

ไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน

6



นางสาววิไลรัตน์ เมืองแก้ว  
นางสาวสุมาลี ขอมอินทร์

เลขหมู่.....  
เลขทะเบียน..... 43924  
วัน, เดือน, ปี..... 18 ต.ค. 2545

b.....  
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต  
ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2544

# Hydrogenation of Polyisoprene



Miss Wilairat Muengkaew

Miss Sumalee Khom-in

A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the  
Requirement for the Degree of Bachelor of Science

Department of Chemistry

Faculty of Science


King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

2001

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ                   ไฮโดรจิเนชั่นของยางไอโซพรีน  
นักศึกษา                                       นางสาววิไลรัตน์ เมืองแก้ว  
  นางสาวสุมาลี ขอมอินทร์  
ภาควิชา                                       เคมี  
อาจารย์ที่ปรึกษา                         ผศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย  
  ดร.ชลลดา ฤตวิรุฬห์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

  
.....  
(ผศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย)

หัวหน้าภาควิชาเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษ

  
.....  
(รศ.ดร.ศักดิ์ ไตรศักดิ์)


ประธานกรรมการ

  
.....  
(ดร.ภัทธารุจ มนต์วิเศษ)

กรรมการ

  
.....  
(ผศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย)

กรรมการ

  
.....  
(ดร.ชลลดา ฤตวิรุฬห์)

กรรมการ

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	ไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน	
นักศึกษา	นางสาววิไลรัตน์ เมืองแก้ว	รหัส 41052080
	นางสาวสุมาลี ขอมอินทร์	รหัส 41052092
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย	
	ดร.ชลลดา ฤตวิรุฬห์	
ภาควิชา	เคมี	
ปีการศึกษา	2544	

### บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้ทำการศึกษาการไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน โดยใช้พาราโทลูอินซิลโฟนิลไฮดราไซด์ (TSH) เป็นรีเอเจนต์ ในตัวทำละลายไซลีน และมีเออร์แกนอกซ์ 1010 เป็นสารช่วยป้องกันการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียง โดยทำการศึกษาอิทธิพลของเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา ความเข้มข้นของ TSH และอุณหภูมิของปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชัน จากการตรวจสอบเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโคปี ( $^1\text{H}$  NMR) พบว่าเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันเพิ่มขึ้น เมื่อเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา ความเข้มข้นของ TSH และอุณหภูมิของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น โดยการไฮโดรจิเนชันเกิดได้สมบูรณ์เมื่อเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยามากกว่า 3 ชั่วโมง อัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] เท่ากับ 5 : 1 และอุณหภูมิของปฏิกิริยาเป็น  $140^\circ\text{C}$  และสมการอัตราเร็วของปฏิกิริยาเป็นดังนี้

$$\text{rate} = 0.1756 [\text{TSH}]^{0.69} \quad \text{โมล/ลิตร-ชม.}$$

จากการตรวจสอบน้ำหนักโมเลกุลของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจิเนชันด้วยเทคนิค Gel Permeation Chromatography (GPC) พบว่าน้ำหนักโมเลกุลของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชันมีค่าลดลง เนื่องจากพาราโทลูอินซิลฟีนิกแอซิด ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ร่วม (Co-product) ทำให้เกิดการขาดของสายโซ่ของยางไอโซพรีน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	Hydrogenation of Polyisoprene
Name	Miss Wilairat muengkaew Miss Sumalee Khom-in
Special Project Advisor	Asst.Prof.Dr. Tawan Sooknoi Dr. Chonlada Ritvirulh
Department	Chemistry
Academic Year	2001

### Abstract

The hydrogenation of polyisoprene using *p*-toluenesulfonylhydrazide (TSH) as reagent in xylene was studied. Irganox 1010 was also used as antioxidant to deminish side reaction. Influence of reaction times, concentration of TSH and temperature on the degree of hydrogenation were investigated. The degree of hydrogenation of hydrogenated polyisoprene was determined by Nuclear Magnetic Spectrometer (<sup>1</sup>H NMR). It was found that degree of hydrogenation increased with reaction times, concentration of TSH and temperature of the reaction. The hydrogenation reaction was completed after 3 hours with [TSH] : [C=C] of 5 : 1 at 140 °C. Rate equation can be expressed as;

$$\text{rate} = 0.1756 [\text{TSH}]^{0.69} \text{ mol/l-hr.}$$

Moreover, molecular weight of isoprene and hydrogenated polyisoprene were determined by Gel Permeation Chromatography (GPC). It was found that molecular weight of hydrogenated polyisoprene decreased after the reaction due to the chain scission activated by co-product, *p*-toluenesulfinic acid.

## กิตติกรรมประกาศ

ผู้จัดทำขอขอบพระคุณผู้ที่ให้ความช่วยเหลือในการดำเนินโครงการพิเศษนี้จนสำเร็จลุล่วง  
ไปด้วยดี

ขอขอบคุณ ผศ.ดร. ตะวัน สุขน้อย ดร.ชลลดา ฤตวิรุฬห์ ผศ.ดร.อิทธิพล แจ่มชัด ดร.ภัทธวุฒ  
มนต์วิเศษ ดร.สุภารัตน์ รักชลธิ์ ดร.พัชณี เจริญยิ่ง และดร.ปยุตตมา ศิริพันธ์โนน ที่กรุณาให้คำแนะนำ  
และความช่วยเหลือในการดำเนินโครงการพิเศษมาโดยตลอด

ขอขอบคุณ รศ.ดร.ศักดิ์ ไตรศักดิ์ และอาจารย์คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษ ที่ให้  
ความอนุเคราะห์ตรวจทานและแก้ไขโครงการพิเศษฉบับนี้ ให้ถูกต้องสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ คุณปราณี คุณกนกพร และคุณสุวิวัฒน์ ที่ช่วยเอื้อเฟื้ออุปกรณ์และสารเคมีต่าง ๆ

ขอขอบคุณพี่เต็มศิริ จากศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) ที่ให้ความอนุเคราะห์  
และคำแนะนำเกี่ยวกับเครื่อง GPC

ขอขอบคุณเพื่อน ๆ พี่ ๆ น้อง ๆ ที่คอยให้ความช่วยเหลือและให้กำลังใจตลอดมา

วิไลรัตน์ เมืองแก้ว  
สุมาลี ขอมอินทร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ

	หน้า
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ที่มาของงานวิจัย	1
1.2 จุดประสงค์	1
1.3 ขอบเขตงานวิจัย	1
1.4 ขั้นตอนการวิจัย และการดำเนินงาน	2
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	
2.1 การไฮโดรจีเนชัน	3
2.1.1 การไฮโดรจีเนชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	4
2.1.2 การไฮโดรจีเนชันโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	5
2.2 อัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยา	8
2.2.1 อัตราเร็วของปฏิกิริยาในสารละลาย	9
2.2.2 ปัจจัยที่มีผลต่ออัตราเร็วของปฏิกิริยาเคมี	10
2.3 การหาเปอร์เซ็นต์ไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน	14
2.4 ยางไอโซพรีน	17
2.5 ยางเอทิลีน-พรอดิลีน (EPR)	18
2.6 พาราโทลูอินซิลไฟนิลไฮดราไซด์ (TSH)	18
2.7 เฮอร์กานอกซ์ 1010 (Irganox 1010)	19
2.8 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย	
2.8.1 เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (NMR)	19
2.8.2 เครื่องเจลเพอมีเอชันโครมาโทมิเตอร์ (GPC)	20
2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	21
บทที่ 3 การทดลอง	
3.1 แผนงานการศึกษา	23
3.2 สารเคมีและอุปกรณ์	24
3.3 วิธีการทดลอง	26

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
ตอนที่ 1 การเตรียมสารตั้งต้นและตัวทำละลาย	
1. การเตรียมยางไอโซพรีนให้บริสุทธิ์	26
2. การทำ <i>p</i> -toluenesulfonylhydrazide (TSH) ให้บริสุทธิ์ โดยการตกผลึกใหม่	26
3. การเตรียมตัวทำละลายไซลีน	27
ตอนที่ 2 การทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันยางไอโซพรีน	
1. ศึกษาอิทธิพลของเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์ การไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน	27
2. ศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของ TSH ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์ การไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน	28
3. ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์ การไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน	29
4. การเตรียมตัวอย่างในการทดสอบ <sup>1</sup> H NMR	31
ตอนที่ 3 การหาน้ำหนักโมเลกุลของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจิเนชัน	31
บทที่ 4 ผลการทดลองและการอภิปรายผลการทดลอง	
ตอนที่ 1 การเตรียมสารตั้งต้นและตัวทำละลาย	
1. การเตรียมยางไอโซพรีนให้บริสุทธิ์	32
2. การทำ <i>p</i> -Toluenesulfonylhydrazide(TSH) ให้บริสุทธิ์โดยการตกผลึกใหม่	32
2.1 ลักษณะของ TSH ก่อนและหลังการตกผลึกใหม่	32
2.2 ผลการตกผลึกใหม่ของ TSH	32
3. การเตรียมตัวทำละลายไซลีน	33

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
ตอนที่ 2 การทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันยางไอโซพรีน	
2.1 ลักษณะโครงสร้างของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจิเนชัน	34
2.1.1 ลักษณะของยางไอโซพรีนก่อนการไฮโดรจิเนชัน	34
2.1.2 ลักษณะของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชันสมบูรณ์	35
2.1.3 เปรียบเทียบลักษณะของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจิเนชัน	36
2.1.4 ลักษณะของยางไอโซพรีนเมื่อเกิดการไฮโดรจิเนชันไม่สมบูรณ์	37
2.2 การคำนวณเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันและเปอร์เซ็นต์ recovering	38
2.3 ผลของเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน	40
2.4 ผลของความเข้มข้นของ TSH ที่มีต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน	43
2.5 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน	47
ตอนที่ 3 การหาน้ำหนักโมเลกุลของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจิเนชัน	48
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	52
เอกสารอ้างอิง	54
ภาคผนวก	55
ภาคผนวก ก	56
ภาคผนวก ข	64
ภาคผนวก ค	67
ภาคผนวก ง	71
ภาคผนวก จ	73

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันกับ อัตราส่วนของไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัว ต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว	16
ตารางที่ 2.2 ความสัมพันธ์ระหว่างสปีนควอนตัมนับเบอร์กับเลขมวล	20
ตารางที่ 3.1 สภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชัน	30
ตารางที่ 4.1 ผลการตกผลึกใหม่ของ TSH	32
ตารางที่ 4.2 เปรียบเทียบตำแหน่ง chemical shift ของยางไอโซพรีนก่อน และหลังการไฮโดรจิเนชัน	36
ตารางที่ 4.3 เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันและเปอร์เซ็นต์ recovering ของยางไอโซพรีนที่เวลาการทำปฏิกิริยาต่าง ๆ	40
ตารางที่ 4.4 เปอร์เซ็นต์ไฮโดรจิเนชันที่ความเข้มข้นของ TSH ต่าง ๆ	43
ตารางที่ 4.5 ปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันยางไอโซพรีนที่ความเข้มข้นของ TSH ต่าง ๆ	44
ตารางที่ 4.6 เปอร์เซ็นต์ไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีนที่อุณหภูมิต่าง ๆ	47
ตารางที่ 4.7 การหาน้ำหนักโมเลกุลของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจิเนชัน	48
ตารางที่ 1ง ค่าต่าง ๆ ที่ได้จากการคำนวณ	72

## สารบัญรูปภาพ

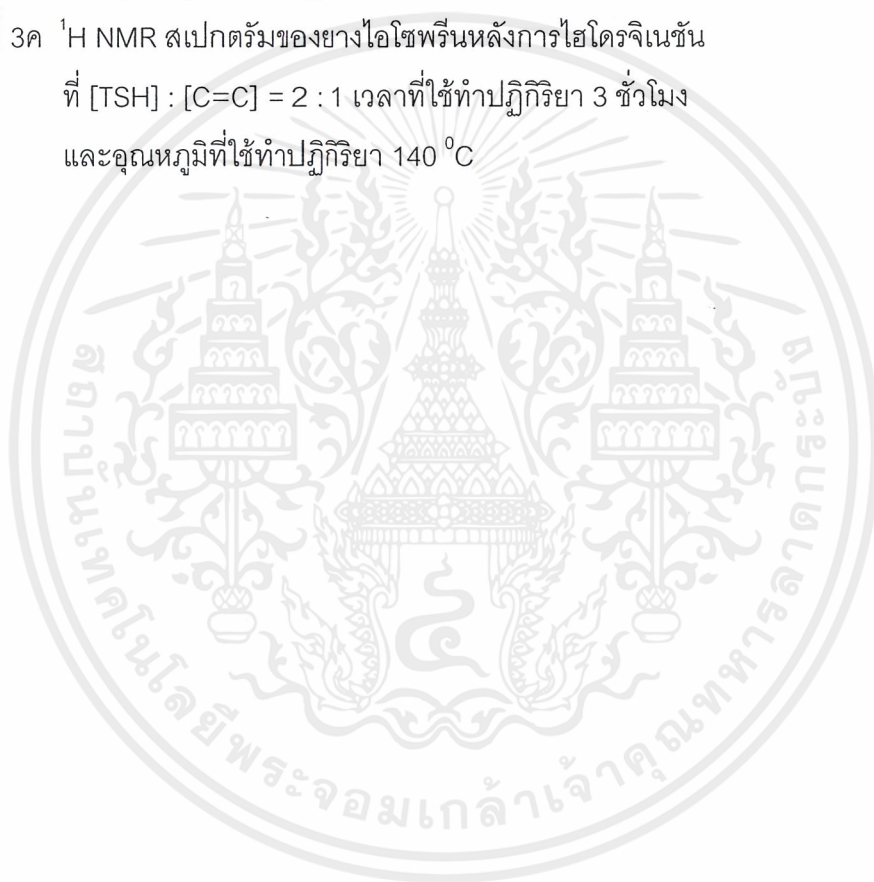
	หน้า
รูปที่ 2.1 สารตั้งต้นของไดอิมิด (a) potassium azodicarboxylate (b) benzenesulfonylhydrazide (c) <i>p</i> -toluenesulfonylhydrazide	6
รูปที่ 2.2 สูตรโครงสร้างของยางไอโซพรีน	14
รูปที่ 2.3 โครงสร้างของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจิเนชัน	15
รูปที่ 2.4 กราฟการหาเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชัน	17
รูปที่ 2.5 สูตรโครงสร้างของยางเอทิลีน-พรอพิลีน (EPR)	18
รูปที่ 4.1 ลักษณะของ TSH ก่อนและหลังการตกผลึกใหม่	32
รูปที่ 4.2 โครงสร้างของยางไอโซพรีน	34
รูปที่ 4.3 <sup>1</sup> H NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนก่อนการไฮโดรจิเนชัน	34
รูปที่ 4.4 โครงสร้างของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน	35
รูปที่ 4.5 <sup>1</sup> H NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชันสมบูรณ์	35
รูปที่ 4.6 โครงสร้างของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจิเนชัน	36
รูปที่ 4.7 <sup>1</sup> H NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนที่เกิดการไฮโดรจิเนชันไม่สมบูรณ์	37
รูปที่ 4.8 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน ที่เวลาต่างๆ	41
รูปที่ 4.9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง log (rate) กับ log [TSH]	45
รูปที่ 4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันกับเวลา ที่อัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] ต่าง ๆ กัน	46
รูปที่ 4.11 โคโรมาโทแกรมจาก GPC ของยางไอโซพรีน	49
รูปที่ 4.12 โคโรมาโทแกรมจาก GPC ของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน 12 ชั่วโมง	50
รูปที่ 1ก <sup>1</sup> H NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนก่อนการไฮโดรจิเนชัน	57
รูปที่ 2ก <sup>1</sup> H NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 5 : 1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา 140 °C	58

## สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 3ก $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 5 : 1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา $140\text{ }^\circ\text{C}$	59
รูปที่ 4ก $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 5 : 1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา $140\text{ }^\circ\text{C}$	60
รูปที่ 5ก $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 5 : 1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา $140\text{ }^\circ\text{C}$	61
รูปที่ 6ก $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 5 : 1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา $140\text{ }^\circ\text{C}$	62
รูปที่ 7ก $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 5 : 1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 0.5 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา $140\text{ }^\circ\text{C}$	63
รูปที่ 1ข $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 2 : 1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 0.5 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา $140\text{ }^\circ\text{C}$	65
รูปที่ 2ข $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 3 : 1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 0.5 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา $140\text{ }^\circ\text{C}$	66
รูปที่ 1ค $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 2 : 1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา $120\text{ }^\circ\text{C}$	68

## สารบัญญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2ค $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 2 : 1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา $130\text{ }^\circ\text{C}$	69
รูปที่ 3ค $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 2 : 1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา $140\text{ }^\circ\text{C}$	70



## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ที่มาของงานวิจัย

การไฮโดรจิเนชันเป็นการเปลี่ยนพันธะไม่อิ่มตัวของคาร์บอน-คาร์บอนให้เป็นพันธะที่อิ่มตัวของคาร์บอน-คาร์บอนซึ่งมีประโยชน์อย่างมากในทางอุตสาหกรรม เช่น การผลิตไขมันอิ่มตัวเพื่อใช้ในการทำอาหาร จากน้ำมันพืชที่ไม่อิ่มตัว การผลิตยางเอทิลีน-พรอพิลีน (Ethylene-propylene rubber, EPR) จากยางไอโซพรีน ซึ่งยางเอทิลีน-พรอพิลีนนี้สามารถใช้เป็นสารช่วยผสมในการผสมพอลิเมอร์ระหว่าง พอลิเอทิลีนกับพอลิพรอพิลีน ซึ่งพอลิเมอร์ทั้งสองนั้นมีการใช้งานในปริมาณมาก โดยสารช่วยผสมจะทำให้พอลิเมอร์ทั้งสองเข้ากันได้ดีขึ้น นอกจากนี้กระบวนการผลิตยางเอทิลีน-พรอพิลีนในปัจจุบันยังมีความยุ่งยากซับซ้อน และให้เปอร์เซ็นต์ผลผลิตในปริมาณน้อย ในงานวิจัยนี้ทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการไฮโดรจิเนชันยางไอโซพรีน โดยใช้รีเอเจนต์ (TSH) ปริมาณน้อยและเวลาในการเกิดปฏิกิริยาล้น แต่ให้เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันมากที่สุด คือ 100 เปอร์เซ็นต์

#### 1.2 จุดประสงค์

เพื่อให้ทราบอิทธิพลของเวลา ความเข้มข้นของพาราโทลูอินซิลไฟนิลไฮดราไซด์ และอุณหภูมิของปฏิกิริยา ที่มีต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน

#### 1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1. ศึกษาอิทธิพลของเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีนโดยให้ความเข้มข้นของ TSH คงที่
2. ศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของ TSH ที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน
3. ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 1.4 ขั้นตอนวิจัยและดำเนินงาน

1. เตรียมสารตั้งต้นและตัวทำละลายที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา
2. ศึกษาอิทธิพลของเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน
3. ศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของ TSH ที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] เป็น 2 : 1 3 : 1 และ 5 : 1
4. ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน โดยอุณหภูมิที่ใช้เป็น 120 130 และ 140 °C
5. ตรวจสอบเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชัน ด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (NMR)

#### 1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ทำให้ทราบสภาวะที่เหมาะสมในการไฮโดรจีเนชันยางไอโซพรีน
2. ทำให้ทราบอิทธิพลของเวลา ความเข้มข้นของ TSH และอุณหภูมิ ที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน
3. ทำให้ได้ยางเอทิลีน-พรอดิลีน (EPR) เพื่อนำไปใช้เป็นสารช่วยผสมในพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนกับพอลิพรอดิลีนต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและหลักการ

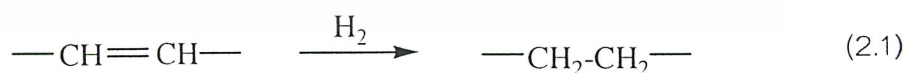
ปัจจุบันมีพอลิไดอินหลายชนิดที่มีความสำคัญในเชิงการค้า ตัวอย่างเช่น ยางธรรมชาติ (IR) พอลิสไตรีนบิวตะไดอิน (SBR) เนื่องจากพอลิเมอร์เหล่านี้มีสมบัติทางฟิสิกส์ตามที่ต้องการ และสามารถทำการปรับปรุงโดยวิธีการทางเคมีได้ เนื่องจากมีพันธะคู่อยู่ในสายโซ่

การปรับปรุงทางเคมีของพอลิเมอร์ เป็นกระบวนการปรับปรุงหลังการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแล้ว ซึ่งมีอยู่หลายวิธีด้วยกัน ได้แก่ การเชื่อมโยงของสายโซ่ การเกิดไอโซเมอร์ไรเซชัน การออกซิเดชัน การกราฟท์ (Grafting) การแตกพันธะ และการปิดวง (Cyclization) แต่ในช่วงไม่กี่ปีที่ผ่านมาได้มีการนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นโลหะมาใช้ปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ที่ไม่อิ่มตัวนั้น เช่น การไฮโดรจิเนชัน ไฮดรอกซีคาร์บอกซีเลชัน ไฮโดรฟอร์มิลเลชัน และ ไฮดรอกซีเมทิลเลชัน [1]

งานวิจัยนี้ศึกษาการไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน เนื่องจากยางไอโซพรีนมีพันธะคู่ที่ไม่อิ่มตัวอยู่ในสายโซ่ เป็นสาเหตุให้สามารถถูกทำลายด้วยความร้อน ออกซิเจนหรือโอโซน และสารเคมีได้ง่าย นอกจากนี้ยางไอโซพรีนที่ถูกไฮโดรจิเนตได้อย่างสมบูรณ์จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นพอลิเมอร์ร่วมของเอทิลีน-พโรพิลีนแบบสลับ (Ethylene-alt-propylene copolymer) ซึ่งสามารถนำไปใช้เป็นสารช่วยผสมของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิพโรพิลีนได้

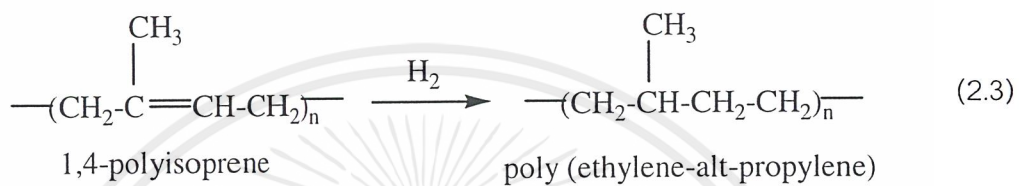
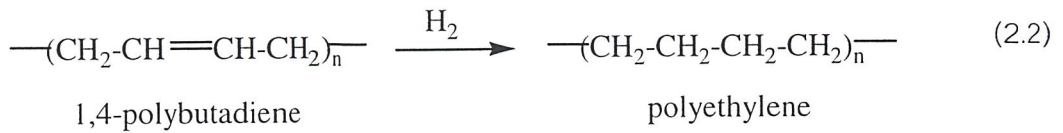
#### 2.1 การไฮโดรจิเนชัน

การไฮโดรจิเนชันเป็นปฏิกิริยาการเติมโมเลกุลของไฮโดรเจนให้กับพันธะที่ไม่อิ่มตัวของคาร์บอน-คาร์บอนให้เป็นพันธะที่อิ่มตัวของคาร์บอน-คาร์บอน



การไฮโดรจิเนชันนี้ถือเป็นวิธีที่สำคัญวิธีหนึ่งในการสังเคราะห์พอลิเมอร์ชนิดใหม่ ๆ ทั้งที่เป็นไฮโมพอลิเมอร์และบล็อกโคพอลิเมอร์ ทั้งนี้โครงสร้างและสมบัติของไฮโดรจิเนตพอลิเมอร์นั้นขึ้นอยู่กับชนิดของพอลิเมอร์ตั้งต้นและเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชัน [1]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



การไฮโดรจิเนชันของพอลิเมอร์ แบ่งได้ 2 ชนิด คือ

- การไฮโดรจิเนชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalytic hydrogenation)
- การไฮโดรจิเนชันโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (Non-catalytic hydrogenation)

#### 2.1.1 การไฮโดรจิเนชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalytic hydrogenation)

การไฮโดรจิเนชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นการเติมอะตอมของไฮโดรเจนไปที่พันธะคู่ หรือ หมู่ที่ว่องไวต่ออะตอมของไฮโดรเจนโดยผ่านตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นโลหะทรานสิชัน ความดันไฮโดรเจนปานกลางถึงสูง (3-100 atm หรือสูงกว่านั้น) [2] ดังนั้นเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้จะต้องทนต่อความดันสูง ๆ ได้ การไฮโดรจิเนชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถแบ่งตามลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ 2 ชนิด [1,2] คือ

##### 1. การไฮโดรจิเนชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเนื้อเดียว

(Homogeneous catalytic hydrogenation)

การไฮโดรจิเนชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเนื้อเดียวเป็นการไฮโดรจิเนชันที่ตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถละลายได้ในสารละลาย ลักษณะโดยทั่วไปเป็นดังนี้

- เปอร์เซ็นต์การลดลงของพันธะคู่ที่ไม่อิ่มตัวสูง (High yield conversion)
- บางครั้งทำให้เกิดการขาดของสายโซ่ (Chain scission)
- มักเกิดการปนเปื้อนของโลหะเนื่องจากการกรองหรือสกัดตัวเร่งปฏิกิริยาออกได้ยาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวอย่างของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเนื้อเดียว

- ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล เช่น นิกเกิลออกทาทาโนเอท นิกเกิลคีเลตกับฟีนอล
- ตัวเร่งปฏิกิริยาโรเดียม เช่น ทริสไตรฟีนิลฟอสฟีนโรเดียม(I)คลอไรด์ (tris (triphenylphosphine) rhodium(I)chloride,  $P(C_6H_5)_3RhCl$ )
- ตัวเร่งปฏิกิริยาพัลลาเดียม เช่น พัลลาเดียม(II)อะซิเตต (Palladium(II)acetate,  $[Pd(CH_3COO)_2]_3$ )

2. การไฮโดรจิเนชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบไม่เป็นเนื้อเดียว

(Heterogeneous catalytic hydrogenation)

การไฮโดรจิเนชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบไม่เป็นเนื้อเดียวนั้น เป็นการไฮโดรจิเนชันที่ตัวเร่งปฏิกิริยาไม่ละลายในสารละลาย ลักษณะโดยทั่วไปเป็นดังนี้

- เปอร์เซ็นต์การลดลงของพันธะไม่อิ่มตัวสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเนื้อเดียว
- เกิดการขาดของสายโซ่ต่ำ
- ไม่เกิดการปนเปื้อนของตัวเร่งปฏิกิริยา
- กรองตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากสารละลายได้ง่าย
- อัตราเร็วของปฏิกิริยาช้ากว่าการไฮโดรจิเนชันแบบเนื้อเดียว เมื่อสภาวะที่ใช้เหมือนกัน

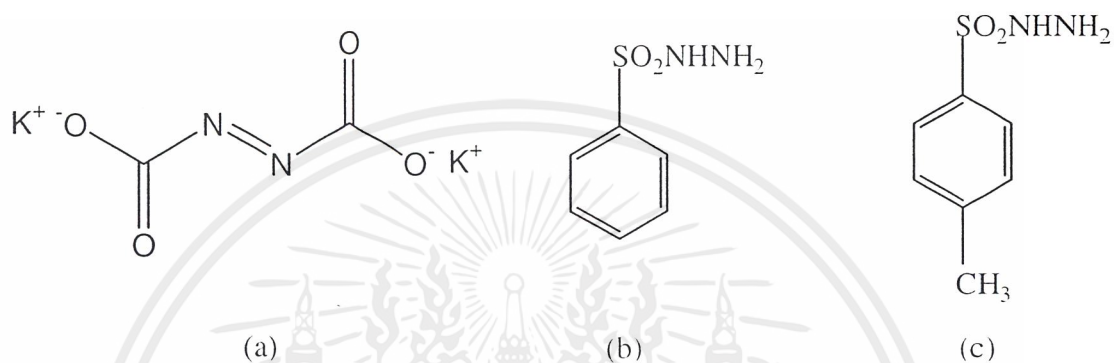
ตัวอย่างของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบไม่เป็นเนื้อเดียว

- ออกไซด์ของนิกเกิล
- พัลลาเดียมบนแคลเซียมคาร์บอเนต ( $Pd/CaCO_3$ )
- พัลลาเดียมบนคาร์บอน ( $Pd/C$ )
- พัลลาเดียมบนแบเรียมซัลเฟต ( $Pd/BaSO_4$ )

2.1.2 การไฮโดรจิเนชันโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (Non-catalytic hydrogenation)

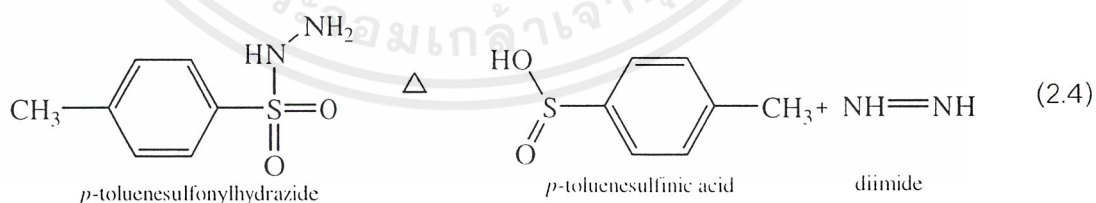
การไฮโดรจิเนชันโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา นิยมใช้ในห้องปฏิบัติการ เครื่องมือที่ใช้ไม่ต้องทนความดันสูง ไดอิมิด (Diimide) เป็นรีเอเจนต์ชนิดหนึ่งที่ได้รับค่านิยมในการใช้เตรียมพวกไฮโดรจิเนตพอลิเมอร์

Diimide สามารถเกิดได้จากหลายวิธี เช่น เกิดจากการออกซิเดชันของไฮดราซีน (Hydrazine,  $\text{NH}_2\text{NH}_2$ ) โดยมีคอปเปอร์(II)ไอออน ( $\text{Cu}^{2+}$ ) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หรือเกิดจากปฏิกิริยาดีคาร์บอกซิเลชันของโพแทสเซียม เอโซไดคาร์บอกซิเลต (a) การสลายตัวทางความร้อนของเบนซีนซัลโฟนิลไฮดราไซด์ (b) หรือพาราโทลูอินซัลโฟนิลไฮดราไซด์ (c)



รูปที่ 2.1 สารตั้งต้นของไดอิมิด (a) potassium azodicarboxylate (b) benzenesulfonylhydrazide (c) *p*-toluenesulfonylhydrazide

งานวิจัยนี้ใช้ไดอิมิด (Diimide) ที่เกิดจากการสลายตัวทางความร้อน ที่อุณหภูมิ  $110\text{-}160\text{ }^\circ\text{C}$  [3] ของพาราโทลูอินซัลโฟนิลไฮดราไซด์ (TSH) เป็นตัวเติมไฮโดรเจนให้กับพันธะคู่ของยางไอโซพรีน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



อย่างไรก็ตามการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงนั้นเกิดได้ช้ากว่าการไฮโดรจิเนชันของไดอิมิด (Diimide) [1] และพบว่าการเติมเออร์แกนออกซ์ 1010 แอนติออกซิแดนท์ลงในปฏิกิริยา ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงและการขาดของสายโซ่น้อยมาก [6]

ปฏิกิริยาข้างเคียงอื่นที่เกิดแข่งขันกับการเกิดไฮโดรจิเนชันของไดอิมิด (Diimide) ที่สำคัญอีกปฏิกิริยาหนึ่ง ได้แก่ ส่วนของไดอิมิด (Diimide) เกิดปฏิกิริยากันเองให้ก๊าซไนโตรเจนและไฮโดรซีน ดังสมการ 2.8 [1]



ดังนั้นอัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] / [C=C] ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันอย่างสมบูรณ์จึงสูงกว่า 1.0 ในทุกงานวิจัยที่ผ่านมา [1,3-6] อย่างไรก็ตามการใช้ไดอิมิด (Diimide) ในการไฮโดรจิเนชันมีข้อดีหลายอย่าง จึงทำให้ได้รับความสนใจในการนำไปปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์

ข้อดีของการไฮโดรจิเนชันโดยใช้ไดอิมิด [1, 3-6]

1. ปฏิกิริยาเป็นแบบเนื้อเดียว
2. ปฏิกิริยาสามารถเกิดได้ที่ความดันบรรยากาศและอุณหภูมิต่ำกว่า 160 °C
3. TSH มีความเสถียรที่อุณหภูมิห้อง
4. เครื่องมือและวิธีการทำปฏิกิริยาไม่ยุ่งยาก
5. ให้เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันสูง

## 2.2 อัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยา [7-8]

ก่อนที่ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นต้องมีการชนกันระหว่างอนุภาคของสารตั้งต้นที่เข้าทำปฏิกิริยา โดยที่การชนกันของอออนหรือโมเลกุลเหล่านั้น จะต้องชนกันด้วยพลังงานที่เพียงพอปฏิกิริยาจึงจะเกิดขึ้นได้ เราเรียกพลังงานจำนวนน้อยที่สุดที่จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้ว่า พลังงานก่อกัมมันต์ ถ้าการชนกันนั้นมีพลังงานไม่สูงถึงพลังงานก่อกัมมันต์ อนุภาคที่ชนกันจะแยกออกจากกัน คล้ายกับการชนกันของลูกบิลเลียด ปฏิกิริยาไม่เกิดขึ้น

### 2.2.1 อัตราเร็วของปฏิกิริยาในสารละลาย

ในวิชาภาคก๊าซ อนุภาคของตัวทำปฏิกิริยาเคลื่อนที่อย่างอิสระด้วยความเร็วสูง และเมื่อชนกันแล้ว ถ้าปฏิกิริยายังไม่เกิด อนุภาคจะแยกออกจากกันไปอย่างรวดเร็ว ระยะเวลาที่เข้ามาอยู่ใกล้ชิดกันนั้นสั้นมาก

ในวิชาภาคของเหลว เช่น ในสารละลาย มีความแตกต่างออกไป นอกจากอนุภาคของตัวทำปฏิกิริยาแล้วยังมีอนุภาคตัวทำละลายปะปนอยู่ด้วย ขณะที่ตัวทำปฏิกิริยาเคลื่อนที่ไปจะมีตัวทำละลายห้อมล้อมอยู่รอบ ๆ ดังนั้นตัวทำปฏิกิริยาจึงเคลื่อนที่ไปได้ไม่เร็ว อัตราของปฏิกิริยาในสารละลายเกี่ยวข้องกับตัวแปรหลายประการด้วยกัน ชนิดของตัวทำละลายเป็นตัวแปรหนึ่ง ถ้าอนุภาคของตัวทำละลายมีขนาดใหญ่และมีแรงดึงดูดต่อกันมาก อนุภาคตัวทำละลายจะคอยกันมิให้ตัวทำปฏิกิริยาเคลื่อนที่ไปมาได้สะดวก โอกาสการเข้าชนกันเกิดได้น้อย สาเหตุอะไรก็ตามที่ทำให้ตัวทำปฏิกิริยาแพร่ไปในสารละลายยาก จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดช้า อีกประการหนึ่ง สมบัติของตัวทำปฏิกิริยา ตัวทำละลาย และสารเชิงซ้อนกัมมันต์ ต้องสอดคล้องกัน กล่าวคือ ถ้าตัวทำปฏิกิริยาที่ชนกันเป็นสารไม่มีขั้ว และตัวทำละลายเป็นสารไม่มีขั้วด้วย ปฏิกิริยาเกิดขึ้นเร็วมาก เกือบเท่าความเร็วของปฏิกิริยาในวิชาภาคก๊าซ ถ้าตัวทำละลายบังเอิญมีปฏิกิริยาต่อกันกับตัวทำปฏิกิริยา เช่นนี้ตัวทำละลายก็อาจมีส่วนร่วมในปฏิกิริยาบางขั้นตอนในกลไกปฏิกิริยา

ถึงแม้ว่าการที่มีตัวทำละลายห้อมล้อมตัวทำปฏิกิริยา ทำให้โอกาสที่อนุภาคตัวทำปฏิกิริยาชนกันได้มีอยู่น้อย อันเป็นสาเหตุให้อัตราของปฏิกิริยาลดลง แต่การมีอนุภาคตัวทำละลายห้อมล้อมนี้เป็น好事อีกอย่างหนึ่ง นั่นคือคอยกันมิให้อนุภาคตัวทำปฏิกิริยาแยกห่างออกจากกันไปเร็วนัก ไม่เหมือนกับในกรณีของก๊าซ ซึ่งหลังการชนกันแล้วถ้าไม่เกิดปฏิกิริยา อนุภาคแยกห่างกันอย่างรวดเร็ว แต่สำหรับปฏิกิริยาในสารละลาย เนื่องจากมีอนุภาคของตัวทำละลายล้อมรอบไว้ ถ้าอนุภาคตัวทำปฏิกิริยาชนกันแล้วไม่เป็นผลสำเร็จ เนื่องจากมีพลังงานไม่เพียงพอหรือหันเหตัวเข้าชนกันไม่ถูกทิศทาง ทำให้อนุภาคไม่จากกันไปไกลทันที ในระหว่างที่ยังคงอยู่ใกล้กันนี้ โอกาสที่จะได้รับพลังงานเพิ่มเติมจากอนุภาค ตัวทำละลายที่อยู่ข้างเคียง หรือโอกาสที่หันเหตัวเข้าชนกันอย่างถูกทิศทางยังมีอยู่ และมันอาจชนกันได้มากมายหลายร้อยครั้ง ดังนั้นการที่ถูกห้อมล้อมด้วยตัวทำละลายเช่นนี้ทำให้จำนวนการชนแล้วบังเกิดผลสำเร็จมากขึ้นเป็นการเพิ่มอัตราของปฏิกิริยาไปในตัว

### 2.2.2 ปัจจัยที่มีผลต่ออัตราเร็วของปฏิกิริยาเคมี

การเกิดของปฏิกิริยาเคมีต่าง ๆ นั้นจะมีความเร็วไม่เท่ากัน เช่น การเกิดสนิมของเหล็กเป็นไปอย่างช้า ๆ ในขณะที่การสลายตัวของระเบิด TNT (Trinitro Toluene) เป็นไปอย่างรวดเร็ว ซึ่งสาขาของวิชาที่เกี่ยวข้องกับอัตราเร็วของปฏิกิริยาเคมี เรียกว่า จลนพลศาสตร์เคมี (Chemical kinetics)

จากการทดลองพบว่าอัตราเร็วของปฏิกิริยาทั่วไปขึ้นอยู่กับ

1. ธรรมชาติของสารตั้งต้น
2. ความเข้มข้นของสารตั้งต้น
3. อุณหภูมิ
4. ตัวเร่งปฏิกิริยา

#### ความเข้มข้น

การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลาย ทำให้จำนวนอนุภาคต่อหน่วยปริมาตรเปลี่ยนแปลงไป ยิ่งจำนวนอนุภาคมากขึ้นโอกาสการชนกันของอนุภาคที่เข้าทำปฏิกิริยาก็มากขึ้นด้วย ดังนั้นการเพิ่มขึ้นของความเข้มข้นสารละลายจะทำให้จำนวนครั้งของการชนกันต่อเวลาเพิ่มขึ้น จึงมีผลทำให้อัตราเร็วของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน

#### อุณหภูมิ

เป็นที่ทราบกันดีว่าอุณหภูมิมีความสัมพันธ์โดยตรงกับพลังงานจลน์ของอนุภาค การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ ทำให้อนุภาคมีพลังงานจลน์เพิ่มขึ้น ซึ่งทำให้ความเร็วของอนุภาค และจำนวนอนุภาคที่มีพลังงานสูงพอที่ทำให้พลังงานศักย์ของระบบเกินพลังงานก่อกัมมันต์เพิ่มขึ้น มีผลทำให้จำนวนครั้งการชนต่อหน่วยเวลาเพิ่มขึ้นในที่สุด ทำให้มีโอกาสในการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิทุก ๆ  $10^{\circ}\text{C}$  จะทำให้อัตราเร็วของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นเป็น 2 เท่า

#### ตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยาช่วยลดพลังงานของการชนเพื่อเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็วขึ้น แม้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาจะเข้าไปมีส่วนร่วมในปฏิกิริยา แต่จะกลับออกมาเมื่อปฏิกิริยาลิ้นสุดลง โดยที่สมบัติทางเคมียังเหมือนเดิม

การศึกษาจลนศาสตร์ของปฏิกิริยาเคมี ทำได้โดยการศึกษาจากอัตราเร็วของปฏิกิริยา โดยในปฏิกิริยาหนึ่ง ๆ พบว่าขณะที่ปฏิกิริยาดำเนินไปนั้น ปริมาณของสารตั้งต้นจะลดลง แต่ ปริมาณของผลิตภัณฑ์จะเพิ่มขึ้น อัตราเร็วของปฏิกิริยาจึงหาได้จากการเปลี่ยนแปลงปริมาณของ สารตั้งต้นหรือผลิตภัณฑ์ต่อหน่วยเวลา

$$\text{อัตราเร็วของการหายไปของสารตั้งต้น} = -\frac{1 \text{ (จำนวนโมลที่หายไป)}}{n \text{ (เวลาที่ใช้)}} \quad (2.9)$$

$$\text{อัตราเร็วของการเกิดผลิตภัณฑ์} = +\frac{1 \text{ (จำนวนโมลที่เกิดขึ้น)}}{n \text{ (เวลาที่ใช้)}} \quad (2.10)$$

โดย  $n$  เป็นสัมประสิทธิ์ปริมาณสัมพันธ์ของสารนั้น ๆ ในปฏิกิริยาเคมีที่ดุลแล้ว

ถ้าอัตราเร็วแสดงในหน่วยของความเข้มข้น โมล/ลิตร ดังนั้นอัตราเร็วของปฏิกิริยาจึงต้อง หารด้วยปริมาตร ดังแสดงต่อไปนี้

$$\text{อัตราเร็ว (โมล/วินาที - ลิตร)} = +\frac{1 \text{ (จำนวนโมลที่เกิดขึ้น)}}{n \text{ (เวลาที่ใช้)}} \frac{1}{\text{(ปริมาตร)}} \quad (2.11)$$

$$\text{อัตราเร็ว (โมล/วินาที - ลิตร)} = +\frac{1 \text{ (ความเข้มข้นที่เปลี่ยนแปลง)}}{n \text{ (เวลาที่ใช้)}} \quad (2.12)$$

อัตราเร็วของปฏิกิริยาไม่สามารถทำนายจากสมการเคมีที่ดุลแล้วได้ เนื่องจากอันดับของ ปฏิกิริยาต้องหาจากการทดลองเท่านั้น ตัวอย่างเช่น



$$\text{อัตราเร็วของปฏิกิริยา} = k[A]^a[B]^b \quad (2.13)$$

โดย  $[A]$  และ  $[B]$  เป็นความเข้มข้นที่เป็น โมล/ลิตร ของสารตั้งต้น  $A$  และ  $B$  ส่วน  $a$  และ  $b$  เป็นเลขชี้กำลังที่เรียกว่าอันดับของปฏิกิริยาของสาร  $A$  และ  $B$  ที่ต้องหาจากการทดลอง เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$k$  เป็นค่าคงที่ เรียกว่า ค่าคงที่อัตราเร็วที่ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ โดยมีค่ามากขึ้น เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น จะเห็นได้ว่าอัตราเร็วของปฏิกิริยาที่  $k$  มีค่ามาก ปฏิกิริยาเกิดได้เร็ว

อันดับรวมของปฏิกิริยาได้จากการรวมอันดับย่อย  $a$  และ  $b$  เข้าด้วยกัน ตัวอย่างเช่น ปฏิกิริยาที่มีกฎอัตราดังนี้ [7]

$$\text{อัตราเร็ว} = k[\text{NO}]^2[\text{H}_2]^1 \quad (2.14)$$

อันดับของปฏิกิริยาเป็นอันดับสองในแง่ของ NO และเป็นอันดับหนึ่งในแง่ของ  $\text{H}_2$  และมีอันดับรวมของปฏิกิริยาเป็นสาม

ในแง่ของ NO ที่มีอันดับของปฏิกิริยาเป็นอันดับสอง คือ เมื่อความเข้มข้นของ NO เพิ่มขึ้นเป็นสามเท่า อัตราเร็วของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นเป็น  $3^2$  (9) เท่า ขณะที่ในแง่ของ  $\text{H}_2$  มีอันดับของปฏิกิริยาเป็นอันดับหนึ่ง เมื่อความเข้มข้นของ  $\text{H}_2$  เพิ่มขึ้นเป็นสามเท่า อัตราเร็วของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นเป็น  $3^1$  (3) เท่า เหมือนกับความเข้มข้น ดังนั้นในการทดลองจะหาอันดับย่อยของปฏิกิริยาในส่วนของสารตั้งต้นแต่ละตัวได้ โดยการเปรียบเทียบอัตราเร็วที่เปลี่ยนไปเมื่อความเข้มข้นของสารตั้งต้นตัวนั้นมีการเปลี่ยนแปลง ในขณะที่สารตั้งต้นตัวอื่น ๆ ถูกกำหนดให้มีความเข้มข้นคงที่

ผลของอุณหภูมิต่ออัตราเร็วของปฏิกิริยา ศึกษาจากความสัมพันธ์ของอาร์เรเนียส ซึ่งพบว่าความสัมพันธ์ระหว่างอัตราเร็วกับอุณหภูมิมักเป็นไปตามสมการต่อไปนี้

$$k = Ae^{-E_a/RT} \quad (2.15)$$

เมื่อ  $k$  = ค่าคงที่อัตรา (Rate constant)

$A$  = อาร์เรเนียสแฟกเตอร์ (เกี่ยวกับจำนวนการชน การหันเหทิศทาง และอื่น ๆ)

$e$  = 2.718 (ฐานของลอการิทึมธรรมชาติ)

$E_a$  = พลังงานก่อกัมมันต์ (Activation energy)

$R$  = ค่าคงที่ของแก๊ส (Gas constant) = 8.134 J/mol-K

$T$  = อุณหภูมิสัมบูรณ์ (Absolute temperature)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\text{จากสมการ (2.14)} \quad \ln k = \ln A - \frac{E_a}{RT} \quad (2.16)$$

$$\text{ทำให้เป็น } \log_{10} \quad \log k = \frac{-E_a}{2.303R} \frac{1}{T} + \text{ค่าคงที่} \quad (2.17)$$

เมื่อหาค่า  $k$  ที่อุณหภูมิต่าง ๆ หลายอุณหภูมิ แล้วทำกราฟความสัมพันธ์ของ  $\log k$  กับ  $1/T$  ได้กราฟเป็นเส้นตรงที่มีความชัน =  $\frac{-E_a}{2.303RT}$  ซึ่งสามารถนำไปคำนวณพลังงานก่อกัมมันต์

( $E_a$ ) ได้

ถ้าทราบค่า  $k$  ที่อุณหภูมิต่างกันเพียงสองอุณหภูมิ เช่น ที่  $T_1$  และ  $T_2$  ก็อาจเขียนสมการได้ดังนี้

$$\log k_1 = \frac{-E_a}{2.303R} \frac{1}{T_1} + \text{ค่าคงที่}$$

$$\log k_2 = \frac{-E_a}{2.303R} \frac{1}{T_2} + \text{ค่าคงที่}$$

$$\log k_2 - \log k_1 = \frac{-E_a}{2.303R} \left[ \frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right]$$

$$\log k_2 / k_1 = \frac{E_a}{2.303R} \left[ \frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right] \quad (2.18)$$

ดังนั้นถ้าทราบค่า  $k_1$ ,  $k_2$ ,  $T_1$  และ  $T_2$  สามารถนำไปคำนวณหาค่า  $E_a$  ได้

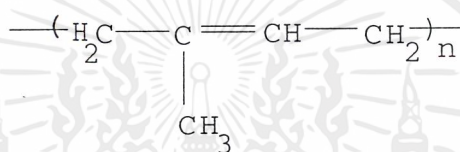
ในงานวิจัยนี้ ขั้นแรกจะศึกษาผลของเวลาที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันโดยให้อัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] คงที่ แล้วนำผลที่ได้เขียนกราฟระหว่างเปอร์เซ็นต์ไฮโดรจิเนชันเทียบกับเวลา หลังจากนั้นเลือกเวลาที่เหมาะสมเพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของ TSH ที่มีต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชัน โดยเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ TSH และให้ความเข้มข้นของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ยางไอโซพรีนและเวลาคงที่ แล้วคำนวณหาอันดับปฏิกิริยาของ TSH จากผลในขั้นตอนนี้ถูกนำมาเลือกอัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่ออัตราเร็วของปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชัน

