอสเทอร์ โดยหมู่ซิลิเกตได้จาก -SO₂- ร่วมกับพันธะ S-O ส่วนหมู่แอลคอกซีนั้นมาจากพันธะ C-O โดย C เป็นส่วนของหมู่แอลคิลที่กล่าวมาแล้ว

นอกจากนี้ ข้อมูลลานตาราง 3.3 ยังแสดงถึงความเป็นสารประกอบออร์แกโนทิน เนื่องจากมีพีคของการสั่นแบบยืดของพันธะ C-Sn ที่ความถี่ 1080 ซม.⁻¹ และพีคแสดงการสั่นแบบยืดของพันธะ Sn-O ที่ความถี่ 887 ซม.⁻¹ อีกด้วย

3.2 การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเอ็นเอ็มอาร์

การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเอ็นเอ็มอาร์ หรือนิวเคลียร์ แมกเนติก เรโซแนนซ์นี้ ำใช้ 2 แบบ คือ โปรตอน-และคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์ ซึ่งข้อมูลของการวิเคราะห์ด้วยวิธีนี้ ทำให้ทราบถึงจำนวนและตำแหน่งของไฮโดรเจนและคาร์บอนในโครงสร้าง

3.2.1 โปรตอน-เอ็นเอ็มอาร์ ของไตรบิวทิลทิน โดเดซิล ซิลิเกต

ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.1

โปรตอน-เอ็นเอ็มอาร์ ของไตรบิวทิลทิน โดเดซิล ซิลิเกต

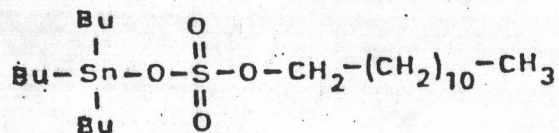
ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.1 แสดงดังรูปที่ 3.4 และ 3.5

จากรูปที่ 3.4 แสดงให้เห็นเคมีคัลชิฟต์ แบบทริเพลต์ที่ $\delta =$

4.2 PPM และรูปที่ 3.5 แสดงให้เห็นเคมีคัลชิฟต์ ดังนี้คือ ทริเพลต์ที่ $\delta = 0.9$ PPM,

ซิงเกิลต์ที่ $\delta = 1.3$ PPM และมัลติเพิลตันช่วง $\delta = 1.1$ ถึง 1.8 PPM

โมเลกุลของไตรบิวทิลทิน โดเดซิล ซิลิเกต แสดงดังรูปข้างล่าง



รูปแสดงโมเลกุลของไตรบิวทิลทิน โดเดซิล ซิลิเกต

ถ้าสารประกอบที่ได้จากหัวข้อ 2.4.2.1 คือ ไตริวทิลทิน เฮกซะเดซิล ซิลเพต ตั้งให้จากรูปที่ 3.4 เคมีคัลซิฟท์ ที่ $\delta = 4.2$ PPM แสดงตำแหน่งของไฮโดรเจน 2 อะตอมของหมู่เมทิลที่เกาะกับออกซิเจน อะตอม และการที่มีลักษณะ เป็นทริฟเฟิลต์ เนื่องจากอยู่ติดกับไฮโดรเจน 2 อะตอมของหมู่เมทิลถัดไปของหมู่แอลคิล

จากรูปที่ 3.5 เคมีคัลซิฟท์ ที่ $\delta = 0.9$ PPM แสดงตำแหน่งของไฮโดรเจน 3 อะตอมของหมู่เมทิลของหมู่แอลคิลที่เกาะกับหมู่ซิลเพต เคมีคัลซิฟท์ที่ตำแหน่งนี้เป็นทริฟเฟิลต์ เนื่องจากอยู่ติดกับไฮโดรเจน 2 อะตอมของหมู่เมทิล

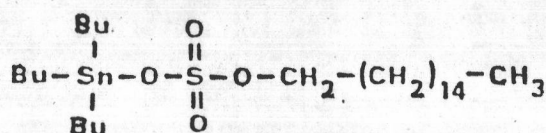
เคมีคัลซิฟท์ที่ $\delta = 1.3$ PPM แสดงตำแหน่งไฮโดรเจนของหมู่ิวทิล 3 หมู่ที่ เกาะกับคิงุก การที่รูปแบบเป็นแบบซิงเกิลต์ เนื่องจากไฮโดรเจนเหล่านี้ไม่ติดต่อกับ ไฮโดรเจนของหมู่อื่น ๆ

เคมีคัลซิฟท์ที่ $\delta = 1.1-1.8$ PPM แบบมัลติเพล็ต แสดงตำแหน่งของไฮโดรเจน 20 อะตอมของหมู่เมทิลของหมู่แอลคิลที่เกาะกับหมู่ซิลเพต โดยอยู่ระหว่างหมู่เมทิลกับหมู่ เมทิลที่เกาะกับอะตอมของออกซิเจน

3.2.2 โปรตอน-เอ็นเอ็มอาร์ ของไตริวทิลทิน เฮกซะเดซิล ซิลเพต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.2

โปรตอน-เอ็นเอ็มอาร์ ของไตริวทิลทิน เฮกซะเดซิล ซิลเพต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.2 แสดงในรูปที่ 3.6 และ 3.7

โมเลกุลของไตริวทิลทิน เฮกซะเดซิล ซิลเพต แสดงดังรูป ข้างล่าง



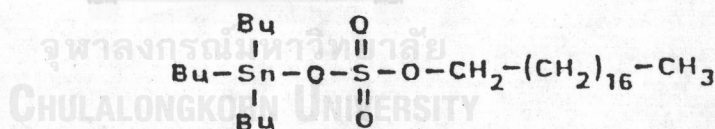
รูปแสดงโมเลกุลของไตริวทิลทิน เฮกซะเดซิล ซิลเพต

ถ้าสารประกอบที่ได้จากหัวข้อ 2.4.2.2 คือ ไตรบิวทิลทิน เฮกซะเดคิล ซิลเพต
 ดังนั้นจากรูป 3.6 และ 3.7 ซึ่งแสดงให้เห็นเคมีคัลซิฟท์ที่ตำแหน่งเดียวกับบานกรดีของ
 สารประกอบในหัวข้อ 3.2.1 ซึ่งบ่งบอกถึงโครงสร้างโมเลกุลแบบเดียวกัน แต่สารประกอบ
 ทั้ง 2 มีจำนวนไฮโดรเจนอะตอมในหมู่แอลคิลไม่เท่ากัน ดังนั้นในรูปที่ 3.7 ที่ตำแหน่งของ
 เคมีคัลซิฟท์ที่ $\delta = 1.1-1.8$ PPM จะเป็นตำแหน่งของไฮโดรเจน 28 อะตอม ของหมู่
 เมทิลีน ของหมู่เฮกซะเดคิลที่อยู่ระหว่างหมู่เมทิลและหมู่เมทิลีนที่ติดกับออกซิเจนของหมู่ซิลเพต
 ความแตกต่างของจำนวนไฮโดรเจนของสารประกอบทั้ง 2 พิจารณาได้จากการอินทิเกรตใน
 รูปที่ 3.4 และ 3.6

3.2.3 ไปรตอน-เอ็นเอ็มอาร์ ของไตรบิวทิลทิน ออกตะเดคิล ซิลเพต
 ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.3

ไปรตอน-เอ็นเอ็มอาร์ ของไตรบิวทิลทิน ออกตะเดคิล ซิลเพต
 ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.3 แสดงในรูป 3.8 และ 3.9

โมเลกุลของไตรบิวทิลทิน ออกตะเดคิล ซิลเพต แสดงในรูป
 ข้างล่าง



รูปแสดงโมเลกุลของไตรบิวทิลทิน ออกตะเดคิล ซิลเพต

ถ้าสารประกอบที่ได้จากหัวข้อ 2.4.2.3 คือ ไตรบิวทิลทิน ออกตะเดคิล ซิลเพต
 แล้ว จากรูปที่ 3.8 และ 3.9 แสดงให้เห็นเคมีคัลซิฟท์ที่ตำแหน่งเดียวกับบานกรดีของ
 ไตรบิวทิลทิน โดเดคิล ซิลเพต และ ไตรบิวทิลทิน เฮกซะเดคิล ซิลเพต ซึ่งบ่งบอกถึง

โครงสร้างโมเลกุลอย่างเดียวกัน แต่สารประกอบทั้ง 3 นี้แตกต่างกันที่จำนวนหมู่เมทิลในหมู่แอลคิลไม่เท่ากัน จำนวนไฮโดรเจนอะตอมจึงไม่เท่ากัน จากรูปที่ 3.9 เคมิตัลลิกซ์ที่ $\delta = 1.1-1.8$ คือ ตำแหน่งของไฮโดรเจน 32 อะตอม ของหมู่เมทิลใน ออกตะเดคิลที่อยู่ระหว่างหมู่เมทิล และหมู่เมทิลที่ติดกับออกซิเจนของหมู่ซิลิเพต ซึ่งความแตกต่างของจำนวนไฮโดรเจนของสารประกอบทั้งสาม พิจารณาได้จากการอินทิเกรตในรูปที่ 3.4, 3.6 และ 3.8