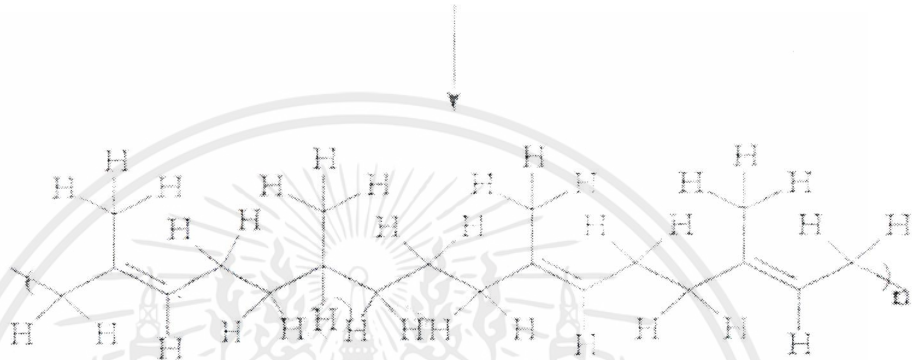
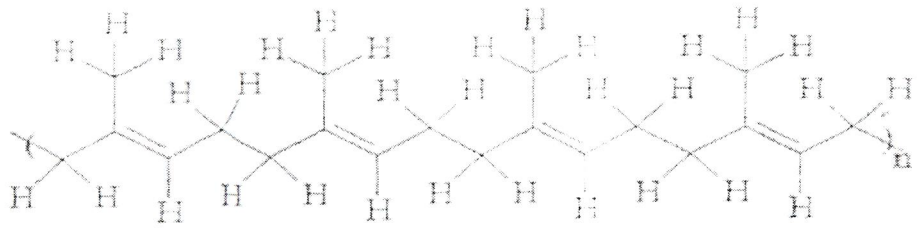
### 2.3 การหาเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน [2]

เปอร์เซ็นต์ไฮโดรจีเนชันหาได้จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันกับอัตราส่วนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัว (Saturated hydrogen) ต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว (Unsaturated hydrogen)



รูปที่ 2.2 สูตรโครงสร้างของยางไอโซพรีน

จากโครงสร้างของยางไอโซพรีน พบว่าในหนึ่งหน่วยของยางไอโซพรีนมีอัตราส่วนของไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวเท่ากับ 7 : 1 แสดงว่า เมื่อไม่มีการไฮโดรจีเนชัน ไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวเท่ากับ 7 : 1 ถ้าทำการไฮโดรจีเนชันไป 25% แสดงว่าทุก ๆ 4 หน่วยของยางไอโซพรีนถูกทำการไฮโดรจีเนชัน 1 หน่วย ซึ่งเห็นว่าจำนวนของไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวลดลง 1 อะตอมและไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวจะเพิ่มขึ้น 3 อะตอม ทำให้มีอัตราส่วนของไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวเท่ากับ 31 : 3 ดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจิเนชัน

และในทำนองเดียวกันที่ยางไอโซพรีนถูกไฮโดรจิเนชันไป 50% และ 75% มีอัตราส่วนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวเท่ากับ 17 : 1 และ 37 : 1 ตามลำดับ ส่วนที่ทำการไฮโดรจิเนชัน 100% นั้น จำนวนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวเท่ากับ 0 ทำให้อัตราส่วนของไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวมีค่าอนันต์ ดังนั้นจะได้ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันกับอัตราส่วนของไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ไฮโดรเจนชั้นกับอัตราส่วนของไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว

% การไฮโดรเจนชั้น	Saturated H / Unsaturated H
0	7
25	31/3
50	17
75	37
100	$\alpha$

จากความสัมพันธ์ดังกล่าวสามารถแก้สมการเพื่อสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดรเจนชั้นกับอัตราส่วนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวโดยใช้สมการ (2.19)

$$(y-100)(x-a) = b \quad (2.19)$$

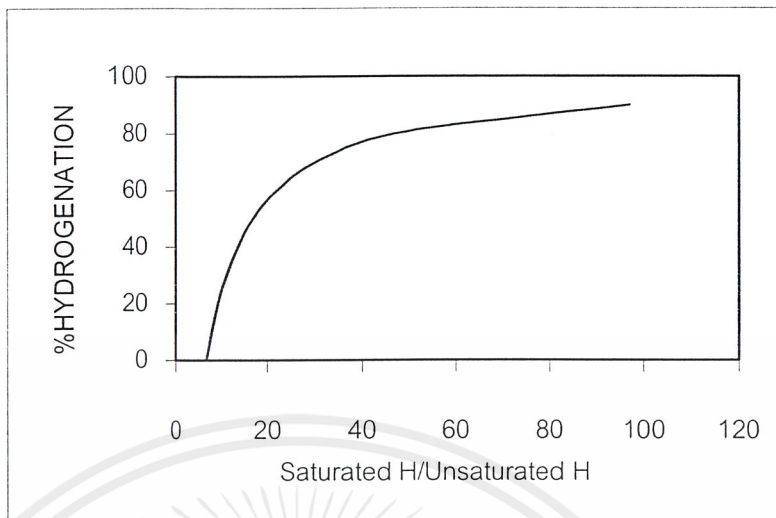
เมื่อ  $y$  คือ เปอร์เซ็นต์การไฮโดรเจนชั้น

$x$  คือ อัตราส่วนของไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว

เมื่อแทนค่า  $x$  และ  $y$  จะได้สมการ

$$y = 100 - 1000/(x + 3) \quad (2.20)$$

จากสมการนี้สามารถนำไปสร้างกราฟได้ดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 กราฟหาเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชัน

#### 2.4 ยางไอโซพรีน (Isoprene Rubber, IR) [2,9]

พอลิไอโซพรีนที่ใช้เป็นยางสังเคราะห์ที่มีโครงสร้างเช่นเดียวกับยางธรรมชาติ ยางไอโซพรีนมีน้ำหนักโมเลกุลสูง ทำให้เกิดการเกี่ยวพันกันของสายโซ่และมีการละลายต่ำ แต่สามารถละลายได้ในของเหลวที่มีค่าการละลายที่ใกล้เคียงกันและสามารถเกิดปฏิกิริยากับสารเคมีที่มีความว่องไวต่อพันธะคู่หรือเกิดพันธะเชื่อมโยงเป็นโครงร่างแหสามมิติได้ ปกติยางเป็นสารที่มีความยืดหยุ่นสูง สามารถเปลี่ยนแปลงขนาดได้หลายเท่าเมื่อมีการให้แรง และกลับคืนสู่รูปร่างเดิมเมื่อทำการปล่อยแรง ยางไอโซพรีนมีอุณหภูมิสถานะคล้ายแก้ว ( $T_g$ ) ต่ำ คือ ประมาณ  $-73\text{ }^{\circ}\text{C}$  และอุณหภูมิหลอมเหลว ( $T_m$ ) ประมาณ  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$

ยางไอโซพรีนสังเคราะห์มีความแข็งแรงและการยึดติดน้อยกว่ายางธรรมชาติ และอัตราการเกิดผลึกและการเสียสภาพน้อยกว่ายางธรรมชาติ

กระบวนการสังเคราะห์ยางไอโซพรีน สามารถทำได้ 2 วิธี คือ

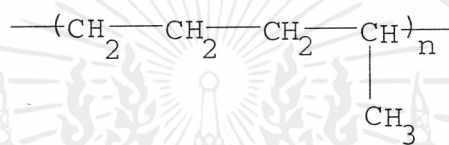
##### 1. ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบไอออนิก (Anionic Polymerization)

- Butyl lithium ( $\text{Bu}^-\text{Li}^+$ ) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
- เกิด 92-95% cis-1,4
- ควบคุมน้ำหนักโมเลกุลได้ดีและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล (MWD) แคบ
- % conversion สูง

## 2. ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบโคออดิเนชัน (Coordination Polymerization)

- Ziegler-Natta เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
- เป็น heterogeneous catalyst
- เกิด 96-98% cis-1,4
- การกระจายน้ำหนักโมเลกุลกว้าง (Broader MWD) เนื่องจากมีโซ่กิ่งมาก
- ต้องควบคุมไม่ให้ % conversion มากกว่า 80% เพื่อป้องกันการเกิด gel

### 2.5 ยางเอทิลีน-พรอพิลีน (EPR) [9]



รูปที่ 2.5 สูตรโครงสร้างของยางเอทิลีน-พรอพิลีน (EPR)

- เป็นพอลิเมอรร่วมระหว่างเอทิลีนและพรอพิลีน
- มีความหนาแน่นต่ำ,  $T_g \sim -70^\circ\text{C}$
- ทนต่อการเกิดปฏิกิริยากับออกซิเจนและโอโซน
- มีความแข็งแรงสูง

### 2.6 พาราโทลูอินซิลโฟนิลไฮดราไซด์ (TSH) [1,3]

ชื่อทางเคมี : โทลูอิน-4-ซิลโฟนิลไฮดราไซด์

น้ำหนักโมเลกุล : 186.23 กรัม/โมล

จุดหลอมเหลว : 103-108  $^\circ\text{C}$

TSH เป็นสารเคมีประเภท releasing agent สามารถปลดปล่อยให้ไดอิมิดได้เมื่อได้รับความร้อนในช่วงอุณหภูมิประมาณ 110-160  $^\circ\text{C}$  ซึ่งไดอิมิดสามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันกับสารประกอบประเภทโอเลฟินได้ และปล่อยก๊าซไนโตรเจนออกมา เป็นรีเอเจนต์ที่มีประสิทธิภาพสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ที่อุณหภูมิต่ำและความดันบรรยากาศ

## 2.7 เออร์แกนอกซ์ 1010 (Irganox 1010) [10]

ชื่อทางเคมี : [3-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxyphenyl)-propionate]

น้ำหนักโมเลกุล : 1178 กรัม/โมล

จุดหลอมเหลว : 110-125 °C

เออร์แกนอกซ์ 1010 เป็น stabilizer มีลักษณะเป็นผงสีขาว ไม่มีกลิ่น และไม่มีรสชาติ มีประสิทธิภาพในการป้องกันการสลายตัวทางความร้อน (Thermo-oxidative degradation) ของสารอินทรีย์ เช่น พลาสติก เส้นใยสังเคราะห์ อีลาสโตเมอร์ น้ำมัน และไขมัน ตัวอย่างการใช้งาน ได้แก่ เป็น stabilizer ใน พอลิเอทิลีน พอลิพรอพิลีน พอลิบิวทีน พอลิเอไมด์ พอลิเอสเทอร์ และ ยางอีลาสโตเมอร์

## 2.8 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

### 2.8.1 เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรมิเตอร์ (NMR) [11]

เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรมิเตอร์ (NMR) เป็นเทคนิคที่วัดระดับพลังงานที่แตกต่างกันของนิวเคลียสที่อยู่ภายใต้อิทธิพลของสนามแม่เหล็ก

นิวคลีไอของธาตุบางชนิดมีสมบัติเป็นแม่เหล็ก เนื่องจากตัวมันมีประจุและประพฤติตัว เหมือนกับหมุนอยู่ตลอดเวลา เราสามารถศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางแม่เหล็กของนิวคลีไอเหล่านี้ได้เมื่อนำนิวคลีไอไปวางในสนามแม่เหล็ก ตัวอย่างของนิวคลีไอที่มีสมบัติแม่เหล็ก ได้แก่  $^1\text{H}$   $^{13}\text{C}$   $^{14}\text{N}$   $^{17}\text{O}$   $^{19}\text{F}$   $^{31}\text{P}$  เป็นต้น

ตัวอย่างที่เห็นได้ชัดที่สุด คือ นิวคลีไอของ  $^1\text{H}$  และ  $^{13}\text{C}$  ซึ่งนิวคลีไอเหล่านี้ประพฤติตัว เหมือนกับเป็นแม่เหล็กอันเล็ก ๆ ในสนามแม่เหล็ก และจัดเรียงตัวอยู่ในแนวของเส้นแรงของแม่เหล็ก แต่เนื่องจากข้อจำกัดด้านควอนตัมของนิวคลีไอ ทำให้การจัดตัวนิวคลีไอ  $^1\text{H}$  และ  $^{13}\text{C}$  อยู่ในลักษณะที่เป็นไปได้ 2 แบบ คือ จัดตัวตามทิศทางเดียวกับสนามแม่เหล็ก (พวกที่มีพลังงานต่ำ) หรือจัดตัวทิศทางตรงข้ามกับสนามแม่เหล็ก (พวกที่มีพลังงานสูง)

เนื่องจากนิวคลีไอของ  $^1\text{H}$  แต่ละตัวในสารตัวอย่างอยู่ในสภาวะแวดล้อมที่ต่างกัน จึงทำให้มีความหนาแน่นอิเล็กทรอนิกส์แตกต่างกัน ดังนั้น  $^1\text{H}$  เหล่านี้จะไม่เกิดเรโซแนนซ์ที่ 100 MHz เท่ากันทุกตัวแต่จะเกิดเรโซแนนซ์ที่ความถี่แตกต่างจาก 100 MHz เล็กน้อย ซึ่งเราเรียกปรากฏการณ์นี้ว่า chemical shift โดยทั่วไปการบอก chemical shift ใน NMR บอกได้โดยการเทียบกับความถี่ของสารมาตรฐาน เช่น tetramethyl silane (TMS) หรือ 4,4-dimethyl-4-silapentane sulfonic acid (DDS)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

TMS นิยมใช้ในตัวทำละลายที่ไม่ใช่ น้ำ และสามารถใช้เป็นสารมาตรฐานได้ทั้ง  $^1\text{H}$  และ  $^{13}\text{C}$  หมู่เมทิลทั้งหมดเกิดเรโซแนนซ์ที่ความถี่เดียวกัน แม้ใช้สารในปริมาณน้อยก็สามารถเห็นสัญญาณได้อย่างชัดเจน นอกจากนี้พีคของ TMS ยังอยู่ห่างจากพีคของโปรตอนส่วนใหญ่ และเกิดเรโซแนนซ์ที่สนามแม่เหล็กมีค่าสูงกว่าโปรตอนในสารประกอบอินทรีย์ส่วนมาก นอกจากนี้ TMS ยังเป็นสารที่เฉื่อยต่อปฏิกิริยาและ TMS มีจุดเดือดต่ำ สามารถกำจัดออกจากสารละลายได้ง่าย จึงทำให้ TMS เป็นที่นิยมใช้กันโดยทั่วไป และกำหนดให้พีคของ TMS ขึ้นที่ 0 ppm

นิวคลีไอที่เกิดปรากฏการณ์ทาง NMR ได้ต้องเป็นนิวคลีไอที่มีสปินควอนตัมเต็มเบอร์ (I) มากกว่า 0 ซึ่งสปินควอนตัมเต็มเบอร์ I นี้มีความสัมพันธ์กับเลขมวลและเลขอะตอมของนิวคลีไอดังต่อไปนี้

ตารางที่ 2.2 ความสัมพันธ์ของสปินควอนตัมเต็มเบอร์กับเลขมวลและเลขอะตอมของนิวคลีไอ

[11]

เลขมวล	เลขอะตอม	สปินควอนตัมเต็มเบอร์
เลขคี่	เลขคี่หรือเลขคู่	$1/2, 3/2, 5/2, \dots$
เลขคู่	เลขคู่	0
เลขคู่	เลขคี่	$1, 2, 3, \dots$

2.8.2 เครื่องเจลเพอเมชันโครมาโทมิเตอร์ (Gel Permeation Chromatometer) [12]

Gel Permeation Chromatography (GPC) หรือบางครั้งเรียกว่า Size Exclusion Chromatography (SEC) หรือ Gel-Filtration Chromatography (GFC) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการแยกสารประกอบที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง คอลัมน์ที่ใช้จะบรรจุด้วยอนุภาคที่มีขนาดของรูพรุนต่าง ๆ กัน ทำให้เกิดการแยก โดยโมเลกุลที่มีขนาดใหญ่จะถูกเฟสเคลื่อนที่ชะออกมาจากคอลัมน์ก่อน และปรากฏฟีก ออกมาเป็นฟีกแรก ส่วนโมเลกุลที่มีขนาดเล็กกว่าขนาดของรูพรุน อนุภาคสามารถแพร่เข้าไปในรูพรุนได้ทำให้เคลื่อนที่ออกมาช้า และปรากฏฟีกออกมาที่เวลาแตกต่างกัน โมเลกุลที่มีขนาดเล็กสุดจะออกมาช้าสุด บางครั้งพอลิเมอร์ที่มีการกระจายน้ำหนักโมเลกุลอย่างต่อเนื่อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทำให้ไม่สามารถแยกออกมาเป็นฟีกได้ ฟีกที่ได้มีลักษณะเป็นฟีกเดี่ยว ข้อมูลที่ได้จากโครมาโทแกรมของ GPC ได้แก่ น้ำหนักโมเลกุลแบบต่าง ๆ และค่าการกระจายน้ำหนักโมเลกุล

## 2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ชวลีพร ถนอมศิลป์ [1] ศึกษาปฏิกิริยาการเติมไฮโดรเจนให้กับพอลิไอโซพรีน (PI) ทั้งที่ได้จากการสังเคราะห์ (cis-PI และ trans-PI) และจากยางธรรมชาติ โดยวิธีที่ใช้เป็นแบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา และใช้สารเติมไฮโดรเจน คือ *p*-Toluenesulfonylhydrazide (TSH) ซึ่งแตกตัวด้วยความร้อนให้ diimide ซึ่งทำปฏิกิริยากับพันธะคู่ของคาร์บอน-คาร์บอนในพอลิเมออร์ ในการทดลองได้ใช้อัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] / [C=C] ต่าง ๆ กัน และศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันยางที่ขึ้นรูปแล้ว (Natural rubber vulcanizate) โดยการใช้สารละลายของไซลีนกับบิวทานอล เพื่อที่จะให้เกิดไฮโดรจิเนชันเฉพาะบริเวณพื้นผิวของชิ้นงานเท่านั้น และศึกษาผลของการเกิดไฮโดรจิเนชันโดยใช้รามานสเปกโทรมิเตอร์ และนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรมิเตอร์ และการวิเคราะห์ทางความร้อนจาก Thermogravimetric Analysis (TGA) และ Differential Scanning Calorimetry (DSC) พบว่าเมื่อใช้ [TSH] / [C=C] เท่ากับ 4.0 เกิดการไฮโดรจิเนชันอย่างสมบูรณ์ น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมออร์ที่ศึกษาลดลง การกระจายน้ำหนักโมเลกุลกว้างขึ้นเมื่อเทียบกับสารตั้งต้น ซึ่งชี้ให้เห็นว่าเกิดการขาดของสายโซ่พอลิเมออร์ ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความคงทนต่อความร้อนและคงทนต่อปฏิกิริยากับออกซิเจนมากกว่าสารตั้งต้น และการไฮโดรจิเนชันของยางที่ขึ้นรูปแล้ว พบว่าสมบัติเชิงกล และความร้อนของผลิตภัณฑ์ต่ำกว่าสารตั้งต้น

H.J. Harwood, D. B. Russell, J. A. Verthe และ J. Zymonas [3] ศึกษาการไฮโดรจิเนชันของพอลิบิวตะไดอินและพอลิไอโซพรีนด้วย diimide ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของ *p*-Toluene sulfonylhydrazide (TSH) ที่อุณหภูมิ 135-140 °C ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนเป็นเวลา 8 ชั่วโมง และศึกษาผลการไฮโดรจิเนชันด้วยเทคนิค NMR และ IR spectroscopy พบว่าการไฮโดรจิเนชันให้ผลดีที่สุด เมื่อสัดส่วนโดยโมลของ TSH ต่อพันธะคู่มีมากกว่า 5 และยังมีปริมาณพันธะคู่เหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์อีก 3-5 % และพอลิไอโซพรีนเกิดปฏิกิริยาได้ไม่ดีเท่ากับพอลิบิวตะไดอิน เนื่องจาก steric effect ของหน่วยไอโซพรีน (Isoprene unit)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

L. A. Mango และ R. W. Lenz [4] ศึกษาการไฮโดรจีเนชันแบบเนื้อเดียว (Homogeneous) ของพอลิเมอร์ไม่อิ่มตัวด้วย diimide ที่อุณหภูมิ 110-160 °C และในตัวทำละลายอะโรมาติก สัดส่วนโดยโมลของ TSH/olefin เท่ากับ 2.0 โพลิเมอร์ ได้แก่ พอลิบิวตะไดอิน พอลิไซโคลเฮกซะไดอิน และพอลิไอโซพรีนเกิดการไฮโดรจีเนชันพอ ๆ กันกับ พอลิเมอร์ร่วมของสไตรีน-บิวตะไดอิน ส่วนพอลิเมอร์ที่มีไซกิ่งอยู่ใกล้ ๆ พันธะคู่ ได้แก่ methyl rubber และ poly-2,5-dimethyl-2,4-hexadiene ให้เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันน้อยกว่า 50 % และพอลิคลอโรพรีนไม่ถูกไฮโดรจีเนตด้วย diimide ซึ่งทำให้สรุปได้ว่าปฏิกิริยาจะเกิดกับโอเลฟินที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ๆ และพบว่าพอลิไอโซพรีนกับพอลิไซโคลเฮกซะไดอินมีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักโมเลกุลเล็กน้อย

S. Poshyachinda และ V. Vanitthanon [5] ศึกษาการไฮโดรจีเนชันของซิส-พอลิบิวตะไดอิน (cis-Polybutadiene) โดยใช้ diimide และตรวจสอบโครงสร้างและผลการไฮโดรจีเนชันโดยใช้เทคนิค FT Raman spectroscopy พบว่าเกิดซิส-ทราน ไอโซเมอร์เพิ่มขึ้นในปฏิกิริยา และการไฮโดรจีเนชันเกิดได้อย่างสมบูรณ์ เมื่อสัดส่วนโดยโมลของ TSH ต่อพันธะคู่มากกว่า 1.6 และอัตราการไฮโดรจีเนชันของ cis unit เกิดได้เร็วกว่า trans unit เป็นผลเนื่องมาจาก steric effect และมีปฏิกิริยาข้างเคียงเกิดขึ้น คือ *p*-Toluenesulfonic acid ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของ TSH รวมตัวกับส่วนที่เป็นพันธะคู่ของพอลิเมอร์ และปฏิกิริยาข้างเคียงจะลดลง เมื่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันเพิ่มขึ้น

J. Podesva, P. Spacek และ C. Konak [6] ศึกษาการไฮโดรจีเนชันของพอลิเมอร์ร่วม สไตรีนไอโซพรีนแบบไดบล็อก (Styrene-isoprene diblock copolymer) โดยใช้ diimide เป็นรีเอเจนต์ และใช้เออร์แกนอกซ์ 1010 เป็นสารป้องกันการเกิดออกซิเดชันในปฏิกิริยา และศึกษาผลของการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงโดยใช้เทคนิค NMR spectroscopy, Elemental analysis, Static and dynamic light scattering และ GPC พบว่าเออร์แกนอกซ์ 1010 สามารถช่วยป้องกันการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงได้มากขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับผลงานวิจัยที่ผ่านมาที่ไม่มีการเติมเออร์แกนอกซ์ 1010

## บทที่ 3

### การทดลอง

#### 3.1 แผนงานการศึกษา

โครงการนี้เป็นการศึกษาผลของการไฮโดรจีเนชันของไอโซพรีน โดยมีขอบเขตการศึกษาดังนี้

ตอนที่ 1 การเตรียมสารตั้งต้นและตัวทำละลาย

การเตรียมยางไอโซพรีนให้บริสุทธิ์

การทำ *p*-Toluenesulfonylhydrazide (TSH) ให้บริสุทธิ์โดยการตกผลึกใหม่ (Recrystallisation)

#### 3. การเตรียมตัวทำละลายไซลีน

ตอนที่ 2 การไฮโดรจีเนชันของไอโซพรีน โดยใช้ *p*-Toluenesulfonylhydrazide (TSH) เป็นรีเอเจนต์

1. ศึกษาอิทธิพลของเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน
2. ศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของ TSH ที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน
3. ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน
4. การเตรียมตัวอย่างในการทดสอบ  $^1\text{H NMR}$

ตอนที่ 3 การหาน้ำหนักโมเลกุลของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจีเนชันโดยวิธี Gel Permeation Chromatography (GPC)

### 3.2 สารเคมีและอุปกรณ์

#### สารเคมี

1. ยางไอโซพรีน (Isoprene rubber, IR)
2. พาราโทลูอินซัลโฟนิลไฮดราไซด์ (*p*-Toluene sulfonylhydrazide, TSH)
3. เฮอร์กานอกซ์ 1010 (Irganox 1010)
4. โทลูอิน (Toluene)
5. อะซิโตน (Acetone)
6. ไซลีน (Xylene)
7. เมทานอล (Methanol)
8. เอทานอล (Ethanol)
9. กรดซัลฟูริก (Sulfuric acid)
10. เตตราไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran)
11. ดิวเทอเรียมคลอโรฟอร์ม (Deuterium chloroform)
12. Molecular sieve 13x
13. ไนโตรเจนเหลว (Liquid nitrogen)
14. ก๊าซไนโตรเจน (Nitrogen gas)
15. ทวาย

หมายเหตุ ตัวทำละลายที่ใช้เป็นเกรดวิเคราะห์ ยกเว้นเมทานอลเป็นเกรดการค้า

#### อุปกรณ์

1. บีกเกอร์
2. แท่งแม่เหล็ก
3. แท่งแก้วคน
4. กรรไกร
5. ช้อนตักสาร
6. กระจกบดตวง
7. หลอดหยด
8. กรวยกรองพลาสติก
9. กระดาษกรอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- |   |                                  |
|---|----------------------------------|
| 10. กระจกนาฬิกา   | 23. ท่อสำหรับ flow ก๊าซไนโตรเจน  |
| 11. จานเพาะเชื้อ  | 24. เทอร์โมมิเตอร์ 300 °C        |
| 12. กรวยแยก   | 25. จุกยางที่เสียบเทอร์โมมิเตอร์ |
| 13. Ring  | 26. จุกแก้ว                      |
| 14. ขวดก้นกลม   | 27. คอนเดนเซอร์                  |
| 15. Glass bead  | 28. สายยาง                       |
| 16. ข้อต่อสามทาง  | 29. ขวด vial                     |
| 17. Receiver  | 30. Thermostat                   |
| 18. ขวดรูปชมพู่   | 31. พาราฟินฟิล์ม                 |
| 19. กระจกฟอยล์  | 32. ปลั๊กไฟ                      |
| 20. ขวดสี่ขา 2 ขวด  | 33. เครื่องชั่ง                  |
| 21. ครูซิเบิล   | 34. ตู้อบเครื่องแก้ว             |
| 22. ขวดสามคอ  | 35. ตู้อบสุญญากาศ                |
| 36. ประแจ (Spanner)   |                                  |
| 37. ขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร  |                                  |
| 38. ชุดเครื่องกรองแบบลดความดัน  |                                  |
| 39. เครื่องให้ความร้อนแบบเปลือย (Heating mantle)  |                                  |
| 40. เครื่องให้ความร้อนชนิดแผ่น (Hot plate)  |                                  |
| 41. เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer, NMR) |                                  |
| 42. เครื่องเจลเพอเมชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography, GPC)                           |                                  |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3 วิธีการทดลอง

#### ตอนที่ 1 การเตรียมสารตั้งต้นและตัวทำละลาย

##### 1. การเตรียมยางไอโซพรีนให้บริสุทธิ์

- 1.1. ชั่งยางไอโซพรีนประมาณ 10 กรัม ตัดให้เป็นชิ้นเล็ก ๆ ละลายในโทลูอีน 400 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร แล้วแช่ทิ้งไว้ค้างคืนเพื่อให้ยางเกิดการบวมและค่อย ๆ ละลาย
- 1.2. เมื่อยางยังละลายไม่หมด จึงค่อย ๆ เติมโทลูอีน พร้อมทั้งทำการปั่นจนจนยางละลายได้หมด (ยางไม่เป็นก้อน)
- 1.3. กรองสารละลายที่ได้ด้วยเครื่องกรองแบบลดความดัน
- 1.4. ตกตะกอนยางในเมทานอลที่มีการปั่นจน โดยค่อย ๆ ให้สารละลายยางหยดจากกรวยแยกลงในเมทานอลอย่างช้า ๆ (ปริมาตรสารละลายยาง : เมทานอล ~ 1 : 3) จะได้ตะกอนยางสีขาว
- 1.5. กรองตะกอนยางที่ได้ด้วยเครื่องกรองแบบลดความดัน
- 1.6. อบยางที่ได้ด้วยตู้อบสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

##### 2. การทำ *p*-Toluenesulfonylhydrazide (TSH) ให้บริสุทธิ์โดยการตกผลึกใหม่ (Recrystallisation)

- 2.1. ละลาย TSH ในเอทานอล จนกระทั่งได้สารละลายใส ถ้า TSH ยังละลายไม่หมด (สารละลายยังขุ่นอยู่) สามารถให้ความร้อนได้
- 2.2. นำสารละลายที่ได้ไปแช่ค้างคืนในตู้เย็น เพื่อให้ TSH เกิดการตกผลึกใหม่อย่างสมบูรณ์ (โดยจะต้องปิดพาราฟินฟิล์มที่ปากขวดด้วย เพื่อป้องกันน้ำหยดลงไป)
- 2.3. กรองผลึก TSH ที่ได้ด้วยเครื่องกรองแบบลดความดัน
- 2.4. อบผลึก TSH ที่ได้ในตู้อบสุญญากาศ ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 2.5. นำสารละลายที่เหลือจากการกรองมาระเหยเอทานอลออกบางส่วน เพื่อเพิ่มความเข้มข้น จากนั้นทำซ้ำตามข้อ 2.2-2.4 อีก 1-2 ครั้ง หรือจนกระทั่ง TSH ไม่ตกผลึกแล้ว

### 3. การเตรียมตัวทำละลายไซลีน

- 3.1. เทตัวทำละลายไซลีนลงในขวดก้นกลมที่มี glass bead อยู่
- 3.2. กลับตัวทำละลายไซลีนโดยจัดอุปกรณ์การกลั่น
- 3.3. เก็บตัวทำละลายไซลีนที่กลั่นได้ไว้ในขวดสีชาที่มีฝาปิดสนิทซึ่งมี Molecular Sieve 13x อยู่ (Molecular Sieve 13x ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง) แล้วรีบปิดฝาขวดทันที Molecular Sieve จะทำหน้าที่ดูดซับน้ำที่อาจยังหลงเหลืออยู่ในไซลีน

#### หมายเหตุ

- เราสามารถนำ Molecular Sieve 13x กลับมาใช้ใหม่ได้ โดยการนำ Molecular Sieve 13x มาเผาใหม่อีกครั้งซึ่งต้องระเหยไซลีนออกให้หมดก่อน เพราะหากยังมีไซลีนเหลือค้างอยู่ใน Molecular Sieve จะทำให้เกิดเขม่าของคาร์บอนเป็นสีดำอุดตันรูพรุนของ Molecular Sieve จึงต้องทำ Calcination ที่ 450 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อไล่เขม่าของคาร์บอนออกจากรูพรุน
- จากนั้นจึงนำ Molecular Sieve มาเผาอีกครั้งที่ 300 °C และเก็บใส่ขวดไว้

ตอนที่ 2 การไฮโดรจิเนชันยางไอโซพรีน โดยใช้ p-Toluenesulfonylhydrazide (TSH) เป็นรีเอเจนต์

1. ศึกษาอิทธิพลของเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีน
  - 1.1. ชั่งยางไอโซพรีน 0.8330 g ละลายในไซลีน 100 มิลลิลิตร ใส่ในขวด 3 คอ (Three neck round bottom flask) แล้วทำการ flow  $N_2$  ลงในขวดเพื่อไล่อากาศออก จากนั้นจึงปิดฝาขวดแล้วพันทับด้วยพาราฟินฟิล์ม แซ่ทิ้งไว้ประมาณ 1 คืน
  - 1.2. ชั่ง Irganox 1010 0.0833 กรัม และ TSH 4.56 กรัม (อัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] = 2 : 1) จากนั้นจึงใส่ Irganox 1010 และ TSH ที่ชั่งไว้ลงในขวด 3 คอ เมื่อจะเริ่มทำปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 1.3. ให้ความร้อนโดยใช้ heating mantle พร้อมทั้งมีการปั่นกวนจนกระทั่งอุณหภูมิเพิ่มขึ้น 135 -140 °C จากนั้นจึงปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินไป 24 ชั่วโมง โดยทำการเติม TSH 2.278 กรัม ทุก ๆ 6 ชั่วโมง (อัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] = 1: 1)
  - 1.4. หลังจากที่ทำปฏิกิริยาเสร็จแล้ว สารละลายที่ได้มีสีเหลืองอ่อน นำไปกรองตะกอนที่เหลืออก แล้วนำไปแช่เย็นเป็นเวลา 1 คืน เพื่อให้เกิดการตกตะกอนอย่างสมบูรณ์ของ by product (TSA, ผงสีขาว)
  - 1.5. กรอง by product (TSA, ผงสีขาว) ออก แล้วทำการตกตะกอนยางไอโซพรีน โดยปล่อยให้สารละลายหยดจากกรวยแยกกลงในเมทานอลที่มีการปั่นกวน (ถ้าสารละลายยังขุ่นอยู่ ให้ใส่กรดซัลฟูริกจำนวนเล็กน้อยลงในสารละลาย เพื่อให้ยางไอโซพรีนรวมตัวเป็นกลุ่มก้อน)
  - 1.6. กรองตะกอนยางที่ได้ด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันแล้วล้างด้วยเมทานอลหลาย ๆ ครั้ง
  - 1.7. นำยางไอโซพรีนที่กรองได้ไปอบในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
  - 1.8. ทำการทดลองซ้ำตามข้อ 1.1-1.7 และทำการเปลี่ยนแปลงเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันเป็น 12, 6, 3, 1, 0.5 ชั่วโมง
2. ศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของ TSH ที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน
- 2.1. ชั่งยางไอโซพรีน 0.8330 g ละลายในไซลีน 100 มิลลิลิตร ใส่ในขวด 3 คอ (Three neck round bottom flask) แล้วทำการ flow N<sub>2</sub> ลงในขวดเพื่อไล่อากาศออก จากนั้นจึงปิดฝาขวดแล้วพันทับด้วยพาราฟินฟิล์ม แช่ทิ้งไว้ประมาณ 1 คืน
  - 2.2. ชั่ง Irganox 1010 0.0833 กรัม และ TSH 4.56 กรัม (อัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] = 2 : 1) จากนั้นจึงใส่ Irganox 1010 และ TSH ที่ชั่งไว้ลงในขวด 3 คอ เมื่อจะเริ่มทำปฏิกิริยา
  - 2.3. ให้ความร้อนโดยใช้ heating mantle พร้อมทั้งมีการปั่นกวนจนกระทั่งอุณหภูมิเพิ่มขึ้น 140 °C จากนั้นจึงปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินไป 0.5 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 2.4. เติม TSH 2.278 กรัม อีก 1 ครั้งเมื่อเวลาผ่านไป 15 นาที (อัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] = 1 : 1)
- 2.5. หลังจากที่ทำปฏิกิริยาเสร็จแล้ว สารละลายจะมีสีเหลืองอ่อน นำไปกรองตะกอนที่เหลืองออก แล้วนำไปแช่เย็นเป็นเวลา 1 คืน เพื่อให้เกิดการตกตะกอนอย่างสมบูรณ์ของ by product (TSA, ผงสีขาว)
- 2.6. กรอง by product (TSA, ผงสีขาว) ออก แล้วทำการตกตะกอนยางไอโซพรีน โดยปล่อยให้สารละลายหยุดจากกรวยแยกลงในเมทานอลที่มีการปั่นกววน (ถ้าสารละลายยังขุ่นอยู่ ให้ใส่กรดซัลฟูริกจำนวนเล็กน้อยลงในสารละลายเพื่อให้ยางไอโซพรีนรวมตัวเป็นกลุ่มก้อน)
- 2.7. กรองตะกอนยางที่ได้ด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันแล้วล้างด้วยเมทานอลหลาย ๆ ครั้ง
- 2.8. นำยางไอโซพรีนที่กรองได้ไปอบในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 2.9. ทำการทดลองซ้ำตามข้อ 2.1-2.7 และทำการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ TSH ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันเป็น 2 : 1 โดยไม่ต้องทำข้อ 2.4
3. **ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรเนชันของยางไอโซพรีน**
- 3.1. ชั่งยางไอโซพรีน 0.8330 g ละลายในไซลีน 100 มิลลิลิตร ใส่ในขวด 3 คอ (Three neck round bottom flask) แล้วทำการ flow  $N_2$  ลงในขวดเพื่อไล่อากาศออก จากนั้นจึงปิดฝาขวดแล้วพันทับด้วยพาราฟินฟิล์ม แช่ทิ้งไว้ประมาณ 1 คืน
- 3.2. ชั่ง Irganox 1010 0.0833 กรัม และ TSH 4.56 กรัม (อัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] = 2 : 1) จากนั้นจึงใส่ Irganox 1010 และ TSH ที่ชั่งไว้ลงในขวด 3 คอ เมื่อจะเริ่มทำปฏิกิริยา
- 3.3. ให้ความร้อนผ่านทราย โดยมี thermostat เป็นตัวควบคุมอุณหภูมิ พร้อมทั้งมีการปั่นกววนจนกระทั่งอุณหภูมิเพิ่มขึ้นถึง  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$  จากนั้นจึงปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินไป 3 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3.4. หลังจากที่ทำปฏิกิริยาเสร็จแล้ว สารละลายที่ได้มีสีเหลืองอ่อน นำไปกรอง ตะกอนที่เหลืองออก แล้วนำไปแช่เย็นเป็นเวลา 1 คืน เพื่อให้เกิดการตกตะกอน อย่างสมบูรณ์ของ by product (TSA, ผงสีขาว)
- 3.5. กรอง by product (TSA, ผงสีขาว)ออก แล้วทำการตกตะกอนยางไอโซพรีน โดยปล่อยให้สารละลายหยดจากกรวยแยก ลงในเมทานอลที่มีการปั่นกววน (ถ้าสารละลายยังขุ่นอยู่ ให้ใส่กรดซัลฟูริกจำนวนเล็กน้อยลงในสารละลายเพื่อให้ยางไอโซพรีนรวมตัวเป็นกลุ่มก้อน)
- 3.6. กรองตะกอนยางที่ได้ด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันแล้วล้างด้วยเมทานอล หลาย ๆ ครั้ง
- 3.7. นำยางไอโซพรีนที่กรองได้ไปอบในตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 3.8. ทำการทดลองซ้ำตามข้อ 3.1-3.7 และทำการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันเป็น 130 และ 140 °C

ตารางที่ 3.1 สภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชัน

ตัวอย่างที่	IR (g)	TSH (g)	[TSH] : [IR]	เวลา (ชั่วโมง)	ช่วงเติม TSH (ครั้งละ 2.278 กรัม)	อุณหภูมิ (°C)
1	0.8336	11.4115	5 : 1	24	ทุก 6 ชม.	140
2	0.8331	11.4018	5 : 1	12	ทุก 3 ชม.	140
3	0.8348	11.4008	5 : 1	6	ทุก 1.5 ชม.	140
4	0.8353	11.3997	5 : 1	3	ทุก 45 นาที	140
5	0.8392	11.3956	5 : 1	1	ทุก 15 นาที	140
6	0.8383	11.4012	5 : 1	0.5	ทุก 7.5 นาที	140
7	0.8389	4.5619	2 : 1	0.5	เติมครั้งเดียว	140
8	0.8365	6.8403	3 : 1	0.5	ทุก 1.5 ชม.	140
9	0.8389	4.5611	2 : 1	3	เติมครั้งเดียว	120
10	0.8386	4.5605	2 : 1	3	เติมครั้งเดียว	130
11	0.8347	4.5612	2 : 1	3	เติมครั้งเดียว	140

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4. การเตรียมตัวอย่างในการทดสอบ $^1\text{H NMR}$

ซึ่งสารตัวอย่าง 20 มิลลิกรัม ละลายในตัวที่เตรียมคลอโรฟอร์ม 5 มิลลิลิตร เขย่าให้ตัวอย่างละลาย ถ้าตัวอย่างยังไม่ละลายให้ทิ้งไว้ 2 - 3 ชั่วโมง

#### ตอนที่ 3 การหาน้ำหนักโมเลกุลของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจีเนชัน โดยวิธี

Gel Permeation Chromatography (GPC)

เตรียมสารละลายที่จะใช้ฉีด GPC ให้มีความเข้มข้น 0.3 % wt / v ได้โดยซึ่งยางไอโซพรีนที่บริสุทธิ์และยางไอโซพรีนที่ทำการไฮโดรจีเนชันแล้วอย่างละ 0.0300 กรัม ละลายใน THF 10 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปวิเคราะห์ ซึ่งสภาวะที่ใช้เป็นดังนี้

Column : PL gel 10  $\mu\text{m}$  MIXED-B (500 –  $1 \times 10^7$ ), std. PS (5460 – 1,290,000)

Temperature : Column : Detector : Solvent pump : = 30 : 30 : 25

Solvent : THF Flow rate : 1 ml/min

Max pressure : 150 Bar Run time : 22 min

Inj.Vol. : 100  $\mu\text{l}$  Equilibrate delay (ED) : 3 min

Polarity : 1032 (-) Initial Delay (ID) : 30 min

## บทที่ 4 ผลการทดลอง

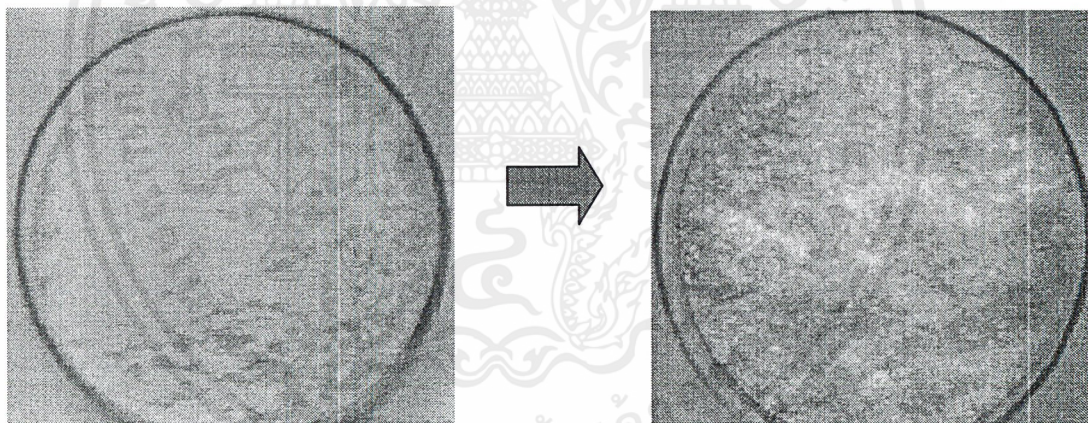
### ตอนที่ 1 การเตรียมสารตั้งต้นและตัวทำละลาย

#### 1. การเตรียมยางไอโซพรีนให้บริสุทธิ์

เนื่องจากยางไอโซพรีนในตอนเริ่มต้นยังมีสิ่งสกปรกติดอยู่ ซึ่งจะไปรบกวนการทำปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันได้ จึงต้องนำยางไอโซพรีนมาทำให้บริสุทธิ์ เพื่อที่จะแยกสิ่งสกปรกเหล่านั้นออกจากยางไอโซพรีนก่อนที่จะนำไปทำปฏิกิริยา

#### 2. การทำ *p*-Toluenesulfonylhydrazide (TSH) ให้บริสุทธิ์โดยการตกผลึกใหม่ (Recrystallisation)

##### 2.1. ลักษณะของ TSH ก่อนและหลังการตกผลึกใหม่ เป็นดังรูป 4.1



รูปที่ 4.1 ลักษณะของ TSH ก่อนและหลังการตกผลึกใหม่

##### 2.2. ผลการตกผลึกใหม่ของ TSH

ตารางที่ 4.1 ผลการตกผลึกใหม่ของ TSH

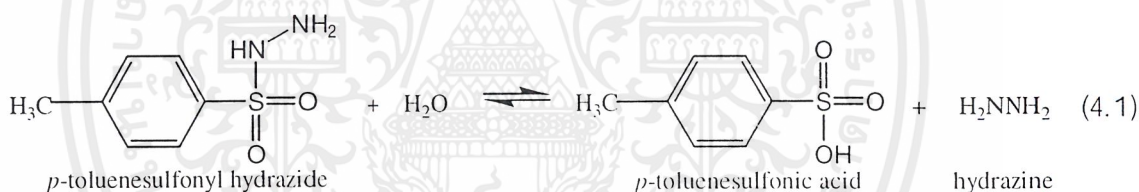
TSH ก่อนตกผลึกใหม่	TSH หลังตกผลึกใหม่	% การตกผลึกได้
ผงสีขาวมีความเงาเล็กน้อย	เป็นเกล็ดคล้ายเข็ม มีความเงามากขึ้น	80-86

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การตกผลึกใหม่ของ TSH จะตกผลึกได้มากในครั้งแรก เนื่องจากสารละลายยังมีความเข้มข้นสูง การตกผลึกสามารถเกิดได้อย่างอิสระ ทำให้เกิดเป็นผลึกคล้ายเข็มหรือหิ้งงอกอย่างชัดเจน และผลึกมีความเงามากขึ้น เนื่องจาก TSH ยังตกผลึกไม่หมดในครั้งแรก ดังนั้นจึงนำสารละลายที่เหลือจากการกรองผลึก TSH ออกไปแล้วมาให้ความร้อน เพื่อระเหยเอทานอลออกบางส่วน ซึ่งเป็นการทำให้ความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้น ส่งผลให้เกิดการตกผลึกของ TSH อีกครั้ง แต่ผลึกที่ได้ต่างจากการตกผลึกในครั้งแรกโดยผลึกจะมีขนาดเล็กลง เพราะความอิสระในการตกผลึกของ TSH ลดลง ซึ่งในขั้นนี้ถ้าให้ความร้อนแก่สารละลายสูงเกินไป (มากกว่า 100 °C) จะทำให้ TSH เกิดการสลายตัวเป็นพาราโทลูอินซัลฟินิกแอซิด (TSA) ซึ่งจะทำให้สารละลายมีสีเหลือง ประสิทธิภาพของ TSH จะลดลง

### 3. การเตรียมตัวทำละลายไซลีน

เนื่องจากน้ำสามารถเกิดปฏิกิริยากับ TSH ได้เป็น *p*-Toluenesulfonic acid กับไฮดราซีน ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



ดังนั้นต้องไม่มีน้ำอยู่ในปฏิกิริยา จึงต้องกำจัดน้ำที่มีอยู่ในไซลีนโดยการกลั่น จากนั้นใช้ Molecular Sieve 13X เพื่อดูดซับน้ำที่อาจหลงเหลืออยู่ในไซลีนและความชื้นจากอากาศ

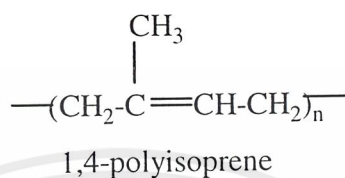
Molecular Sieve 13X เป็นสารประกอบที่มีรูพรุนขนาดเล็กกว่า 7.8 Å สามารถดูดซับโมเลกุลได้หลายชนิด รวมทั้งน้ำและไซลีน แต่สามารถดูดซับน้ำได้ดีกว่าไซลีน เนื่องจากน้ำมีความเป็นขั้วมากกว่าไซลีนมาก

ตอนที่ 2 การทำปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันยางไอโซพรีน

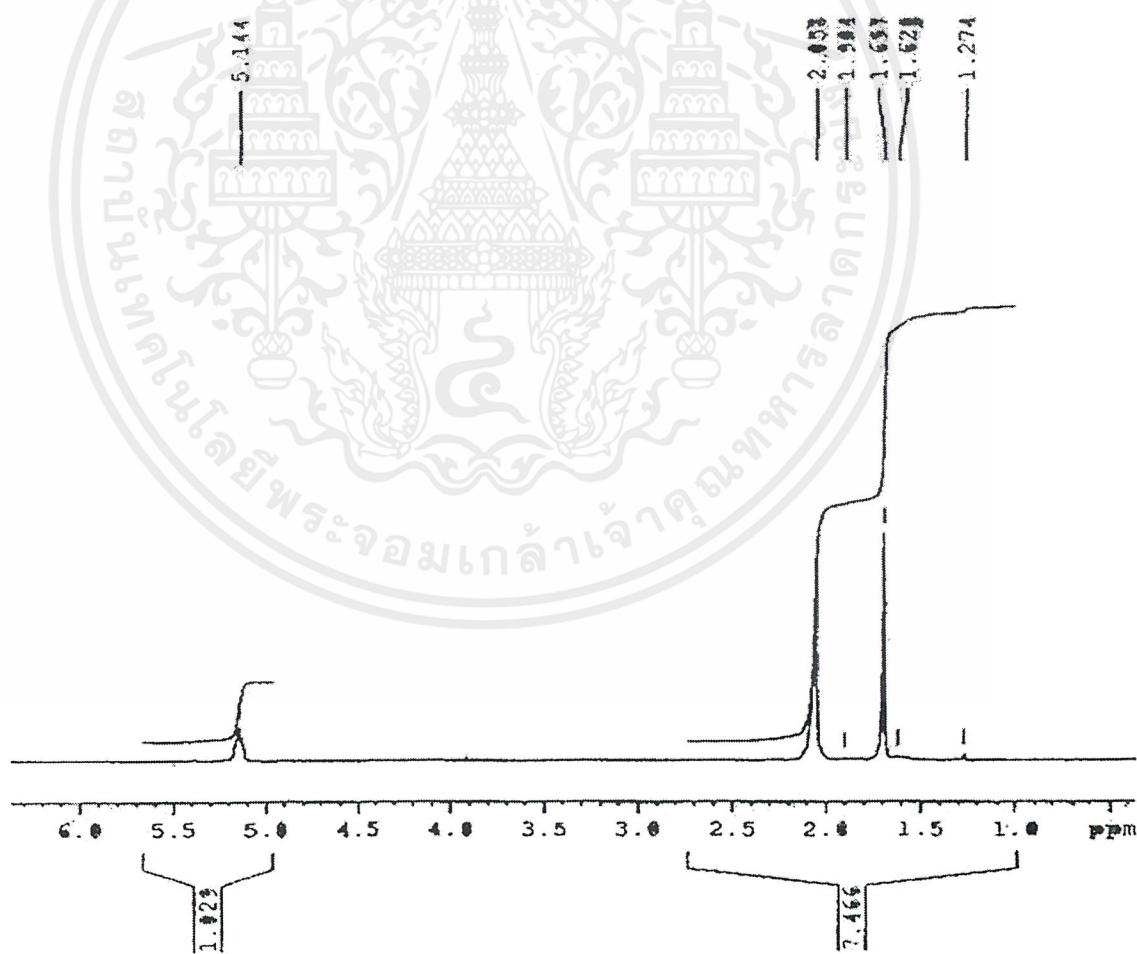
2.1 ลักษณะโครงสร้างของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจีเนชัน

2.1.1 ลักษณะของยางไอโซพรีนก่อนการไฮโดรจีเนชัน

ยางไอโซพรีนก่อนการไฮโดรจีเนชันมีสูตรโครงสร้างและ  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมเป็นดังนี้



รูปที่ 4.2 โครงสร้างของยางไอโซพรีน



รูปที่ 4.3  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนก่อนการไฮโดรจีเนชัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

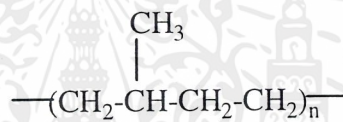
เมื่อวิเคราะห์โครงสร้างและ  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนก่อนการไฮโดรจิเนชัน (รูปที่ 4.2 และ 4.3) พบ chemical shift ที่ตำแหน่งต่าง ๆ กันดังนี้

- 5.1 ppm เป็นสเปกตรัมของโปรตอนที่อยู่กับพันธะคู่ มี 1 โปรตอน
- 2.0-2.2 ppm เป็นโปรตอนของหมู่เมทิลีน (Methylene,  $\text{CH}_2$ ) มี 4 โปรตอน
- 1.6-1.8 ppm เป็นโปรตอนของหมู่เมทิล (Methyl,  $\text{CH}_3$ ) มี 3 โปรตอน

ดังนั้นอินทิเกรชันของจำนวนโปรตอนของพันธะที่เชื่อมต่อกับจำนวนโปรตอนของพันธะคู่ มีค่าเท่ากับ 7 : 1

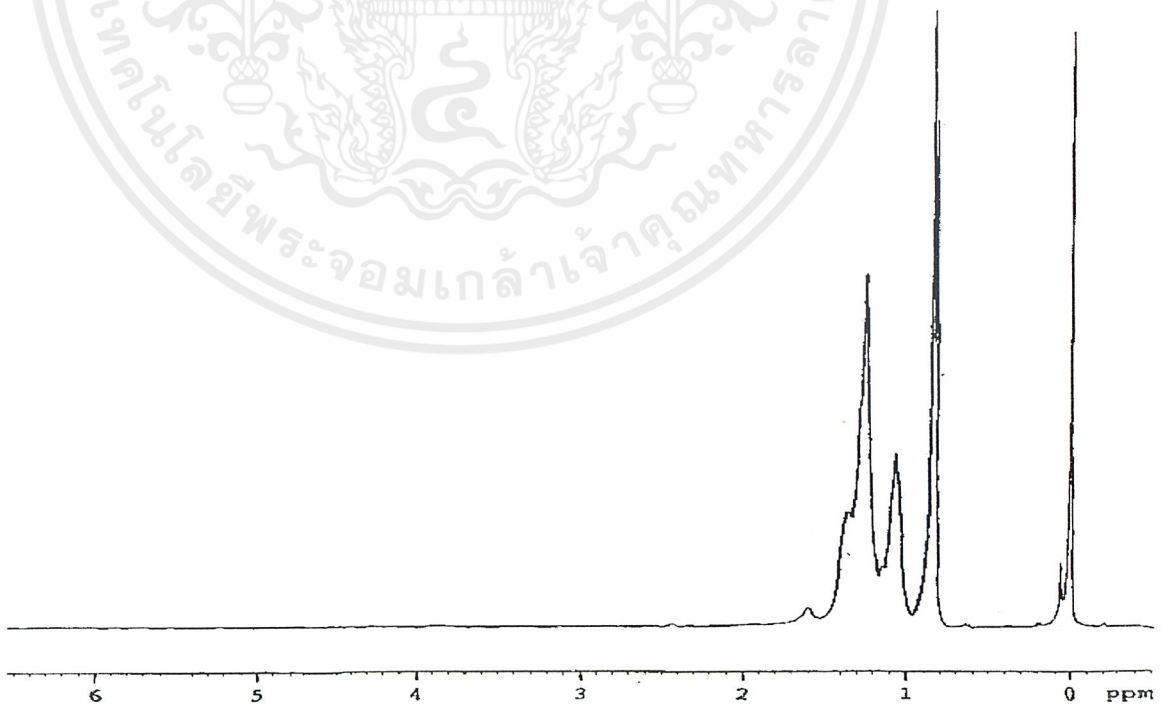
#### 2.1.2 ลักษณะของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชันสมบูรณ์

ยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชันมีสูตรโครงสร้างและ  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมเป็นดังนี้



poly (ethylene-alt-propylene)

รูปที่ 4.4 โครงสร้างของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน



รูปที่ 4.5  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชันสมบูรณ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

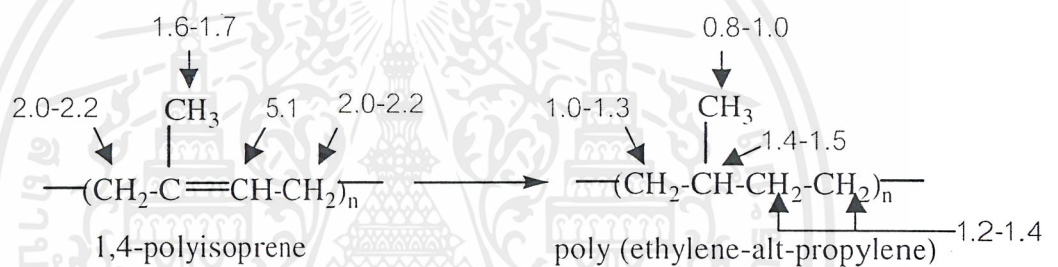
เมื่อวิเคราะห์โครงสร้างและ  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชัน (รูปที่ 4.4 และ 4.5) พบ chemical shift ที่ตำแหน่งต่าง ๆ กันดังนี้

- 1.4-1.5 ppm เป็นสเปกตรัมของโปรตอนที่มีหมู่เมทิล (Methine, CH) มี 1 โปรตอน
- 1.0-1.3 ppm เป็นสเปกตรัมของโปรตอนที่มีหมู่เมทิลีน (Methylene,  $\text{CH}_2$ ) มี 6 โปรตอน
- 0.8-1.0 ppm เป็นโปรตอนที่มีหมู่เมทิล (Methyl,  $\text{CH}_3$ ) มี 3 โปรตอน

ดังนั้นมีจำนวนโปรตอนที่ต่อกับพันธะที่อิ่มตัว เท่ากับ 10 โปรตอน และไม่มีโปรตอนที่ต่อกับพันธะคู่เลย

### 2.1.3 เปรียบเทียบลักษณะของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจีเนชัน

ยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจีเนชันมีสูตรโครงสร้าง เป็นดังนี้



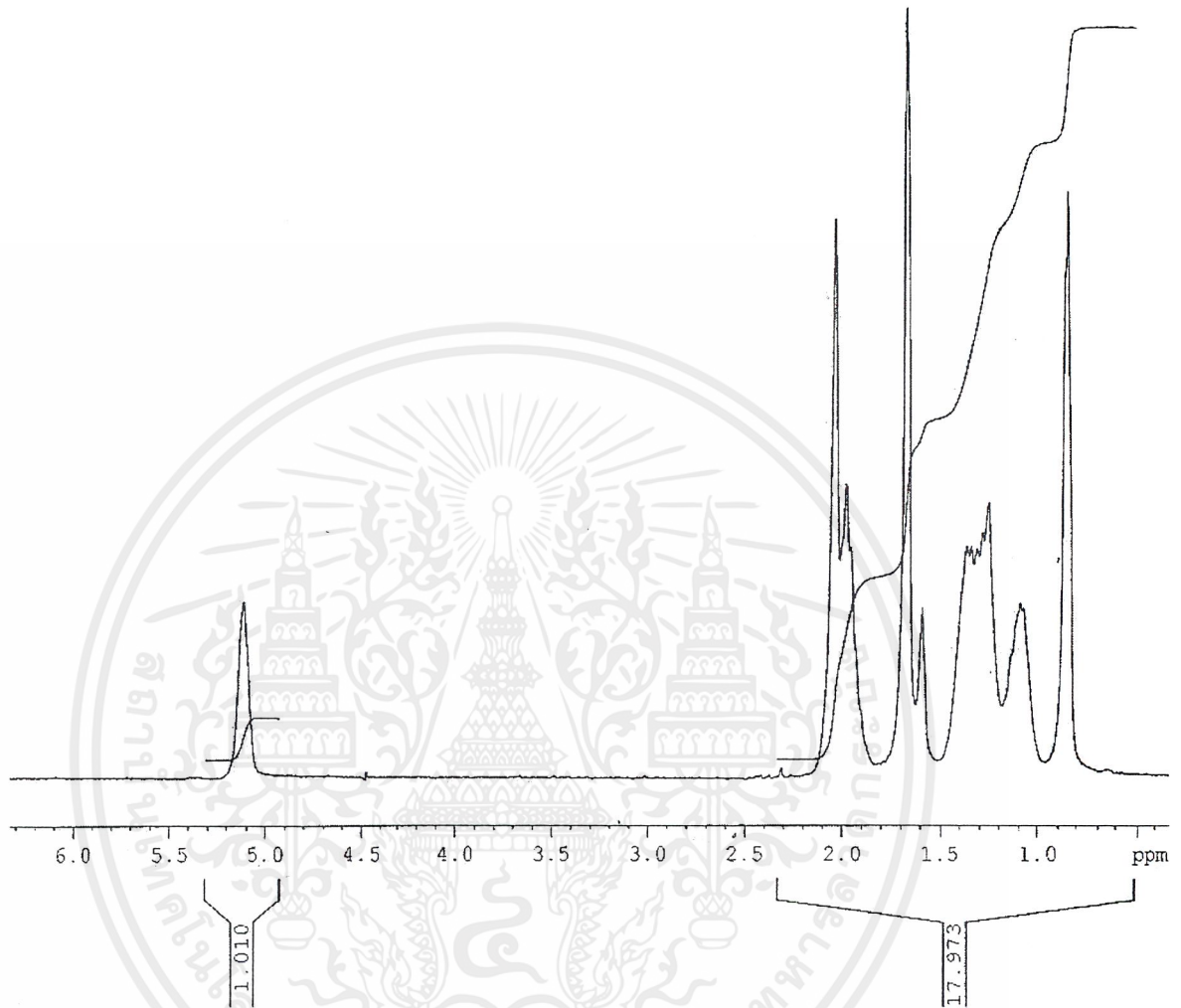
รูปที่ 4.6 โครงสร้างของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจีเนชัน

ตารางที่ 4.2 เปรียบเทียบตำแหน่ง chemical shift ของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจีเนชัน

ตำแหน่ง chemical shift ppm	ก่อนการไฮโดรจีเนชัน	หลังการไฮโดรจีเนชัน
5.1	/	
2.0-2.2	/	
1.6-1.8	/	
1.5		/
1.2-1.4		/
0.8-1.0		/

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.1.4 ลักษณะของยางไอโซพรีนเมื่อเกิดการไฮโดรจีเนชันไม่สมบูรณ์



รูปที่ 4.7  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนที่เกิดการไฮโดรจีเนชันไม่สมบูรณ์

เมื่อวิเคราะห์  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนที่เกิดการไฮโดรจีเนชันไม่สมบูรณ์ (รูปที่ 4.7) พบ chemical shift ที่ตำแหน่งต่าง ๆ ดังนี้

- 5.1 ppm เป็นสเปกตรัมของโปรตอนที่อยู่กับพันธะคู่
- 2.0-2.2 ppm เป็นสเปกตรัมของโปรตอนที่มีหมู่เมทิลีน ( $\text{CH}_2$ ) ของหน่วยไอโซพรีนที่ยังไม่ถูกไฮโดรจีเนชัน
- 1.8-2.0 ppm เป็นสเปกตรัมของโปรตอนที่มีหมู่เมทิลีน ( $\text{CH}_2$ ) ของหน่วยไอโซพรีนที่ยังไม่ถูกไฮโดรจีเนชัน แต่หน่วยไอโซพรีนที่อยู่ข้าง ๆ ถูกไฮโดรจีเนชันไปแล้ว ทำให้มันได้รับอิทธิพลจากหน่วยข้าง ๆ chemical shift จึงต่ำลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 1.6-1.8 ppm เป็นสเปกตรัมของโปรตอนที่มีหมู่เมทิล ( $\text{CH}_3$ ) ของหน่วยไอโซพรีนที่ยังไม่ถูกไฮโดรจีเนชัน
- 1.5-1.6 ppm เป็นสเปกตรัมของโปรตอนที่มีหมู่เมทิล ( $\text{CH}$ ) ของหน่วยไอโซพรีนที่ถูกไฮโดรจีเนชันแล้ว
- 1.0-1.5 ppm เป็นสเปกตรัมของโปรตอนที่มีหมู่เมทิลีน ( $\text{CH}_2$ ) ของหน่วยยางไอโซพรีนที่ถูกไฮโดรจีเนชันแล้ว
- 0.8-1.0 ppm เป็นสเปกตรัมของโปรตอนที่มีหมู่เมทิล ( $\text{CH}_3$ ) ของหน่วยไอโซพรีนที่ถูกไฮโดรจีเนชันแล้วสามารถสังเกตได้ง่าย ๆ ถ้าการไฮโดรจีเนชันเกิดไม่สมบูรณ์จะมี chemical shift ขึ้นที่ประมาณ 5.1 ppm

## 2.2 การคำนวณเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันและเปอร์เซ็นต์ Recovery

### 2.2.1. เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชัน

เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันคำนวณได้จากสมการดังต่อไปนี้ [2]

$$y = 100 - 1000/(x + 3) \quad (4.2)$$

เมื่อ  $y$  = เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชัน

$x$  =  $\frac{\text{จำนวนโปรตอนของพันธะที่อิ่มตัว (chemical shift } \sim 0.5\text{-}2.3 \text{ ppm})}{\text{จำนวนโปรตอนของพันธะคู่ (chemical shift } \sim 5.1 \text{ ppm)}}$

### ตัวอย่างการคำนวณ

จาก  $^1\text{H}$  NMR รูปที่ 4.7 : จำนวนโปรตอนของพันธะที่อิ่มตัว และจำนวนโปรตอนของพันธะคู่ เท่ากับ 17.973 และ 1.010 ตามลำดับ เมื่อนำไปแทนในสมการที่ (4.2) จะได้ดังนี้

$$\begin{aligned} y &= 100 - 1000 / \left( \frac{17.973}{1.010} + 3 \right) \\ &= 51.91 \% \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้拿去ใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของตัวอย่างอื่น ๆ สามารถคำนวณได้ด้วยวิธีเช่นเดียวกัน  
ดังแสดงในตารางภาคผนวก

### 2.2.2. เปอร์เซ็นต์ Recovery

เปอร์เซ็นต์ Recovery คำนวณได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$\text{เปอร์เซ็นต์ Recovery} = \frac{\text{น้ำหนักยางหลังปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชัน} \times 100}{\text{น้ำหนักยางก่อนปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชัน}} \quad (4.3)$$

#### ตัวอย่างการคำนวณ

จากภาคผนวก ง ตัวอย่างที่ 1 น้ำหนักยางก่อนและหลังการไฮโดรจีเนชัน เท่ากับ 0.8336  
และ 0.7015 กรัม ตามลำดับ เมื่อแทนในสมการ (4.3) จะได้ดังนี้

$$\text{เปอร์เซ็นต์ Recovery} = \frac{0.7015}{0.8336} \times 100 = 84.00 \%$$

ตัวอย่างอื่น ๆ สามารถคำนวณได้ด้วยวิธีเดียวกันนี้ ดังแสดงในตารางภาคผนวก ง

## 2.3 ผลของเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน

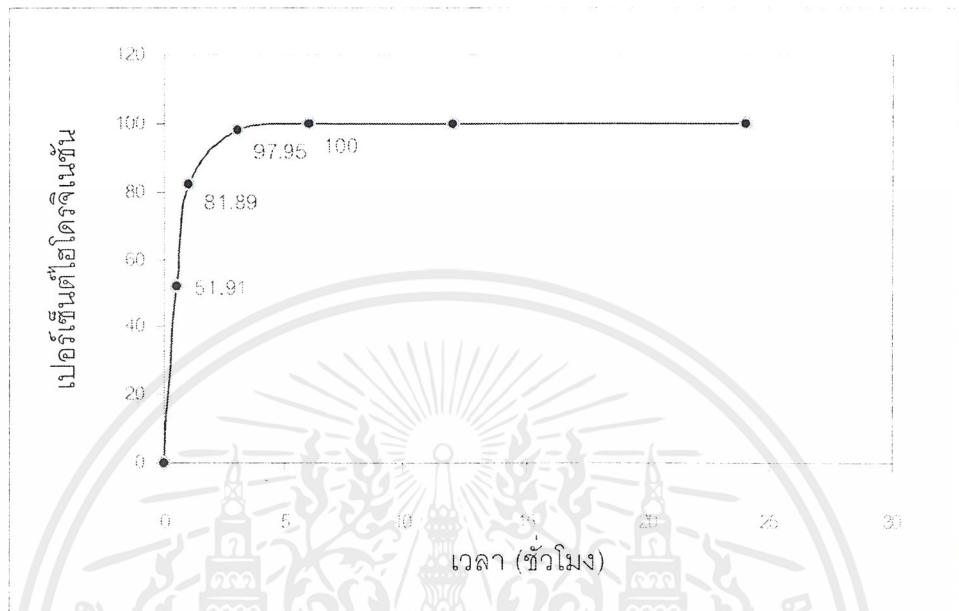
ตารางที่ 4.3 เปอร์เซนต์ไฮโดรจีเนชันและเปอร์เซนต์ Recovery ของยางไอโซพรีน ที่เวลาการทำปฏิกิริยาต่าง ๆ กัน

ตัวอย่างที่	เวลา (ชั่วโมง)	เปอร์เซนต์ ไฮโดรจีเนชัน	เปอร์เซนต์ Recovery
1	24	100	84.15
2	12	100	82.61
3	6	100	83.54
4	3	97.95	78.06
5	1	81.89	81.89
6	0.5	51.91	79.73

สภาวะของปฏิกิริยา : ยางไอโซพรีน 0.830 g ละลายในไซลีน 100 ml. ให้ความร้อนที่ 140 °C ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน และอัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] = 5 : 1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลการทดลอง สามารถเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันกับเวลาได้ดังนี้



รูปที่ 4.8 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีนที่เวลาต่าง ๆ

จากรูปที่ 4.8 พบว่าในช่วงเวลาการทำปฏิริยาน้อยกว่า 3 ชั่วโมง ปฏิริยาไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีนเกิดได้ไม่สมบูรณ์ ทำให้ได้เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันต่ำ และพบว่าเมื่อเวลาการทำปฏิริยาตั้งแต่ 3 ชั่วโมงขึ้นไป ปฏิริยาไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีนเกิดได้สมบูรณ์ 100 เปอร์เซ็นต์

เนื่องจากปฏิริยาดำเนินไปด้วยอัตราเร็วค่าหนึ่ง ในช่วงเริ่มต้นของปฏิริยา ไดอิมิด (Diimide) ที่เกิดจากการแตกตัวของ TSH ยังมีปริมาณน้อย การเข้าทำปฏิริยากับพันธะคู่ของยางไอโซพรีนจึงเกิดได้น้อย ทำให้ปฏิริยาไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีนเกิดได้ไม่สมบูรณ์ แต่เมื่อเวลาการทำปฏิริยามากขึ้น TSH แตกตัวเป็นไดอิมิด (Diimide) มากขึ้น การเข้าทำปฏิริยากับพันธะคู่ของยางไอโซพรีนจึงเกิดได้มาก ทำให้ปฏิริยาไฮโดรจิเนชันของยางไอโซพรีนเกิดได้สมบูรณ์ โดยปฏิริยาที่เกิดขึ้นมี 2 ขั้นตอนดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงกับเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา ดังนั้นจึงเลือกเวลาการทำปฏิกิริยาที่ 0.5 ชั่วโมง มาทำการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของ TSH ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชัน

#### 2.4 ผลของความเข้มข้น TSH ที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของ ยางไอโซพรีน

ตารางที่ 4.4 เปอร์เซ็นต์ไฮโดรจีเนชันที่ความเข้มข้นของ TSH ต่าง ๆ กัน

ตัวอย่างที่	[TSH] : [C=C]	เปอร์เซ็นต์ไฮโดรจีเนชัน
1	2 : 1	27.54
2	3 : 1	33.59
3	5 : 1	51.91

สภาวะของปฏิกิริยา : ยางไอโซพรีน 0.830 g ละลายในไซลีน 100 ml. ให้ความร้อนที่ 140 °C ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน อุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาเป็น 140 °C และ เวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 0.5 ชั่วโมง

จากตารางที่ 4.4 เมื่อความเข้มข้นของ TSH เพิ่มขึ้น พบว่าเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันเพิ่มขึ้น เนื่องจากความเข้มข้นของ TSH ที่เพิ่มขึ้น จะทำให้ปริมาณของไดอิมิด (Diimide) เพิ่มขึ้นด้วย ดังนั้นการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไดอิมิด (Diimide) กับพันธะคู่ของยางไอโซพรีนก็เพิ่มขึ้นด้วย จึงทำให้เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันเพิ่มขึ้น

โดยทั่วไปค่าของอัตราเร็วปฏิกิริยาจะแสดงในหน่วยของความเข้มข้น ซึ่งสามารถคำนวณได้ดังนี้

$$\text{rate (mol / h-l)} = \frac{\Delta(\text{ความเข้มข้น})}{t} = \frac{\%HG \times [IR]}{t} \quad (4.9)$$

เมื่อ %HG = เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน

[IR] = ความเข้มข้นเริ่มต้นของยางไอโซพรีน

t = เวลาการทำปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### ตัวอย่างการคำนวณหาอัตราเร็ว

จากภาคผนวก ง ตัวอย่างที่ 6 : เปอร์เซนต์การไฮโดรจิเนชัน = 51.91 %

$$: [IR]_t = 0.123 \text{ mol/l}$$

เมื่อนำไปแทนในสมการที่ (4.9) สามารถคำนวณหาอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาได้ดังนี้

$$\begin{aligned} \text{rate} &= \frac{\%HG \times [IR]_t}{t} \\ &= \frac{51.91 \times 0.123}{100 \times 0.5} \\ &= 0.128 \text{ mol/h-l} \end{aligned}$$