3.2.4 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์ ของไตรบิวทิลทิน แอลคิล ซิลิเพต คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์ ของสารประกอบทั้ง 3 แสดงดังรูปที่ 3.10-3.13

จากรูปที่ 3.10-3.12 ซึ่งเป็นคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์ ของไตรบิวทิลทิน โดเดคิล ซิลิเพต, ไตรบิวทิลทิน เฮกซะเดคิล ซิลิเพต และไตรบิวทิลทิน ออกตะเดคิล ซิลิเพต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.1-2.4.2.3 ตามลำดับ ซึ่งเห็นได้ว่ามีเคมิตัลลิกซ์เกิดที่ตำแหน่งเดียวกัน แต่แตกต่างกันที่ความเข้มของพีค ซึ่งแสดงถึงจำนวนของอะตอมในตำแหน่งนั้นเปรียบเทียบกับที่ตำแหน่งอื่น

จากรูปที่ 3.10-3.12 สามารถนำข้อมูลของคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์ วิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบทั้ง 3 ได้ ดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 แสดงข้อมูลของคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์ ของสารประกอบไตรคอร์แกนทิน
ซิลเฟต เอสเทอร์ ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.1-2.4.2.3.

δ (PPM)	ตำแหน่งของคาร์บอนอะตอม
72.5-77.5	คาร์บอนของหมู่เมทิลที่ติดกับออกซิเจนอะตอมของหมู่ซิลเฟต
22.5-32.5	คาร์บอนของหมู่เมทิลของหมู่แอลคิลที่อยู่ระหว่างหมู่เมทิลและหมู่เมทิลที่ติดกับออกซิเจนอะตอม
14	คาร์บอนของหมู่บิวทิลที่ติดกับดีบุก
13	คาร์บอนของหมู่เมทิลของหมู่แอลคิลที่ติดกับหมู่ซิลเฟต

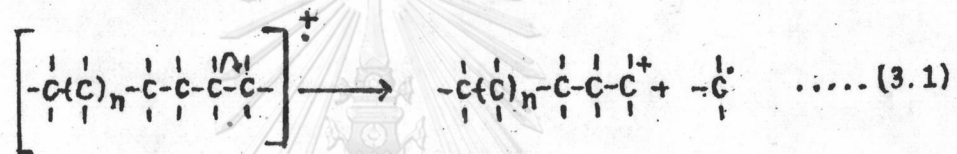
รูปที่ 3.13 แสดงการแบ่งแยกระหว่างคาร์บอนของหมู่เมทิลและของหมู่เมทิล
ของไตรบิวทิลทิน อดเดคิล ซิลเฟต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.1 ซึ่งอ้างอิงได้กับ
ไตรบิวทิลทิน เฮกซะเดคิล ซิลเฟต และไตรบิวทิลทิน ออกตะเดคิล ซิลเฟต ซึ่งได้จากหัวข้อ
2.4.2.2 และ 2.4.2.3 ตามลำดับ ซึ่งจากรูป พิกที่อยู่เหนือระนาบเป็นพีคของหมู่เมทิล
ซึ่งมี 2 พิกคือ หมู่เมทิลของหมู่แอลคิลที่เกาะกับหมู่ซิลเฟตที่ $\delta = 13$ PPM และหมู่เมทิล
ของหมู่บิวทิลที่เกาะกับดีบุกที่ $\delta = 14$ PPM เมื่อพิจารณาความเข้มของพีคทั้งสอง เห็น
ได้ว่าพีคของหมู่เมทิลของหมู่บิวทิลมีความเข้มมากกว่า เนื่องจากมีจำนวนคาร์บอนมากกว่า
ส่วนพีคที่อยู่ใต้ระนาบของรูปที่ 3.13 นั้น เป็นพีคของหมู่เมทิล ซึ่งได้แก่ หมู่เมทิลที่ติดกับ
อะตอมของออกซิเจนของหมู่ซิลเฟตและหมู่เมทิลของหมู่แอลคิล