ตัวอย่างอื่น ๆ ก็สามารถคำนวณได้เช่นเดียวกันนี้ หลังจากนั้นจึงคำนวณหาค่า  $\log(\text{rate})$  และ  $\log[\text{TSH}]$  ได้จากสมการที่ (4.8) เมื่อทำให้เป็นสมการ  $\log_{10}$  สามารถคำนวณหาเลขชี้กำลังของ  $[\text{TSH}]$  ได้ดังนี้

$$\log(\text{rate}) = \log k + a \log[\text{TSH}] \quad (4.10)$$

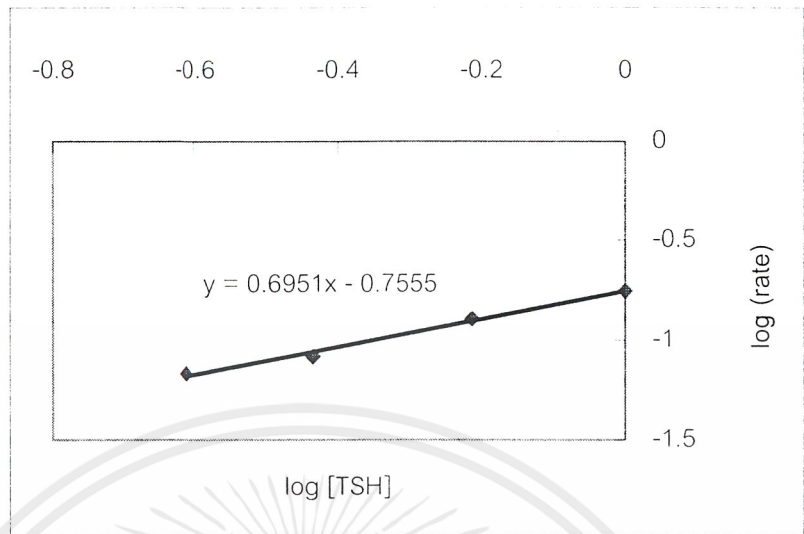
ดังแสดงในตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันยางไอโซพรีนที่ความเข้มข้นของ TSH ต่าง ๆ กัน

ตัวอย่างที่	IR (mol)	[TSH] (mol/l)	[TSH] : [C=C]	เปอร์เซนต์ ไฮโดรจิเนชัน	Rate (mol/h-l)	$\log[\text{TSH}]$	$\log(\text{rate})$
1	0.123	0.245	2	27.54	0.068	-0.611	-1.167
2	0.123	0.368	3	33.59	0.083	-0.434	-1.081
3	0.123	0.613	5	51.91	0.128	-0.213	-0.893

จากความสัมพันธ์ในสมการที่ (4.10) เมื่อเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง  $\log(\text{rate})$  กับ  $\log[\text{TSH}]$  จะได้กราฟเส้นตรงที่มีความชันเท่ากับอันดับของปฏิกิริยาในแง่ของ  $[\text{TSH}]$  คือ  $a$  และจุดตัดของกราฟ เท่ากับ  $\log k$  ดังรูปที่ 4.9

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง log (rate) กับ log [TSH]

จากกราฟ ได้ความชัน = a = 0.6951

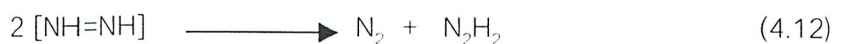
จุดตัดของกราฟ = log k = -0.7555

จะได้  $k = 10^{-0.7555}$   
= 0.1756

ดังนั้นสมการอัตราเร็วของการไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน เป็นดังนี้

$$\text{Rate} = 0.1756 [\text{TSH}]^{0.69} \tag{4.11}$$

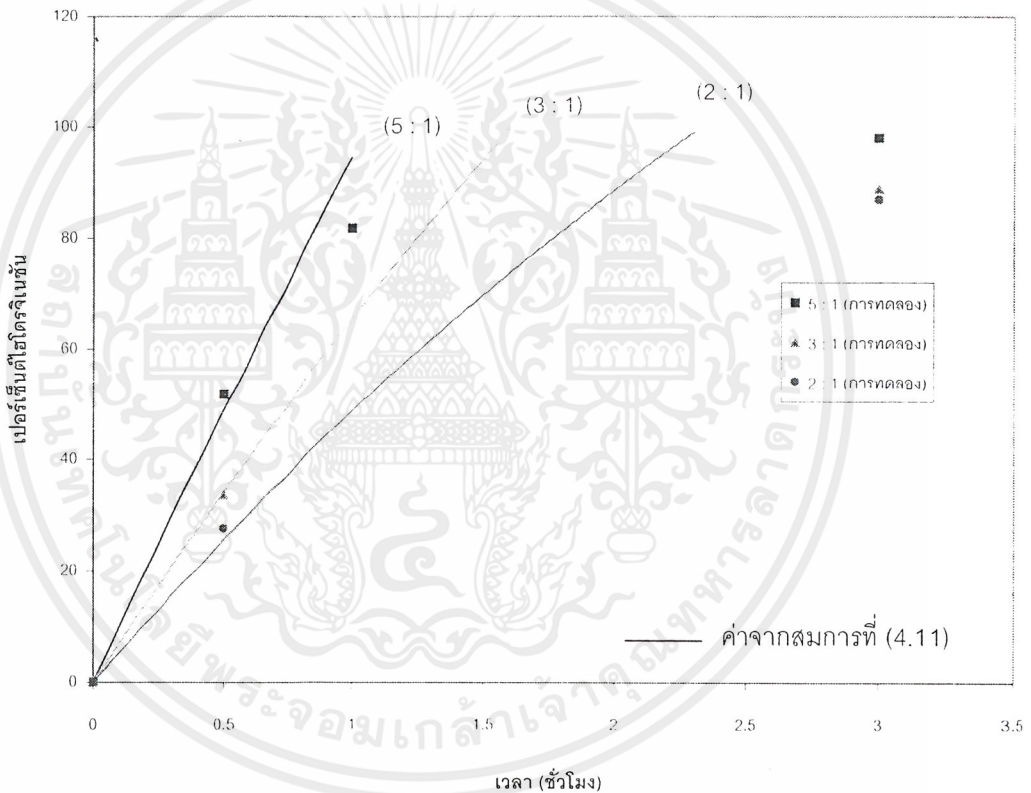
จากสมการอัตราเร็วของปฏิกิริยา อธิบายได้ว่าไดอิมิดมีแอคตีวิตีประมาณ 2/3 ของทั้งหมด (หรือ 69.5 %) ที่สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชัน ส่วนอีก 1/3 ไม่ได้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชัน เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาข้างเคียง นั่นคือหลังจากที่ TSH สลายตัวให้ไดอิมิด (Diimide) และ TSA แล้ว ไดอิมิด (Diimide) สามารถทำปฏิกิริยากันเองได้ไฮโดรชันกับก๊าซไนโตรเจน ดังสมการต่อไปนี้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดังนั้นอัตราส่วนของ TSH ต่อจำนวนพันธะคู่ ( [TSH] : [C=C] ) ที่ใช้ต้องมีค่ามากกว่า 1 : 1 เพื่อให้มีปริมาณไดอิมิด (Diimide) มากเพียงพอที่จะทำให้ปฏิกิริยาการไฮโดรจีเนชันได้สมบูรณ์ เพราะปริมาณไดอิมิด (Diimide) ที่เกิดขึ้นนั้นไม่ได้เข้าทำปฏิกิริยาทั้งหมด แต่มีบางส่วนที่สามารถเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงได้ ทำให้ปริมาณของไดอิมิด (Diimide) ที่เข้าทำปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันมีน้อยลง

จากสมการที่ (4.11) สามารถเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันที่เวลาต่าง ๆ กับค่าที่ได้จากการทดลองที่ความเข้มข้นของ TSH ต่าง ๆ กันได้ดังนี้



รูปที่ 4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันกับเวลาที่อัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] ต่าง ๆ กัน

จากรูปที่ 4.10 เป็นการเปรียบเทียบความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีนที่อัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] ต่าง ๆ กัน โดยใช้สมการที่ (4.11) และค่าที่ได้จากการทดลองในการหาความสัมพันธ์ดังกล่าว พบว่าค่าที่ได้จากการทดลองมีแนวโน้มใกล้เคียง

เคียงกับค่าที่ได้จากสมการที่ (4.11) นั่นคือ เมื่อเวลาและอัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] ที่ใช้ทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ทำให้เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันเพิ่มขึ้น

## 2.5 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา ที่มีต่อเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีน เปอร์เซ็นต์ไฮโดรจีเนชันที่อุณหภูมิต่าง ๆ เป็นดังนี้

ตารางที่ 4.6 เปอร์เซ็นต์ไฮโดรจีเนชันของยางไอโซพรีนที่อุณหภูมิต่าง ๆ

ตัวอย่างที่	อุณหภูมิ (°C)	เปอร์เซ็นต์ ไฮโดรจีเนชัน
1	120	55.29
2	130	70.03
3	140	86.95

สภาวะของปฏิกิริยา : ยางไอโซพรีน 0.830 g ละลายในไซลีน 100 ml. อัตราส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] = 2 : 1 ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน และเวลาการทำปฏิกิริยาเป็น 3 ชั่วโมง

จากตารางที่ 4.6 เมื่ออุณหภูมิของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ทำให้เปอร์เซ็นต์ไฮโดรจีเนชันเพิ่มขึ้น เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ทำให้พลังงานจลน์ของโมเลกุลเพิ่มขึ้น ซึ่งทำให้ความเร็วของโมเลกุลเพิ่มขึ้นด้วย และมีผลทำให้จำนวนครั้งของการชนกันต่อหน่วยเวลาเพิ่มขึ้น

### ตอนที่ 3 การหาน้ำหนักโมเลกุลของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจิเนชัน

จากผลการตรวจสอบน้ำหนักโมเลกุลด้วย GPC พบว่าน้ำหนักโมเลกุลของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจิเนชัน (สัดส่วนโดยโมลของ [TSH] : [C=C] เท่ากับ 5 : 1 และเวลาการทำปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง) แสดงดังตารางที่ 4.7

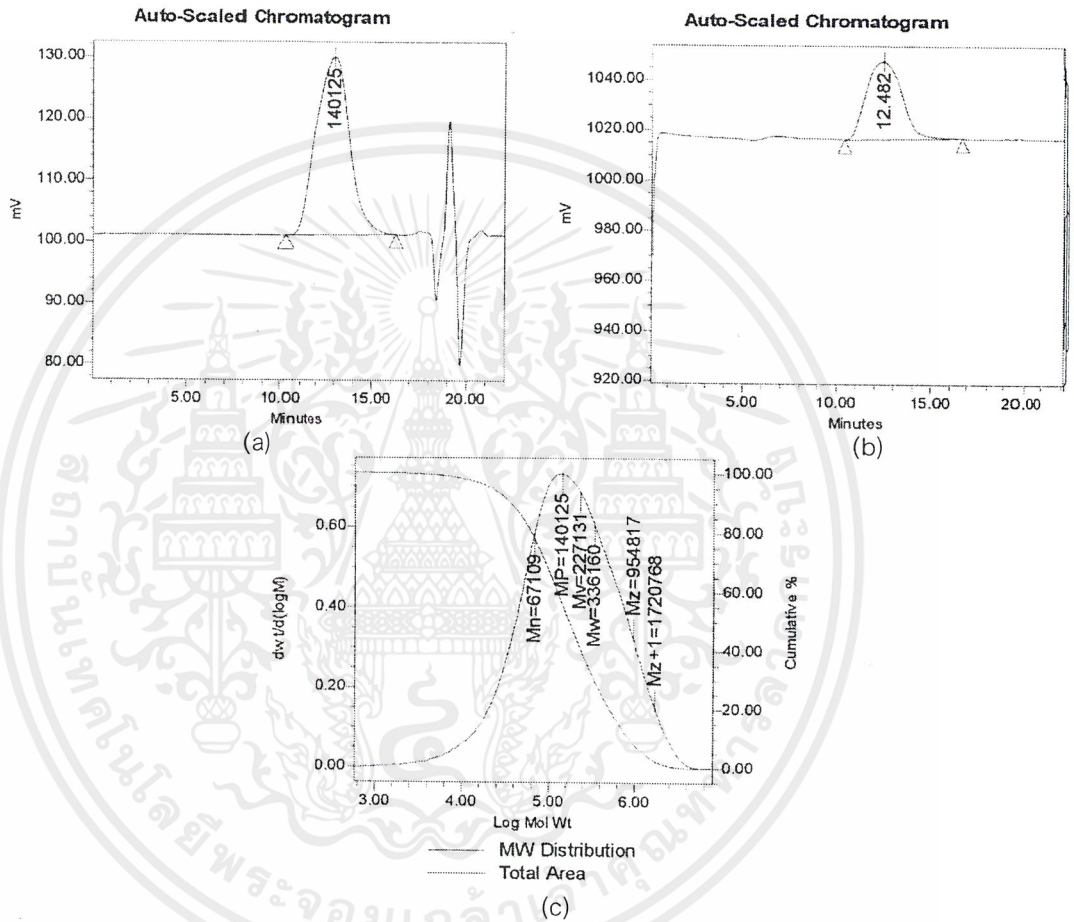
ตารางที่ 4.7 ผลของน้ำหนักโมเลกุลยางไอโซพรีนก่อนและหลังการไฮโดรจิเนชัน

	Mn	Mw	MP	Mz	Mv	Polydispersity
IR	67,109	336,160	140,125	954,817	227,131	5.009147
HIR 12h	14,312	156,452	60,527	547,124	79,886	10.931617

เมื่อ IR = ยางไอโซพรีน

HIR 12h = ยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน เมื่อเวลาที่ทำปฏิกิริยาเป็น 12 ชั่วโมง

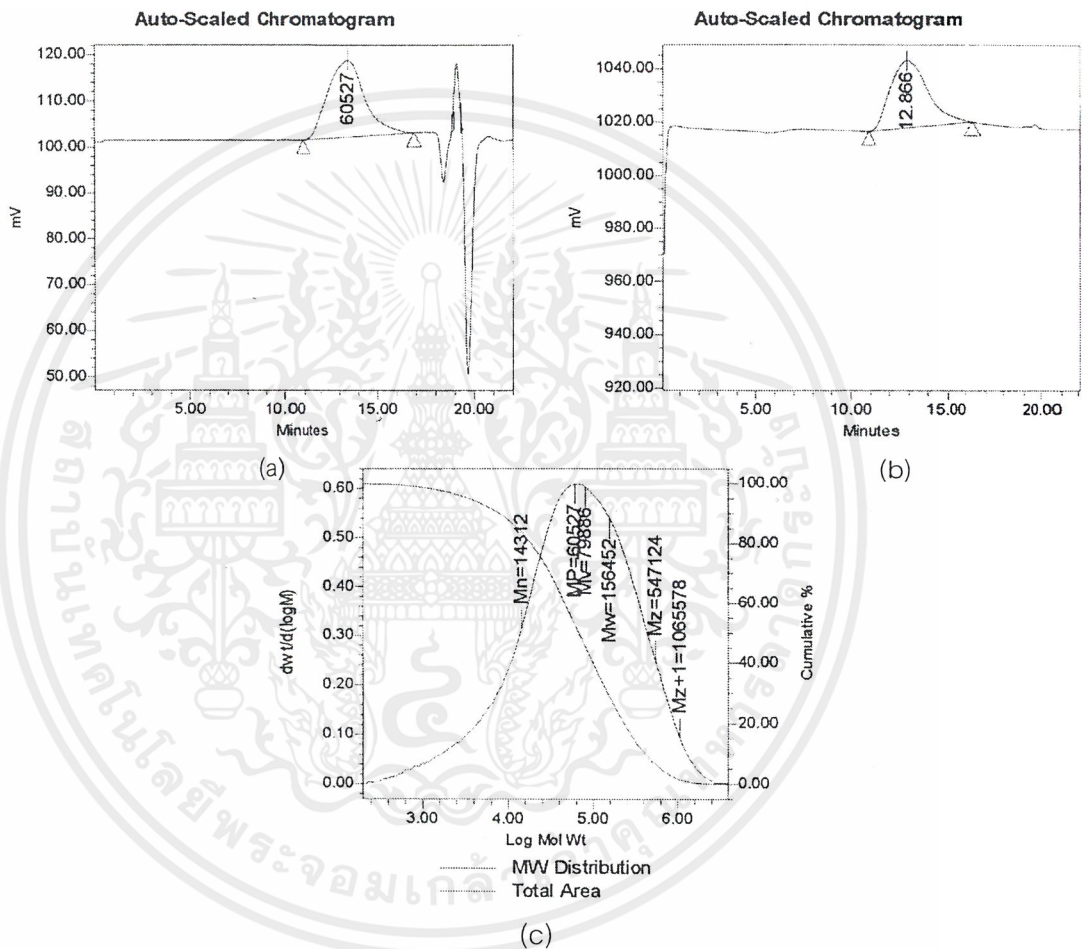
Sample Name	IR	Run Time	22.0 Minutes
Injection	1	Sample Type	Broad Unknown
Injection Volume	100.00 ul	Acq Method Set	Meth_BB
Channel	SATIN	Processing Method	Proc_BB



รูปที่ 4.10 โครมาโทแกรมจาก GPC ของยางไอโซพรีน (a) RI detector (b) Viscometer detector (c) MW distribution

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Sample Name	HIR	Run Time	22.0 Minutes
Injection	1	Sample Type	Broad Unknown
Injection Volume	100.00 ul	Acq Method Set	Meth_BB
Channel	SATIN	Processing Method	Proc_BB

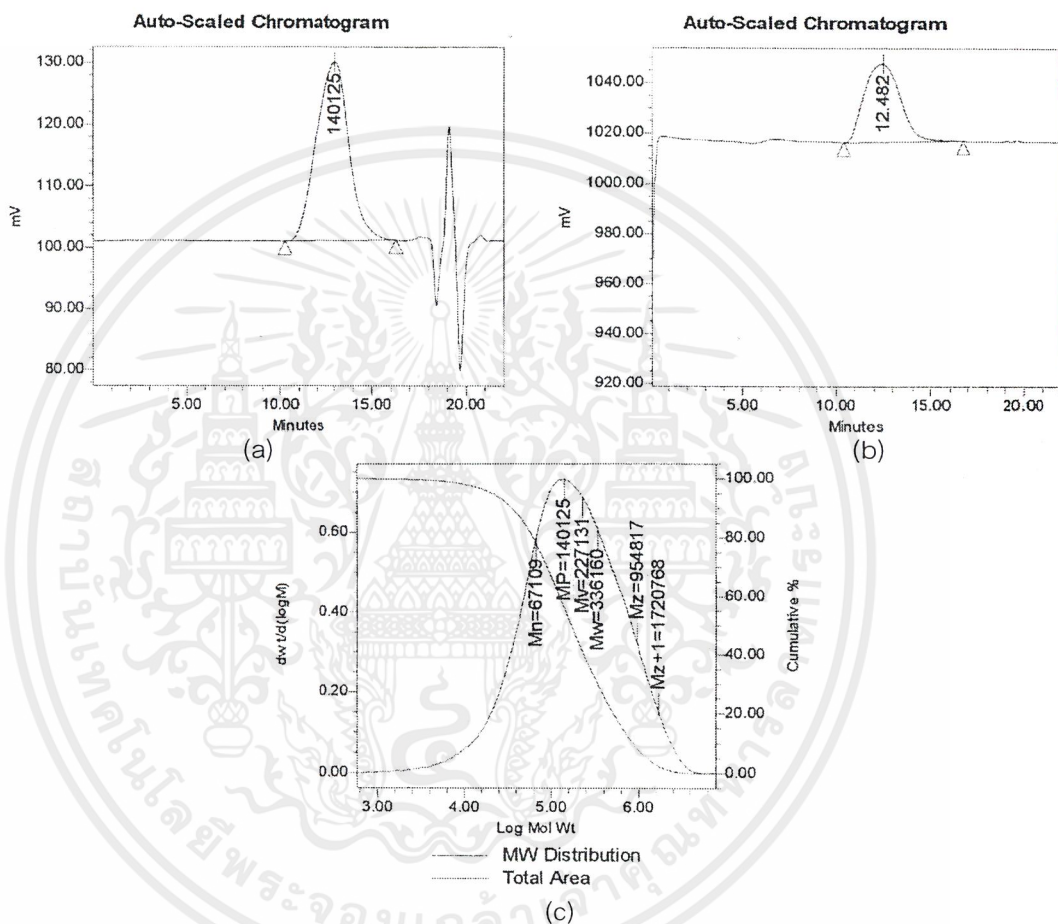


รูปที่ 4.11 โครมาโทแกรมจาก GPC ของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชัน 12 ชั่วโมง

(a) RI detector (b) Viscometer detector (c) MW distribution

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

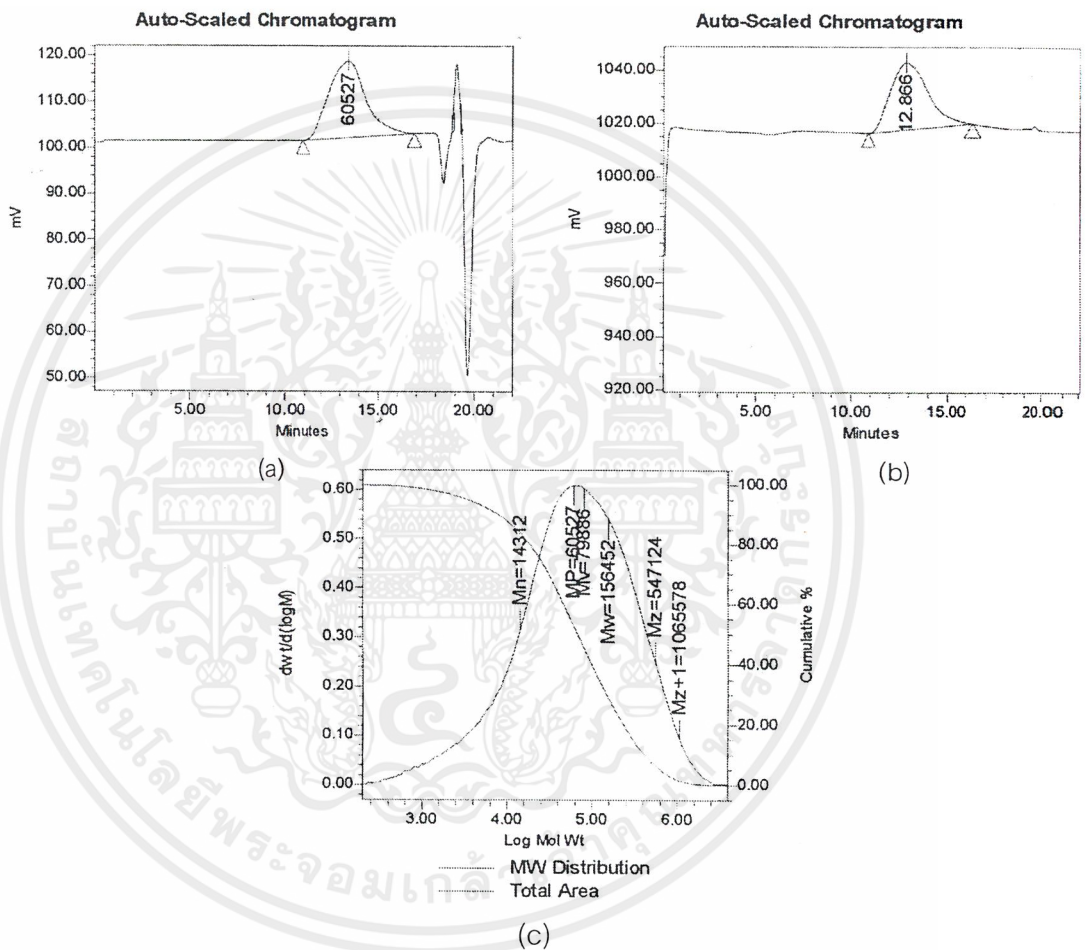
Sample Name	IR	Run Time	22.0 Minutes
Injection	1	Sample Type	Broad Unknown
Injection Volume	100.00 ul	Acq Method Set	Meth_BB
Channel	SATIN	Processing Method	Proc_BB



รูปที่ 4.11 โครมาโทแกรมจาก GPC ของยางไอโซพรีน (a) RI detector  
(b) Viscometer detector (c) MW distribution

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Sample Name	HIR	Run Time	22.0 Minutes
Injection	1	Sample Type	Broad Unknown
Injection Volume	100.00 ul	Acq Method Set	Meth_BB
Channel	SATIN	Processing Method	Proc_BB



รูปที่ 4.12 โครมาโทแกรมจาก GPC ของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชัน 12 ชั่วโมง