3.3 การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยแมสสเปกโตรสโคปี

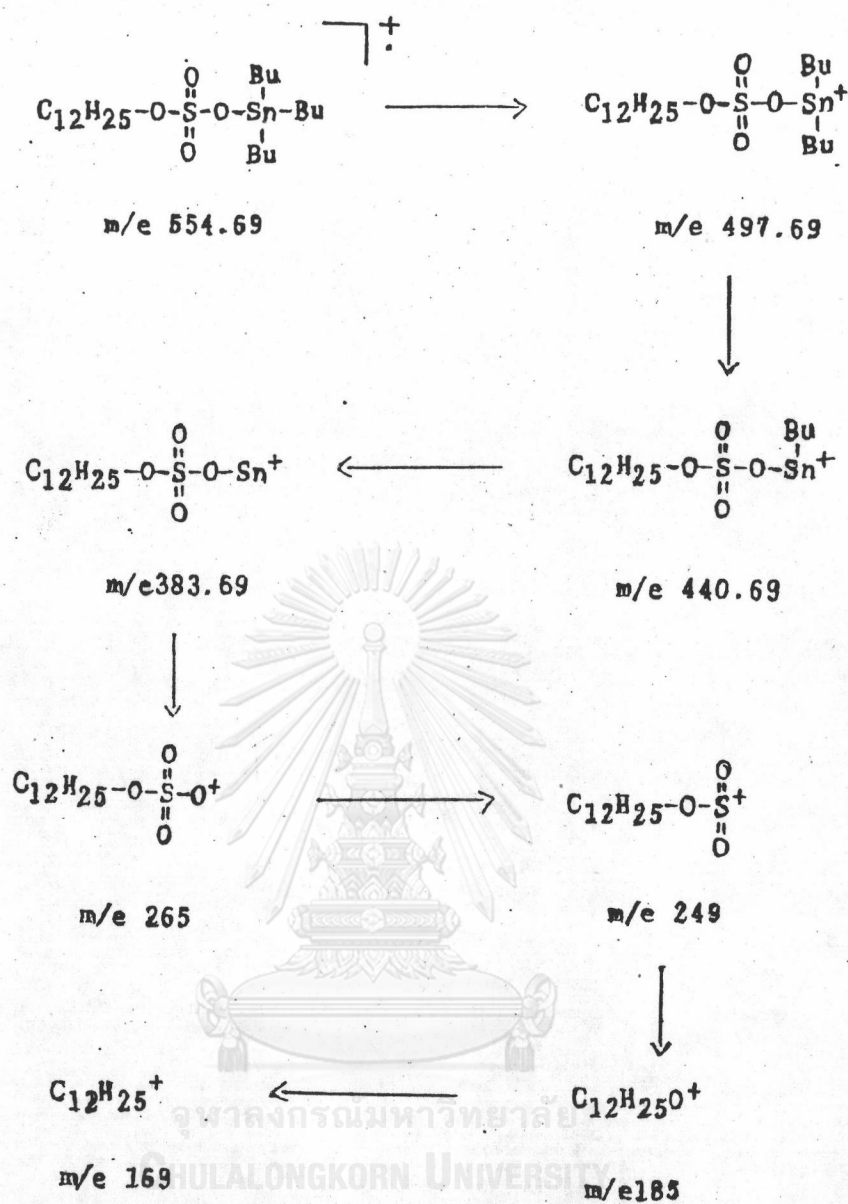
ข้อมูลของแมสสเปกตรา บ่งบอกรูปแบบการแตกหักของโมเลกุลเป็น molecular ion และ fragment ions ซึ่งสามารถนำมาวิเคราะห์หาโครงสร้างของโมเลกุลได้

3.3.1 แมสสเปกโตรสโคปีของไตรบิวทิลทิน โดเดซิล ซัลเฟต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.1

แมสสเปกตรารายของสารประกอบดังกล่าวแสดงในรูปที่ 3.14 ซึ่งจากรูปแสดงให้เห็นเบส พีค ที่ $m/e = 169$ ซึ่งเป็นมวลของ $C_{12}H_{25}^+$ ส่วนพีคที่ $m/e = 43, 57, 71, 85, 99, 113, 127, 141$ เป็นพีคอนุกรมของการแตกหักของหมู่เมทิลีนของอัลเคน ดังสมการ (3.1)



จากรูปที่ 3.14 ยังมีพีค ซึ่งแสดงค่า m/e ต่าง ๆ ใกล้เคียงกับค่าการแตกตัวเป็นไอออนของไตรบิวทิลทิน โดเดซิล ซัลเฟต คือ



ดังนั้น จึงมีความเป็นไปได้ว่า สารประกอบนี้คือ ไตรบิวทิลทิน เฮกซะ เดคิล ซัลเฟต ซึ่งพันธะระหว่างหมู่แอลคิลและออกซิเจนแตกหักง่าย

3.3.2 แมสสเปกโตรสโคปีของไตรบิวทิลทิน เฮกซะ เดคิล ซัลเฟต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.2

แมสสเปกตรัมของสารประกอบดังกล่าวแสดงในรูปที่ 3.15 ซึ่งจากรูปจะเห็นเบสพีคที่ m/e 225 ซึ่งเป็นมวลของ $C_{16}H_{33}^+$ ส่วนพีคที่ $m/e = 43, 57, 71, 85, 99, 113, 127, 141, 155, 169, 183$ และ 197 เป็นพีคอนุกรมของการแตกหักของหมู่เมทิลีนของอัลเคนเช่นเดียวกับในหัวข้อที่ 3.3.1

จากรูป 3.15 จะเห็นว่าพีคที่ $m/e = 553.69$ ซึ่งมีความเป็นไปได้ว่า คือ มวลของไตรบิวทิลทิน เฮกซะ เดคิล ซัลเฟต ที่หมู่บิวทิลหลุด 1 หมู่ และการที่มีเบสพีคที่ $m/e = 225$ นั้น สอดคล้องกับโครงสร้างของไตรบิวทิลทิน เฮกซะ เดคิล ซัลเฟต ที่พันธะระหว่างหมู่แอลคิลและออกซิเจนแตกหักง่าย

3.3.3 แมสสเปกโตรสโคปีของไตรบิวทิลทิน ออกตะ เดคิล ซัลเฟต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.3

แมสสเปกตรัมของสารประกอบดังกล่าวแสดงในรูปที่ 3.16 ซึ่งจากรูป จะเห็นเบสพีคที่ m/e 253 ซึ่งเป็นมวลของ $C_{18}H_{37}^+$ ส่วนพีคที่ $m/e = 43, 57, 71, 85, 99, 113, 127, 141, 155, 169, 183, 197, 211, 225$ และ 239 เป็นพีคอนุกรมของการแตกหักของหมู่เมทิลีนของอัลเคนเช่นเดียวกับหัวข้อที่ 3.3.1 และ 3.3.2 ที่กล่าวมาแล้ว

จากรูปที่ 3.16 จะเห็นว่าพีคที่ $m/e = 581.69$ ซึ่งมีความเป็นไปได้ว่า คือ มวลของไตรบิวทิลทิน ออกตะ เดคิล ซัลเฟตที่หมู่บิวทิลหลุด 1 หมู่ และการที่มีเบสพีคที่ $m/e = 253$ นั้น สอดคล้องกับโครงสร้างของไตรบิวทิลทิน ออกตะ เดคิล ซัลเฟตที่พันธะระหว่างหมู่แอลคิลและออกซิเจนแตกหักง่าย

3.4 การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยอะตอมมิก แอบซอร์บชัน

ข้อมูลของอะตอมมิก แอบซอร์บชัน บ่งบอกชนิดและปริมาณของโลหะที่อยู่ในโครงสร้างของสารประกอบ ซึ่งในที่นี้คือ ดีบุก ข้อมูลดังกล่าวแสดงในรูปแบบที่ 3.17

จากรูปที่ 3.17 A, B และ C คือ สารละลายของไตรบิวทิลทิน โดเดซิล ซัลเฟต, ไตรบิวทิลทิน เฮกซะ เดซิล ซัลเฟต และ ไตรบิวทิลทิน ออกตะ เดซิล ซัลเฟต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.1-2.4.2.3 โดยมีความเข้มข้นของดีบุก 113.33 ppm , 101.67 ppm และ 99.33 ppm ตามลำดับ ซึ่งความเข้มข้นนี้คำนวณโดยใช้โครงสร้างของ ไตรบิวทิลทิน โดเดซิล ซัลเฟตในสารละลาย A, ไตรบิวทิลทิน เฮกซะ เดซิล ซัลเฟต ในสารละลาย B และ ไตรบิวทิลทิน ออกตะ เดซิล ซัลเฟต ในสารละลาย C ส่วน S คือ สารละลายมาตรฐานดีบุก ความเข้มข้น 100 ppm