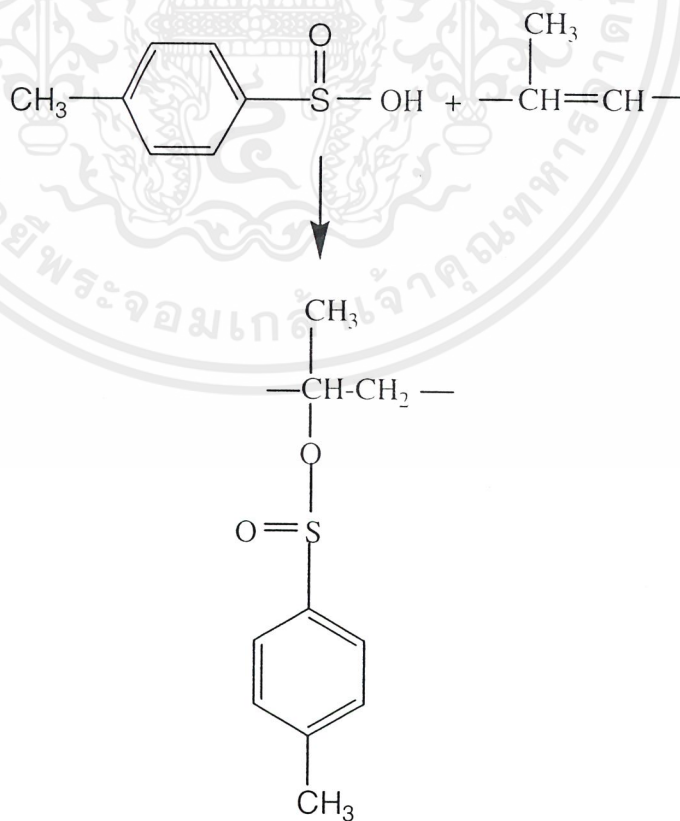
(a) RI detector (b) Viscometer detector (c) MW distribution

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.10 และ 4.11 โครมาโทแกรม a เป็นโครมาโทแกรมที่ได้จากสัญญาณ RI detector โครมาโทแกรม b เป็นโครมาโทแกรมที่ได้จากสัญญาณ Viscometer detector ซึ่งสัญญาณทั้งสองถูกนำมาประมวลผลและคำนวณมาเป็นกราฟการกระจายน้ำหนักโมเลกุลดังโครมาโทแกรม c

จากตาราง 4.7 พบว่าน้ำหนักโมเลกุลของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชันลดลงอย่างมาก และการกระจายน้ำหนักโมเลกุลกว้างขึ้น และเมื่อพิจารณาจากโครมาโทแกรม จะเห็นว่าส่วนใหญ่ของโมเลกุลทั้งยางไอโซพรีนก่อนและหลังไฮโดรจีเนชันจะออกจากคอลัมน์ด้วยเวลา (Retention time) ที่พร้อม ๆ กัน คือ 10-16 นาที แต่ยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชันมีค่าความถี่ต่ำกว่ายางไอโซพรีนก่อนการไฮโดรจีเนชัน ทำให้น้ำหนักโมเลกุลโดยเฉลี่ยลดลง เนื่องจากบางส่วนเกิดการขาดของสายโซ่ (Chain scission) ทำให้โมเลกุลมีขนาดเล็กลงจึงออกมาจากคอลัมน์ช้า ส่งผลให้การกระจายน้ำหนักโมเลกุลกว้างขึ้น

การลดลงของน้ำหนักโมเลกุลเกิดจากปฏิกิริยาข้างเคียง คือ TSA (*p*-Toluenesulfonic acid) ที่เกิดจากการสลายตัวทางความร้อนของ TSH ซึ่ง TSA นี้มีฤทธิ์เป็นกรด จะเข้าทำปฏิกิริยากับพันธะคู่ จึงส่งผลให้เกิดการขาดของสายโซ่ ดังสมการที่ (4.14)



(4.14)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาอิทธิพลของเวลา และความเข้มข้นของ TSH ที่ใช้ทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันยางไอโซพรีน โดยใช้พาราโทลูอินซัลโฟนิลไฮดราไซด์ (TSH) เป็นรีเอเจนต์ พบว่าขั้นกำหนดปฏิกิริยาคือขั้นการแตกตัวของ TSH ซึ่งสามารถแสดงสมการอัตราเร็วของการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชัน ได้ดังนี้

$$\text{rate} = 0.1756 [\text{TSH}]^{0.69} \text{ โมล/ลิตร-ชม.} \quad (T=140^\circ\text{C})$$

จากสมการอธิบายได้ว่าเมื่อความเข้มข้นของ TSH เพิ่มขึ้น ทำให้อัตราเร็วของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น และเมื่อเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ทำให้มีปริมาณไดอิมิด (Diimide) ที่เกิดจากการแตกตัวของ TSH มากขึ้นด้วย ส่งผลให้ปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันเกิดได้สมบูรณ์ ได้เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันที่สูงขึ้น โดยปริมาณไดอิมิด (Diimide) ที่เกิดขึ้นนั้นมีแอกติวิตีประมาณ 2/3 ของทั้งหมด (หรือ 69.51 %) ที่เข้าทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชัน ส่วนอีก 1/3 นั้นจะเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงระหว่างไดอิมิด (Diimide) ด้วยกัน

จากการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา พบว่าควรอยู่ระหว่าง 110-160 °C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ TSH สามารถแตกตัวให้ไดอิมิด (Diimide) ได้ โดยเมื่ออุณหภูมิของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ทำให้อัตราเร็วของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น และเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันเพิ่มขึ้นด้วย

เมื่อตรวจสอบน้ำหนักโมเลกุลของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน พบว่ามีค่าลดลง ทั้งนี้เนื่องจากเกิดการขาดของสายโซ่ (Chain scission) เพราะ TSA ที่เกิดจากการแตกตัวของ TSH สามารถทำปฏิกิริยากับพันธะคู่ของยางไอโซพรีนได้

### ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาผลของความเข้มข้นของเออร์แกนออกซ์ 1010 (Antioxidant) ที่ช่วยป้องกันการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียง
2. ศึกษาความสามารถของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชัน ในการใช้เป็นสารช่วยผสมในพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีน โดยสังเกตจากสมบัติของพอลิเมอร์ผสมที่ได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

1. ชูลีพร ถนอมศิลป์ “การศึกษาปฏิกิริยาการเติมไฮโดรเจนแบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของ โพลีไอโซพรีน” วิทยานิพนธ์หลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ มหาวิทยาลัยมหิดล ปีการศึกษา 2540.
2. ชูเกียรติ กิจธาดำรงเดช พรพรรณ ปิ่นจันทร์ และภักดี รัตนจันทร์ “การไฮโดรจีเนชัน ยางไอโซพรีนเพื่อใช้เป็นตัวช่วยผสมในพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิ-พรอพิลีน” โครงการพิเศษหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ปีการศึกษา 2541.
3. H. J. Harwood, D. B. Russell, J. A. Verthe and J. Zymonas, *Die Makromolekulare Chemie*, 163, 1973, 1-12.
4. L. A. Mango and R. W. Lenz, *Die Makromolekulare Chemie*, 163, 1973, 13-36.
5. S. Poshyachinda and V. Kanitthanon, *Spectrochimica Acta*, 50A, No.11, 1994, 2011-2017.
6. J. Podesva, P. Spacek and C. Konak, *Journal of Applied Polymer Science*, 44, 1992, 527-532.
7. บัทยา ลิฬหาวงศ์ “ปฏิบัติการเคมีทั่วไป” ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง 2541.
8. กฤษณา ชูติมา “หลักเคมีทั่วไป เล่ม 1” พิมพ์ครั้งที่ 14 สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย 2540.
9. อธิพิล แจ้งชัด “เอกสารประกอบการเรียนการสอนวิชาเทคโนโลยีการยาง”.
10. แม้น อมรสิทธิ์ และอมร เพชรสม “หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ” 206-218 กรุงเทพฯ 2539.
11. อรุณี คงศักดิ์ไพศาล “เอกสารประกอบการเรียนการสอนวิชาปฏิบัติการวิเคราะห์เครื่องมือ 2”.

.....

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

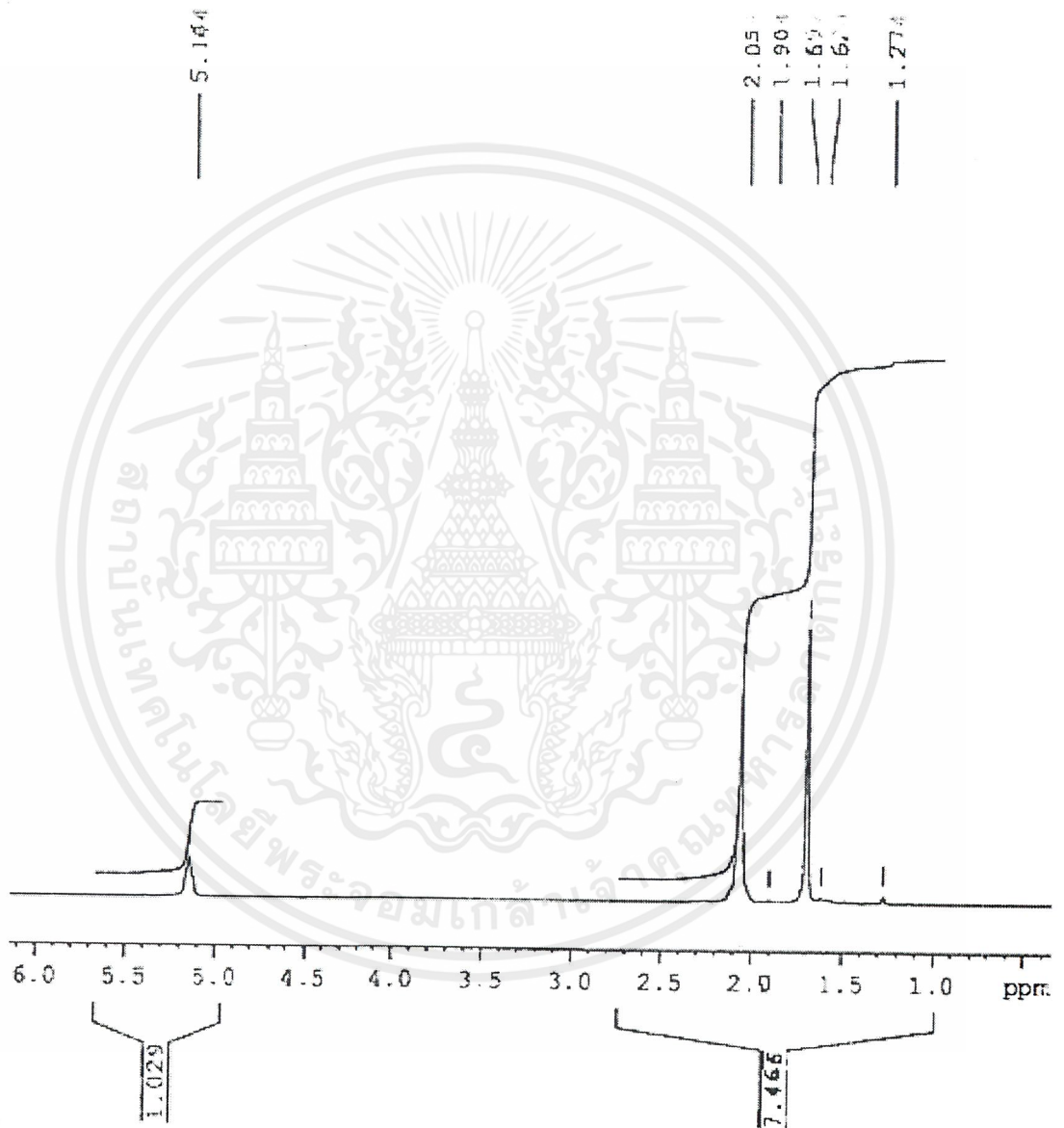


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



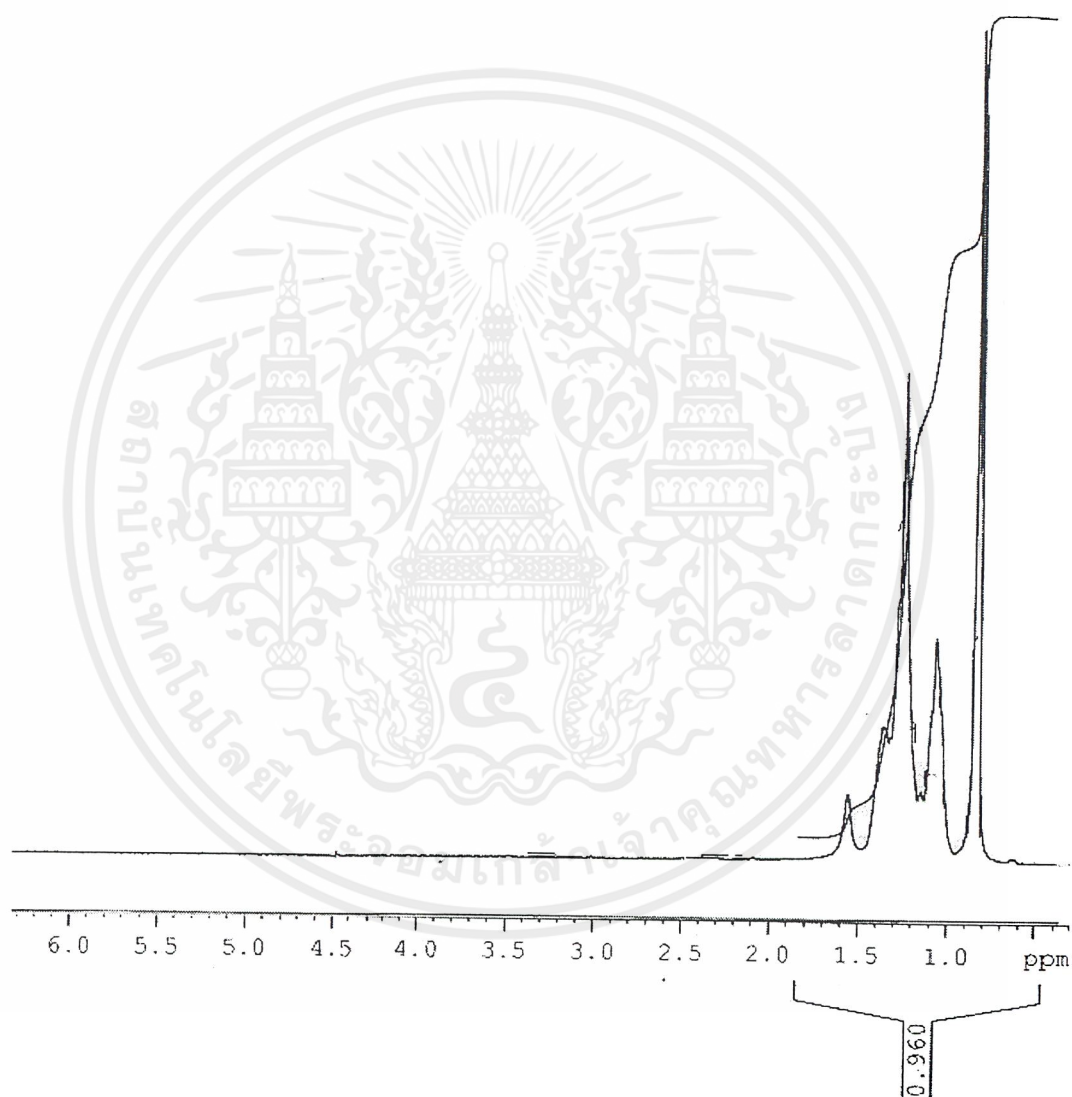
ภาคผนวก ก  
 $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนที่เวลาการทำปฏิกิริยาต่าง ๆ กัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 1ก  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนก่อนการไฮโดรจีเนชัน

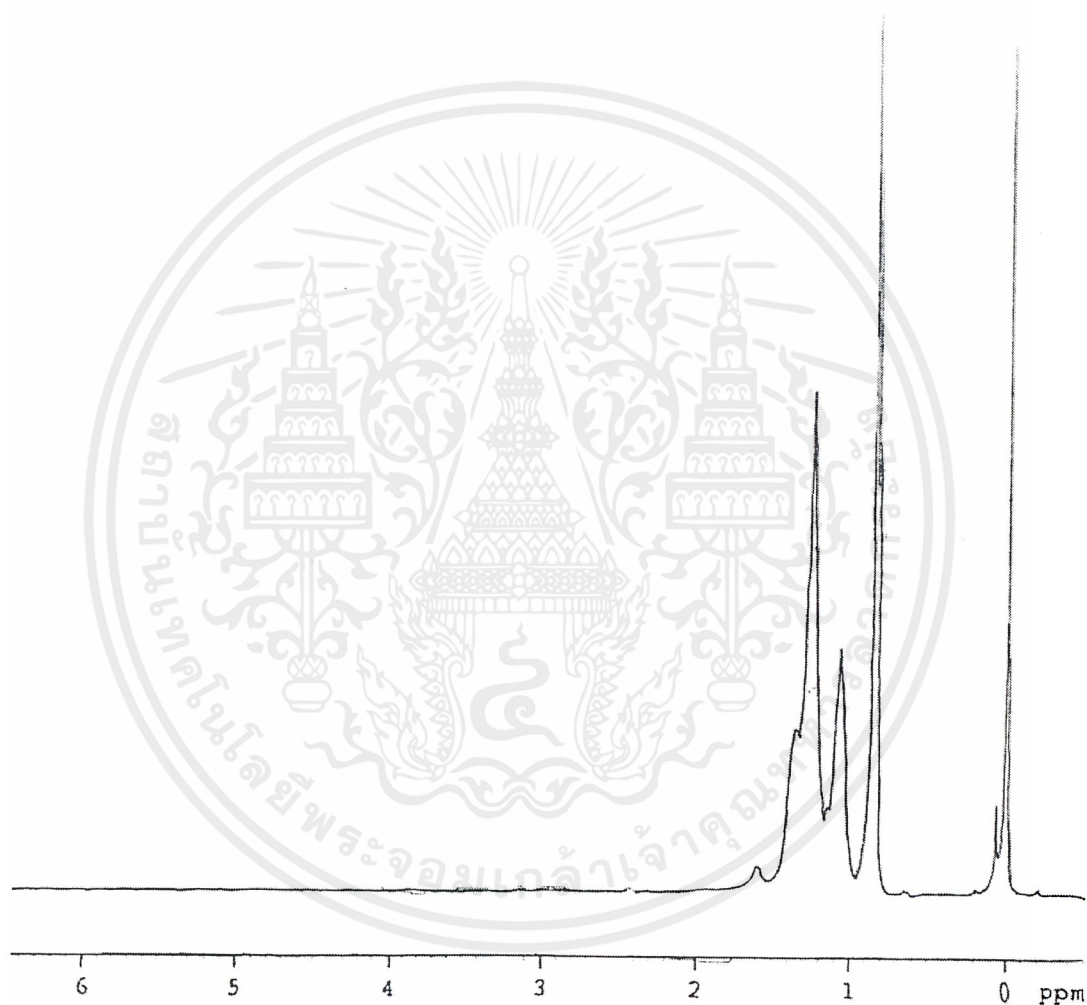
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2ก  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 5 : 1

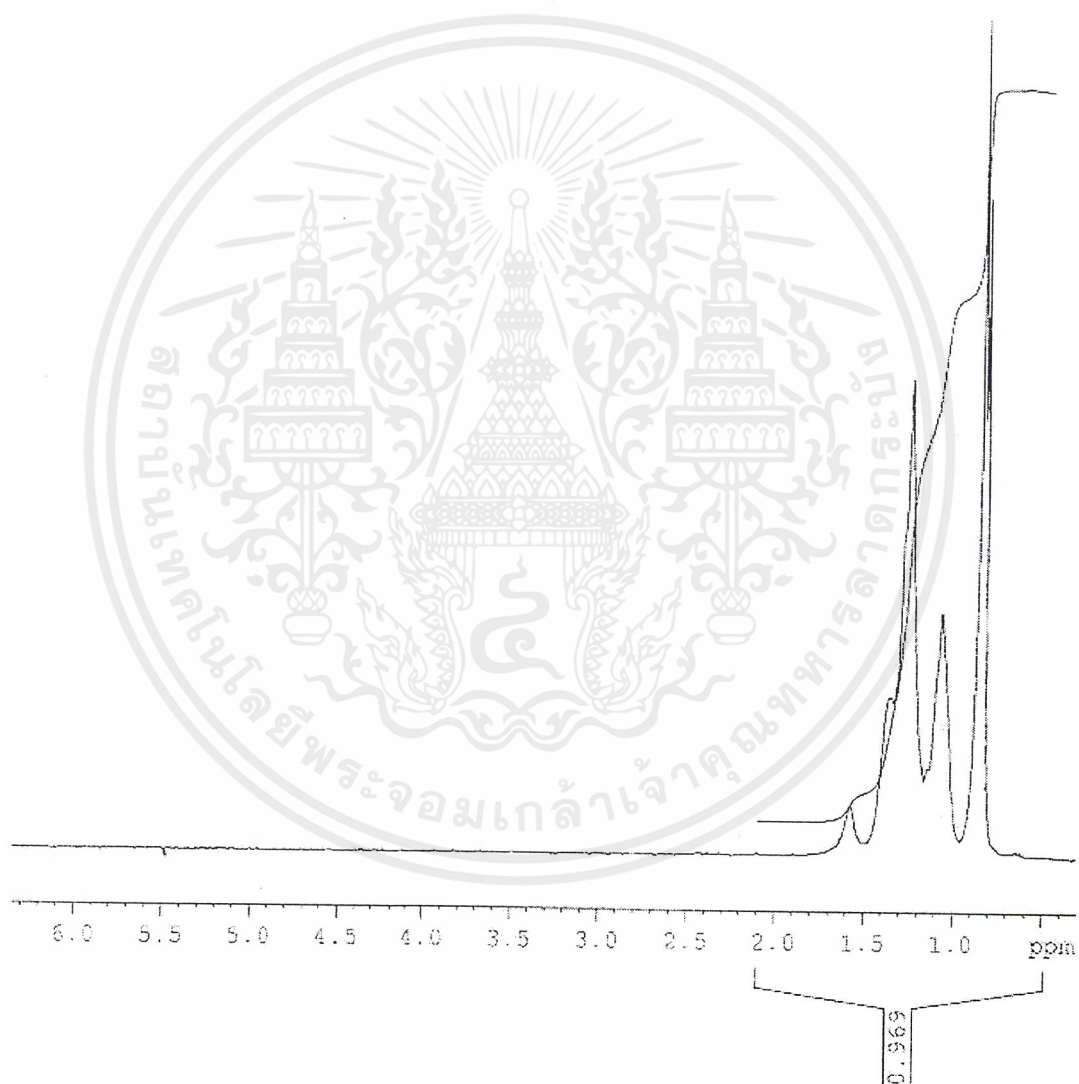
เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา  $140^\circ\text{C}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