จากข้อมูลที่ได้ในรูปแบบที่ 3.17 สารละลาย A มีความเข้มข้นของดีบุก 106.9 ppm คลาดเคลื่อน 5.59% สารละลาย B มีความเข้มข้นของดีบุก 97.18 ppm คลาดเคลื่อน 4.42% และสารละลาย C มีความเข้มข้นของดีบุก 92.92 ppm คลาดเคลื่อนเพียง 0.44% ซึ่งนับว่าใกล้เคียงกันมาก จากข้อมูลที่ได้ดังกล่าวมีความเป็นไปได้ว่า สารละลาย A คือ สารละลายของไตรบิวทิลทิน โดเดซิล ซัลเฟต สารละลาย B คือ สารละลายของไตรบิวทิลทิน เฮกซะ เดซิล ซัลเฟต และสารละลาย C คือ สารละลายของ ไตรบิวทิลทิน ออกตะ เดซิล ซัลเฟต

3.5 การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเอ็กซ์-เรย์ ฟลูออเรสเซนซ์

ข้อมูลของเอ็กซ์-เรย์ ฟลูออเรสเซนซ์ บ่งบอกชนิดและปริมาณของธาตุที่อยู่ในโครงสร้างของสารประกอบ ซึ่งในที่นี้คือ ดีบุกและซิลเฟอร์ ข้อมูลดังกล่าวแสดงในรูปแบบที่ 3.18-3.20

จากรูปที่ 3.18-3.20 ต่างแสดงให้เห็นว่าสารประกอบทั้ง 3 มีซิลเฟอร์ และดีบุกเป็นส่วนประกอบในโมเลกุล การที่มีดีบุกเป็นส่วนประกอบแสดงให้เห็นว่า สารประกอบนี้เป็นสารประกอบออร์แกนิก ส่วนการที่มีซิลเฟอร์ในโมเลกุลนั้น แสดงให้เห็น

เห็นว่ามีความเป็นไปได้ที่สารประกอบนั้น มีหมู่ซัลเฟตในโมเลกุล ซึ่งสอดคล้องกับผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ

3.6 สรุปการวิเคราะห์ผลการทดลอง

จากการวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยอินฟราเรดแบกโทรสโคปี, เอ็นเอ็มอาร์, แมสสเปกโทรสโคปี, อะตอมมิก แอบซอร์บชัน และ เอ็กซ์-เรย์ ฟลูออเรสเซนซ์ ตามที่กล่าวมาแล้ว สรุปได้ดังนี้

3.6.1 วัตริบัทิลทิน โดเดคิล ซัลเฟต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.1

ข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์สารประกอบนี้ แสดงในตาราง 3.5

ตารางที่ 3.5 แสดงข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์โครงสร้างโดยเครื่องมือต่าง ๆ ของ วัตริบัทิลทิน โดเดคิล ซัลเฟต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.1

เครื่องมือวิเคราะห์	ผลการวิเคราะห์
อินฟราเรดสเปกโทรสโคปี ฟลูออโรมิเตอร์	1. มีหมู่แอลคิลโซยาว จำนวนคาร์บอนมากกว่า 7 ตัว 2. มีพันธะคู่ระหว่างซัลเฟอร์กับออกซิเจน 2 พันธะ 3. มีพันธะเดี่ยวที่สำคัญ คือ C-O, C-Sn, S-O, Sn-O
ฟูเรียร์ ทรานสฟอร์ม เอ็นเอ็มอาร์ สเปกโทร มิเตอร์	มีไฮโดรเจนอะตอม 4 กลุ่ม ในลักษณะ $-\text{CH}_2\text{O}-$, CH_3 , $-(\text{CH}_2)_n-$ และกลุ่มที่ไม่ติดต่อกับ 3 กลุ่มแรก มีคาร์บอนอะตอม 4 กลุ่ม 2 ประเภท คือ CH_3 2 กลุ่ม และ CH_2 2 กลุ่ม กลุ่ม CH_2 กลุ่มหนึ่งเป็น $-\text{CH}_2\text{O}-$
แมสสเปกโทรมิเตอร์	เบสพีคอยู่ที่ $m/e = 169$ ซึ่งเป็นมวลของ $\text{C}_{12}\text{H}_{25}^+$ พีคที่มีค่า m/e สูงสุดอยู่ที่ประมาณ 554.69

ตารางที่ 3.5 แสดงข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์โครงสร้างโดยเครื่องมือต่าง ๆ ของ
โตรบิวทิลทิน โดเดซิล ซัลเฟต ซึ่งได้จากหัวข้อ 2.4.2.1 (ต่อ)