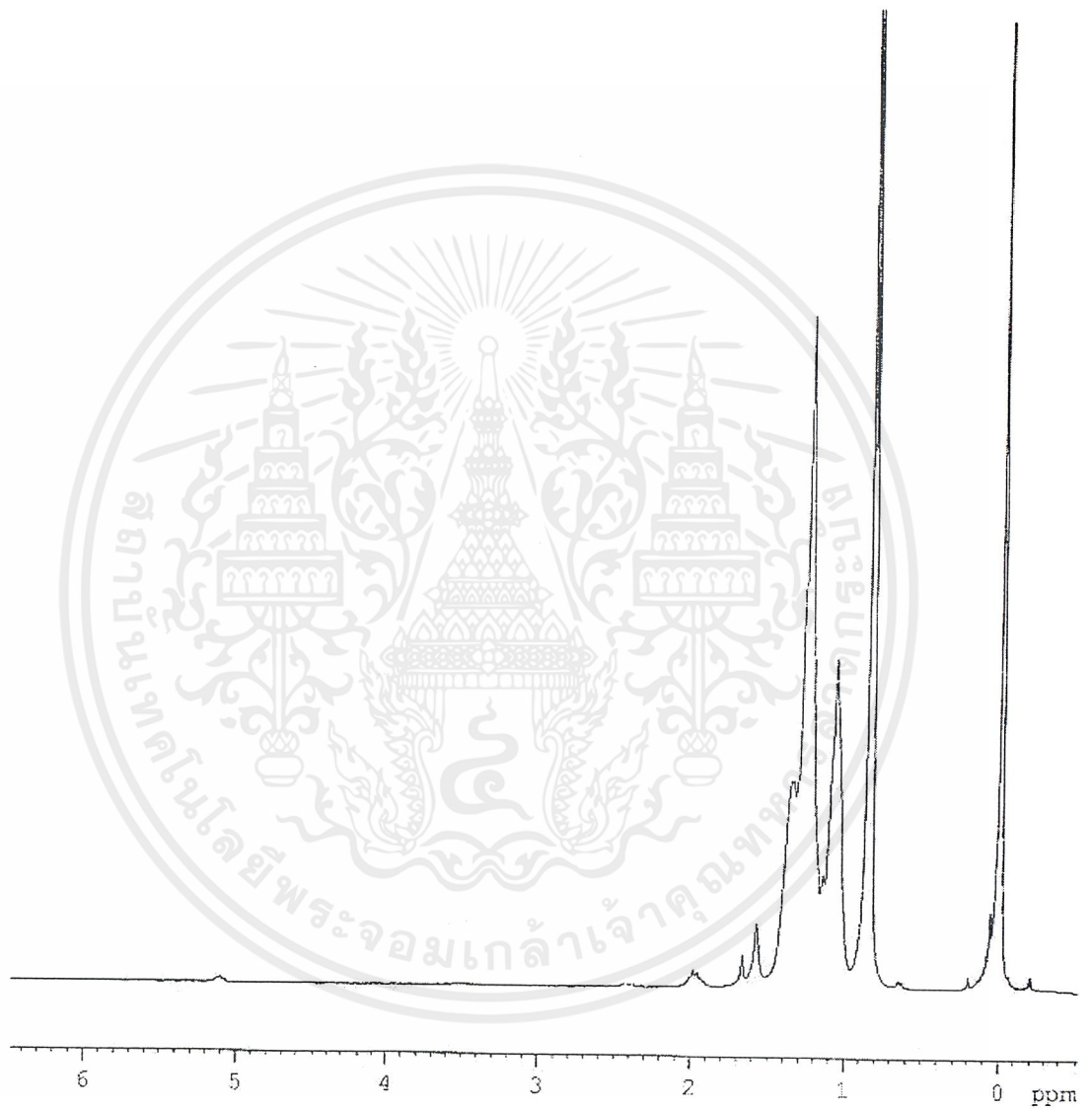
รูปที่ 3ก  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 5 : 1  
 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา  $140^\circ\text{C}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4ก  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชัน ที่  $[\text{TSH}] : [\text{C}=\text{C}] = 5 : 1$   
 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา  $140\text{ }^\circ\text{C}$

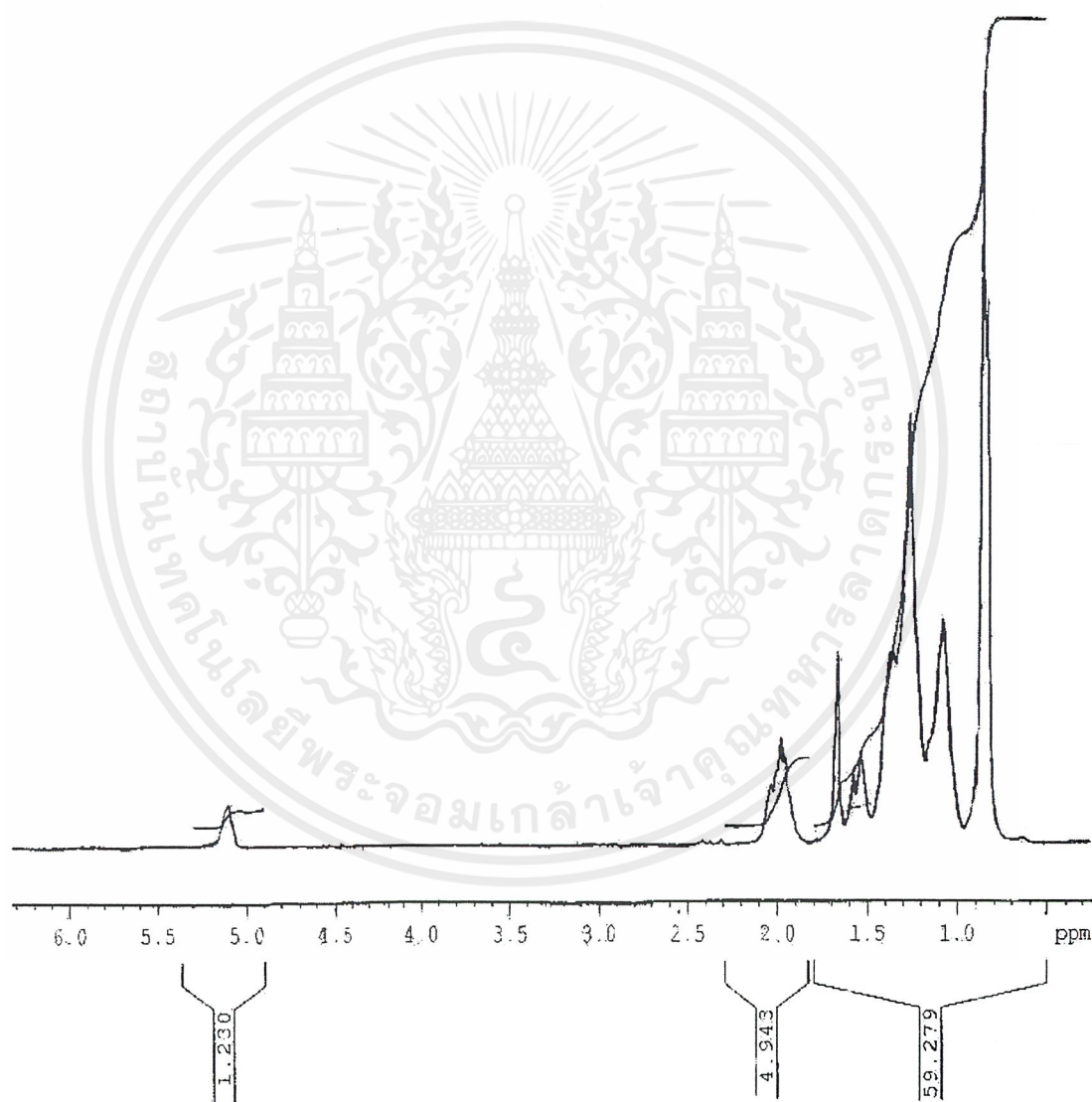
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 5ก  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชัน ที่  $[\text{TSH}] : [\text{C}=\text{C}] = 5 : 1$

เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา  $140^\circ\text{C}$

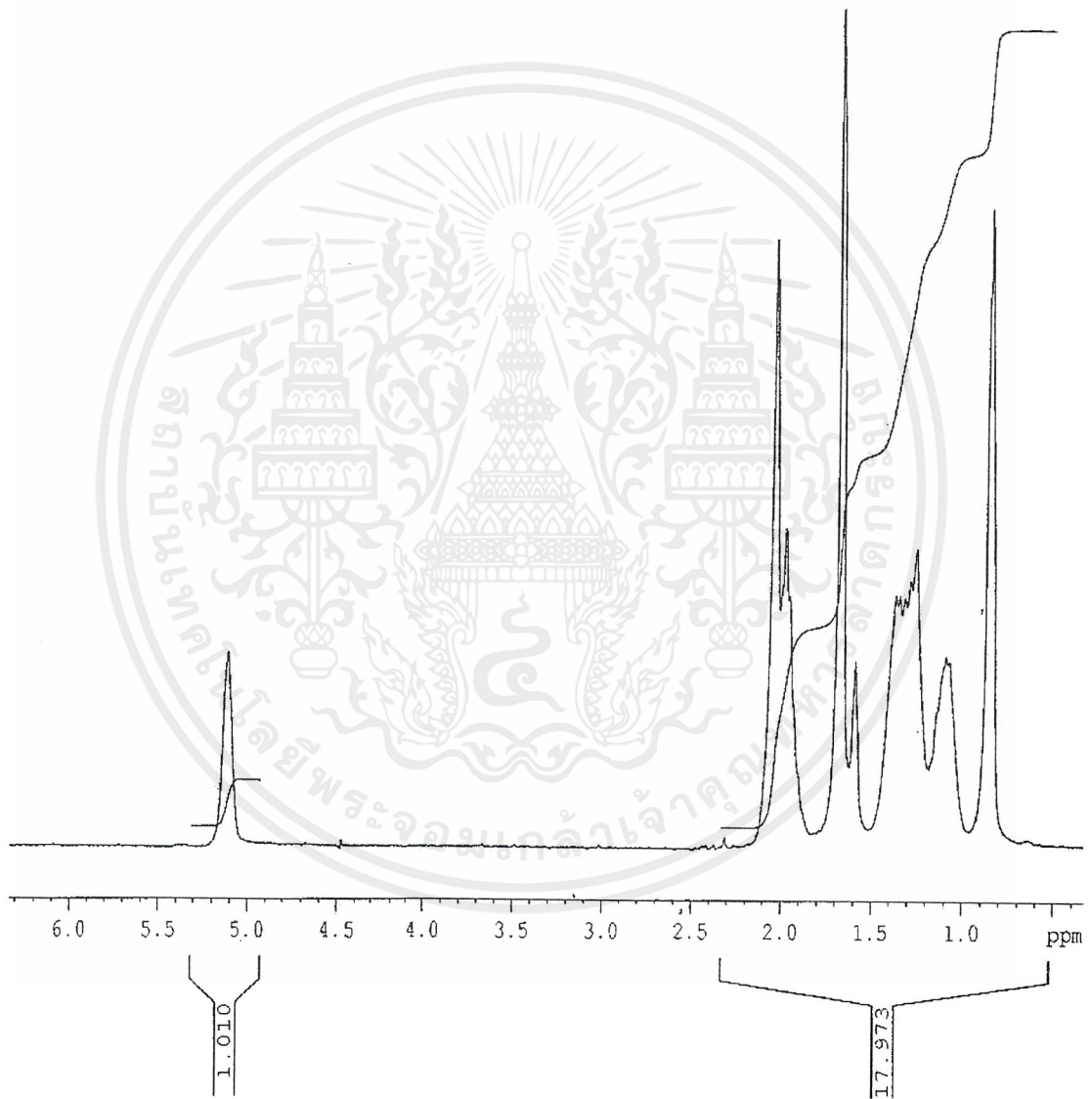
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 6ก  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 5 : 1

เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา  $140\text{ }^\circ\text{C}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 7ก  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน ที่  $[\text{TSH}] : [\text{C}=\text{C}] = 5 : 1$

เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 0.5 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา  $140\text{ }^\circ\text{C}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 1x  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 2 : 1  
เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 0.5 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา  $140\text{ }^\circ\text{C}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2x  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจิเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 3 : 1  
เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 0.5 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา  $140^\circ\text{C}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก ค

$^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนที่อุณหภูมิการทำปฏิกิริยาต่าง ๆ กัน

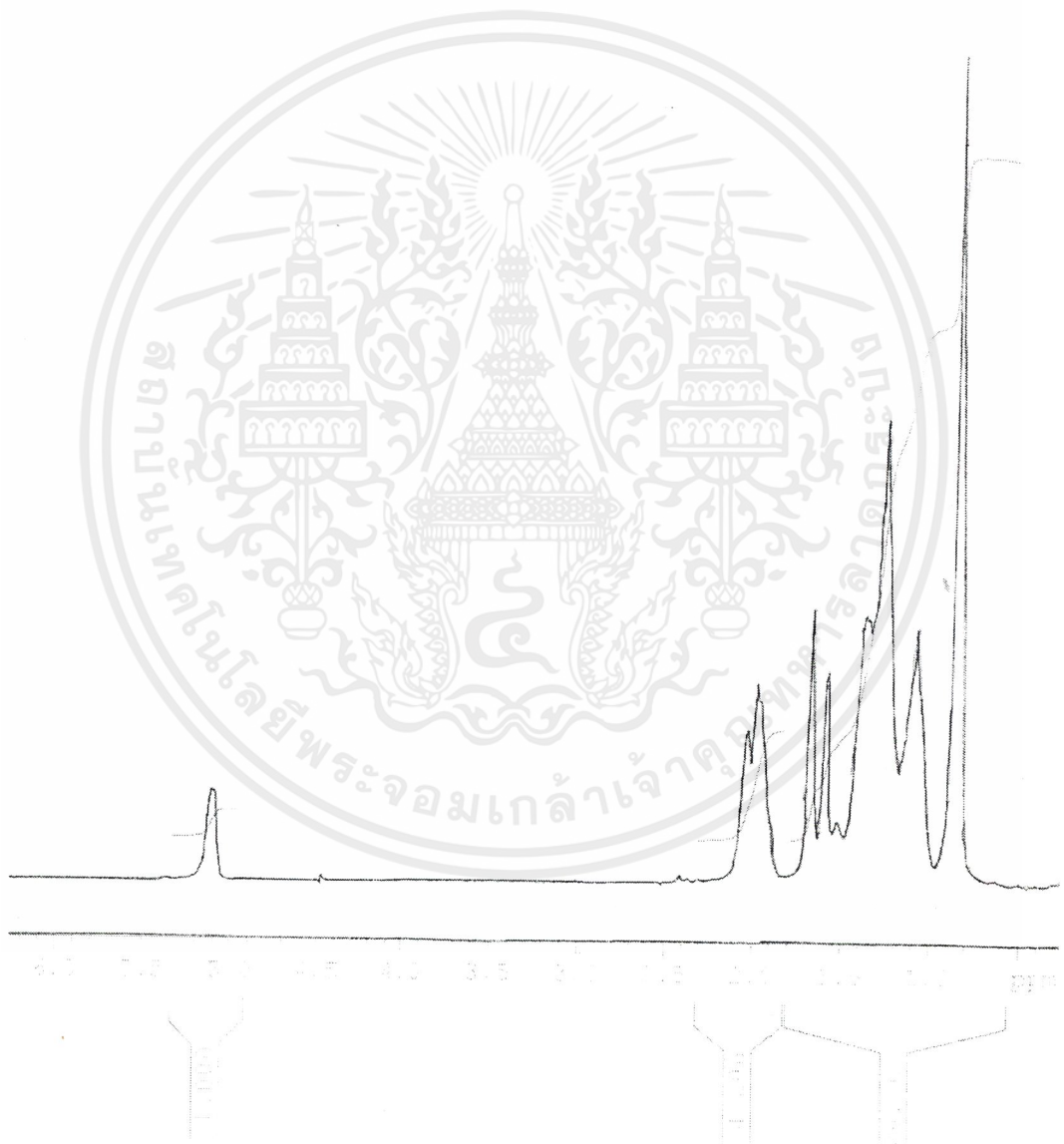
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 1ค  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 2 : 1

เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา  $120^\circ\text{C}$

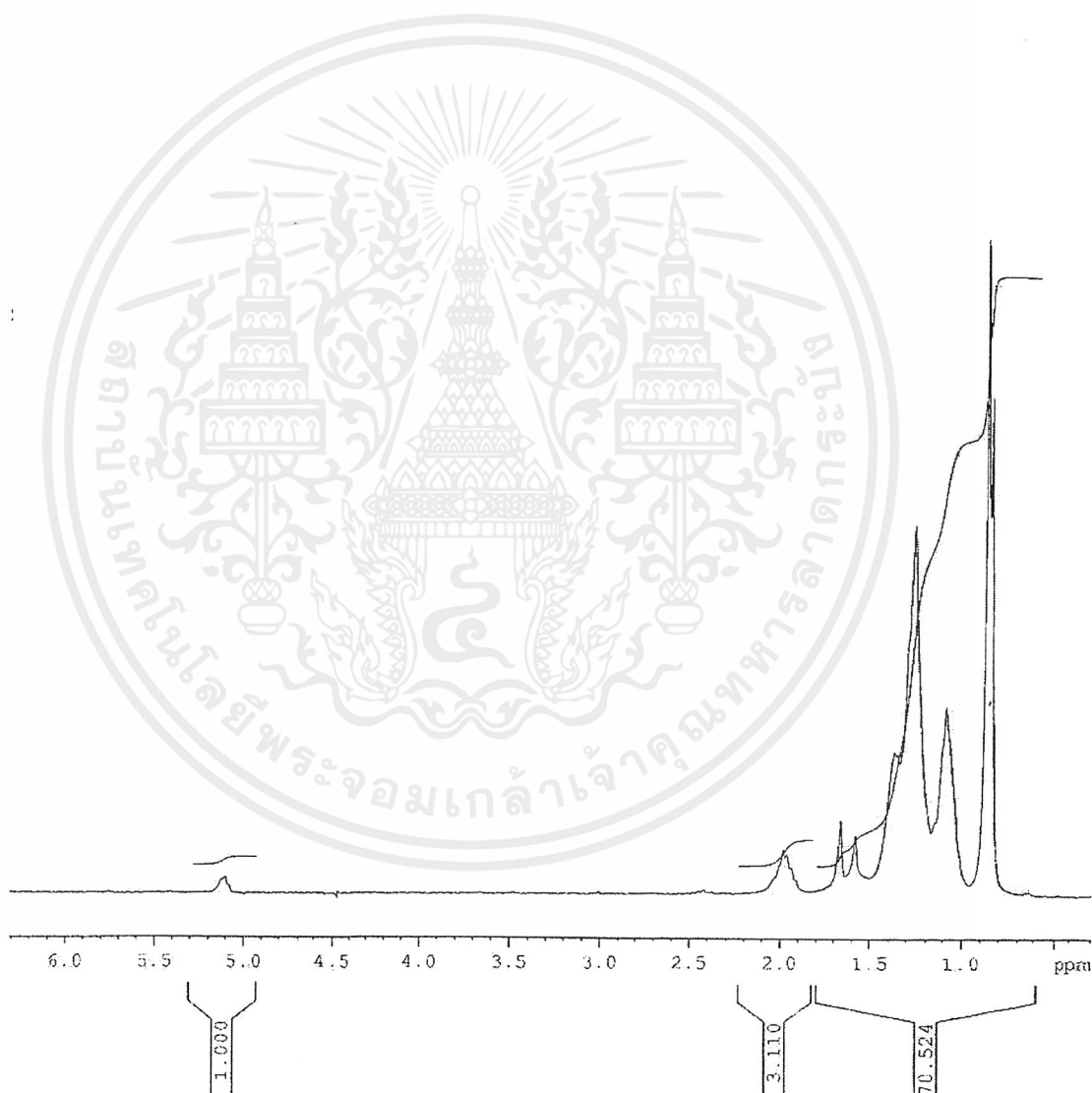
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2ค  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชัน ที่ [TSH] : [C=C] = 2 : 1

เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา  $130\text{ }^{\circ}\text{C}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3ค  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของยางไอโซพรีนหลังการไฮโดรจีเนชัน ที่  $[\text{TSH}] : [\text{C}=\text{C}] = 2 : 1$

เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา  $140^\circ\text{C}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก  
ตารางแสดงผลการทดลองและค่าที่ได้จากการคำนวณ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตาราง 1ง ผลการทดลองและค่าที่ได้จากการคำนวณ

ตัวอย่างที่	IR (g)	[IR] (mol/l)	IR หลังทำปฏิกิริยา (g)	TSH (g)	[TSH] (mol/l)	[TSH] : [C=C]	เวลาการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิ (°C)	เปอร์เซ็นต์ไฮโดรจิเนชัน	เปอร์เซ็นต์ recovery
1	0.8336	0.123	0.7015	11.4115	0.613	5	24	140	100	84.15
2	0.8331	0.123	0.6845	11.4018	0.613	5	12	140	100	82.16
3	0.8348	0.123	0.6974	11.4008	0.613	5	6	140	100	83.54
4	0.8353	0.123	0.652	11.3997	0.613	5	3	140	97.95	78.06
5	0.8392	0.123	0.6872	11.3956	0.613	5	1	140	81.89	81.89
6	0.8383	0.123	0.6684	11.4012	0.613	5	0.5	140	51.91	79.73
7	0.8389	0.123	0.6595	4.5619	0.245	2	0.5	140	27.54	78.61
8	0.8365	0.123	0.6626	6.8403	0.368	3	0.5	140	33.59	79.25
9	0.8356	0.123	0.6951	6.8413	0.368	3	3	140	88.88	83.32
9	0.8389	0.123	0.6453	4.5611	0.245	2	3	120	55.29	76.92
10	0.8386	0.123	0.6906	4.5605	0.245	2	3	130	70.03	82.35
11	0.8347	0.123	0.7189	4.5612	0.245	2	3	140	86.95	86.13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก ง  
ตารางแสดงผลการทดลองและค่าที่ได้จากการคำนวณ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตาราง 1ง ผลการทดลองและค่าที่ได้จากการคำนวณ

ตัวอย่างที่	IR (g)	[IR] (mol/l)	IR หลังทำปฏิกิริยา (g)	TSH (g)	[TSH] (mol/l)	[TSH] : [C=C]	เวลาการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิ (°C)	เปอร์เซ็นต์ไฮโดรจีเนชัน	เปอร์เซ็นต์ recovery
1	0.8336	0.123	0.7015	11.4115	0.613	5	24	140	100	84.15
2	0.8331	0.123	0.6845	11.4018	0.613	5	12	140	100	82.16
3	0.8348	0.123	0.6974	11.4008	0.613	5	6	140	100	83.54
4	0.8353	0.123	0.652	11.3997	0.613	5	3	140	97.95	78.06
5	0.8392	0.123	0.6872	11.3956	0.613	5	1	140	81.89	81.89
6	0.8383	0.123	0.6684	11.4012	0.613	5	0.5	140	51.91	79.73
7	0.8389	0.123	0.6595	4.5619	0.245	2	0.5	140	27.54	78.61
8	0.8365	0.123	0.6626	6.8403	0.368	3	0.5	140	33.59	79.25
9	0.8356	0.123	0.6951	6.8413	0.368	3	3	140	88.88	83.32
9	0.8389	0.123	0.6453	4.5611	0.245	2	3	120	55.29	76.92
10	0.8386	0.123	0.6906	4.5605	0.245	2	3	130	70.03	82.35
11	0.8347	0.123	0.7189	4.5612	0.245	2	3	140	86.95	86.13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้拿去ใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## การคำนวณหาจำนวนโมลและความเข้มข้นของยางไอโซพรีน และ TSH

### 1. การคำนวณหาจำนวนโมลและความเข้มข้นของยางไอโซพรีน

ยางไอโซพรีน 1 หน่วย มีมวล 68 กรัม/โมล และมี 1 พันธะคู่

ดังนั้นยางไอโซพรีน 1 หน่วย คิดเป็น จำนวนพันธะคู่ 1 โมล

จากตัวอย่างที่ 1 ในภาคผนวก ง : ยางไอโซพรีนก่อนการทำปฏิกิริยา = 0.8336 กรัม

ละลายในไซลีน 100 มิลลิลิตร

จะได้

$$\begin{array}{rcll} \text{ยางไอโซพรีน} & 68 & \text{กรัม คิดเป็น} & 1 & \text{โมล} \\ \text{ยางไอโซพรีน} & 0.8336 & \text{กรัม คิดเป็น} & 0.8336/68 & \text{โมล} \\ & & & = & 0.0123 & \text{โมล} \end{array}$$

ยางไอโซพรีน 0.8336 กรัมละลายในไซลีน 100 มิลลิลิตร

$$\begin{array}{rcll} \text{ดังนั้น ยางไอโซพรีนมีความเข้มข้น} & & \frac{0.0123}{100} \times 1000 & \text{โมล/ลิตร} \\ & & = & 0.123 & \text{โมล/ลิตร} \end{array}$$

ตัวอย่างอื่น ๆ สามารถคำนวณได้เช่นเดียวกันนี้ ดังแสดงในภาคผนวก ง

### 2. การคำนวณหาจำนวนโมลและความเข้มข้นของ TSH

TSH มีน้ำหนักโมเลกุล 186 กรัม/โมล

จากตัวอย่างที่ 1 ในภาคผนวก ง : TSH = 11.4115 กรัม ละลายในไซลีน 100 มิลลิลิตร

จะได้

$$\begin{array}{rcll} \text{TSH} & 186 & \text{กรัม คิดเป็น} & 1 & \text{โมล} \\ \text{TSH} & 11.4115 & \text{กรัม คิดเป็น} & 11.4115/186 & \text{โมล} \\ & & & = & 0.0613 & \text{โมล} \end{array}$$

TSH 11.4115 กรัม ละลายในไซลีน 100 มิลลิลิตร

$$\begin{array}{rcll} \text{ดังนั้น TSH มีความเข้มข้น} & & \frac{0.0613}{100} \times 1000 & \text{โมล/ลิตร} \\ & & = & 0.613 & \text{โมล/ลิตร} \end{array}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวอย่างอื่น ๆ สามารถคำนวณได้เช่นเดียวกันนี้ดังแสดงในภาคผนวก ง

จากข้อ 1 และ 2 จะได้ [TSH] : [C=C] = 0.613/0.123 ~ 5 : 1 โดยโมล



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้