เครื่องมือวิเคราะห์	ผลการวิเคราะห์
อะตอมมิกแอบซอร์บชัน สเปกโตรโฟโตมิเตอร์	มีดีบุกานโมเลกุลและความเข้มข้นของดีบุกานสารละลาย ตัวอย่างของสารที่สังเคราะห์ได้ มีค่าใกล้เคียงกับความ เข้มข้นของปริมาณดีบุกที่มีอยู่ในสารประกอบโตรบิวทิลทิน โดเดซิล ซัลเฟต
เอ็กซ์-เรย์ ฟลูออเรสเซนซ์	มีดีบุกและซัลเฟอร์ในโมเลกุล

จากตารางที่ 3.5 สรุปได้ ดังนี้

- 3.6.1.1 สารประกอบนี้เป็นสารออร์แกโนทิน เนื่องจากผลของอะตอมมิก
แอบซอร์บชัน และเอ็กซ์-เรย์ ฟลูออเรสเซนซ์ บ่งบอกว่ามีดีบุกาน
โมเลกุล
- 3.6.1.2 หมู่แอลคิลโซ่ยาวของข้อมูลอินฟราเรด สเปกโตรสโคปี คือ หมู่
โดเดซิล จากผลของแมสสเปกโตรสโคปี
- 3.6.1.3 อะตอมซัลเฟอร์ จากผลของเอ็กซ์-เรย์ ฟลูออเรสเซนซ์ พันธะ
 $S = O$ 2 พันธะ และ $S-O$ จากผลของอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี
สามารถเป็นหมู่ซัลเฟตได้ โดยออกซิเจนของพันธะ $S-O$ ในหมู่
ซัลเฟตติดกับหมู่โดเดซิลได้ เนื่องจากมีหมู่ $-CH_2O-$ จากข้อมูลของ
เอ็นเอ็มอาร์ และออกซิเจนอีกอะตอมหนึ่งของพันธะ $S-O$ ของ
หมู่ซัลเฟตสามารถติดกับดีบุกได้ เนื่องจากมีพันธะ $Sn-O$ จากข้อมูล
อินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

3.6.1.4 จากข้อมูลเอ็นเอ็มอาร์ สเปกตรสโคปี กลุ่มของไฮโดรเจนและคาร์บอนอีกกลุ่มหนึ่ง ซึ่งรวมกันเป็นหมู่แอลคิลเกาะกับดีบุก 3 หมู่ แต่ให้สัญญาณเชิงเกิร์ตานโปรตอน-เอ็นเอ็มอาร์ ดังนั้นทั้ง 3 หมู่ต้องเท่าเทียมกัน และเป็นหมู่ิวทิล เพื่อให้สอดคล้องกับค่า m/e ของข้อมูลแมสสเปกตรสโคปี

จากที่กล่าวมาทั้งหมดเป็นสิ่งแสดงให้เห็นว่า สารประกอบที่ได้จากปฏิกิริยาระหว่างโตนเดคิล ไฮโดรเจน ซัลเฟต กับ ที.บี.ที.โอ. ในการทดลองครั้งนี้ คือ ไตริวทิลทิน โตนเดคิล ซัลเฟต

งานานองเดียวกัน สารประกอบที่ได้จากปฏิกิริยาระหว่างเฮกซะเดคิล ไฮโดรเจน ซัลเฟต กับ ที.บี.ที.โอ. คือ ไตริวทิลทิน เฮกซะเดคิล ซัลเฟต และ สารประกอบที่ได้จากปฏิกิริยาระหว่างออกตะเดคิล ไฮโดรเจน ซัลเฟต กับ ที.บี.ที.โอ. คือ ไตริวทิลทิน ออกตะเดคิล ซัลเฟต ซึ่งสารประกอบทั้ง 3 สารนี้ แตกต่างกันที่จำนวนหมู่เมทิลีนในโซ่คาร์บอนของหมู่แอลคิล ดังเห็นได้จากเบสพิกของแมสสเปกตรา ซึ่งค่าของ ไตริวทิลทิน เฮกซะเดคิล ซัลเฟต มี $m/e = 225$ และ ไตริวทิลทิน ออกตะเดคิล ซัลเฟต มีค่า $m/e = 253$

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.7 การทดสอบประสิทธิภาพในการฆ่าเชื้อรา

3.7.1 เตรียมสารละลายตัวอย่าง

ซึ่งสารประกอบออร์แกนิก ซัลเฟต เอสเทอร์ ที่ได้จากหัวข้อ 2.4.2.1-2.4.2.3 1 กรัม ใส่หลอดทดลอง เติมแอนไฮดรัสทอลูอิน 69 มล. และ NP-9 30 มล. ใช้แท่งแก้วคนจนผสมเป็นเนื้อเดียวกัน หยดสารละลายดังกล่าว 1 หยด ในน้ำกลั่นที่บรรจุในหลอดทดลอง ถ้ามีน้ำกลั่นขุ่นหรือมีตะกอนขาว เติม NP-9 ลงในหลอดทดลองของสารละลายตัวอย่างที่ละหยด โดยทดสอบหยดสารละลายตัวอย่างในน้ำกลั่นในแต่ละหยดที่เติม NP-9 นั้น จนน้ำกลั่นไม่ขุ่น เปรียบสารละลายตัวอย่างของสารประกอบ

ออร์แกนิก ซัลเฟต เอสเทอร์ ดังกล่าวที่มีความเข้มข้น 30 ppm, 50 ppm และ 100 ppm

3.7.2 ทดสอบการฆ่าเชื้อราของสารละลายตัวอย่าง

นำสารละลายตัวอย่างในหัวข้อ 3.8.1 ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ผสมกับ PDA (Potato Dextrose Agar) ซึ่งเป็นตัวกลาง (media) ในการทดสอบเชื้อรา เมื่อผสมเป็นเนื้อเดียวกันแล้ว นำไปอบที่อุณหภูมิสูงเพื่อฆ่าเชื้ออื่น ๆ แล้วบรรจุในจานเลี้ยงเชื้อ

นำเชื้อราที่ใช้ในการทดสอบ 4 ชนิด คือ Trichoderma sp., Penicillium sp., Syncephalustums sp. และ Aspergillus Sp. และเป็นจุดบนจานเลี้ยงเชื้อที่มีสารประกอบออร์แกนิก ซัลเฟต เอสเทอร์ ความเข้มข้นต่าง ๆ ผสมกับ PDA ปั่นยี่สิบไว้ แล้วสังเกตว่าเชื้อราดังกล่าวขึ้นภายในกี่วัน ซึ่ง PDA ที่ไม่มีสารประกอบออร์แกนิก ซัลเฟต เอสเทอร์ผสม เชื้อราจะขึ้นในวันถัดมา

3.7.3 ผลการทดสอบการฆ่าเชื้อรา

ผลการทดสอบการฆ่าเชื้อราของไตรบิวทิลทิน โดเดซิล ซัลเฟต, ไตรบิวทิลทิน เฮกซะเดซิล ซัลเฟต และไตรบิวทิลทิน ออกตะเดซิล ซัลเฟต แสดงในตารางที่ 3.6, 3.7 และ 3.8 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.6 แสดงประสิทธิภาพในการฆ่าเชื้อราของไตรโคทีลิน โดเดซิล ซัลเฟต

ชนิดของรา	ความเข้มข้นของสารประกอบไตรโคทีลิน (ppM)		
	30	50	100
<u>Trichoderma</u> sp.	-	-	-
<u>Penicillium</u> sp.	-	-	-
<u>Syncephalustums</u> sp.	+6	-	-
<u>Aspergillus</u> sp.	-	-	-

ตารางที่ 3.7 แสดงประสิทธิภาพในการฆ่าเชื้อราของไตรโคทีลิน เฮกซะเดซิล ซัลเฟต

ชนิดของรา	ความเข้มข้นของสารประกอบไตรโคทีลิน (ppM)		
	30	50	100
<u>Trichoderma</u> sp.	-	-	-
<u>Penicillium</u> sp.	-	-	-
<u>Syncephalustums</u> sp.	-	-	-
<u>Aspergillus</u> sp.	-	-	-

ตารางที่ 3.8 แสดงประสิทธิภาพในการฆ่าเชื้อราของไตรโคเวโรน ออกตะเดซิล ซิลิเกต

ชนิดของรา	ความเข้มข้นของสารประกอบไตรโคเวโรน (ppM)		
	30	50	100
<u>Trichoderma</u> sp.	-	-	-
<u>Penicillium</u> sp.	-	-	-
<u>Syncephalustums</u> sp.	+6	+6	-
<u>Aspergillus</u> sp.	-	-	-

จากตารางที่ 3.6-3.8 เชื้อราที่ใช้ควบคุมจะขึ้นในวันที่ 1 เครื่องหมาย - หมายถึง เชื้อราไม่ขึ้น และ เครื่องหมาย +6 หมายถึง เชื้อราขึ้น วันที่ 6 หลังจากใช้สารประกอบไตรโคเวโรน