



การส่งเคราะห์ วิเคราะห์และตรวจสอบคุณสมบัติเฉพาะ
ของวาริณมอเมอร์ที่มีในตระเจอะตอมอยู่านรัมเลกุล

๑๒พ.

นางสาวกตัญญี วรกิจไนย์

๓๑๒๒๓
๒๕๓๖

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน.....
วันเดือนปี.....

612527531

รตรงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. ๒๕๓๖

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF A VINYL MONOMER
CONTAINING NITROGEN ATOM IN THE MOLECULE**

MISS KATANCHALEE VACHEETHASANEE

**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**

หัวข้อโครงการพิเศษ

การสังเคราะห์ วิเคราะห์และตรวจสอบคุณสมบัติเฉพาะ
ของโพลีเมอร์ที่มีไนโตรเจนอะตอมอยู่ในโมเลกุล

โดย

นางสาวกตัญญู วิจิทัศนีย์

ภาควิชา

เคมี

อาจารย์ที่ปรึกษา

ดร.อนุชา เอื้อเพิ่มเกียรติ

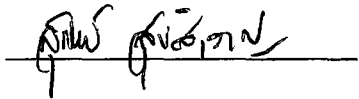
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
อนุมัติให้ับโครงการพิเศษฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต



(ผศ.นงนุช เกตรานูรักษ์)

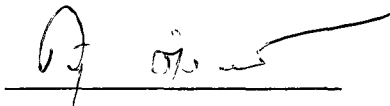
คณะกรรมการโครงการพิเศษ

หัวหน้าภาค



(ผศ.ดร.สุนิตย์ สุขสาราย)

ประธานกรรมการ



(อ.คณิตา ตังคณานูรักษ์)

กรรมการ



(ดร.อนุชา เอื้อพิมพ์เกียรติ)

กรรมการ

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์ วิเคราะห์และตรวจสอบคุณสมบัติเฉพาะของไวนิลมอนอเมอร์ที่มีในโตรเจนอะตอมอยู่ในโมเลกุล
นักศึกษา	นางสาวกตัญญู วิจิทัศนีย์
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.อนุชา เอื้อเพิ่มเกียรติ
ภาควิชา	เคมี
ปีการศึกษา	พ.ศ. 2537

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์ วิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของไวนิลมอนอเมอร์ที่มีในโตรเจนอะตอมอยู่ในโมเลกุล การศึกษานี้แบ่งออกเป็น 2 ส่วนคือ

- 1) การศึกษาวิธีการสังเคราะห์ เอ็น-(1,2-เอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์
- 2) การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ เอ็น - (1,2-เอทิลอะมิโนเมทิล)

อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ จากการศึกษาตามโครงการพิเศษพบว่า

การศึกษาส่วนที่ 1 ได้ศึกษาวิธีการสังเคราะห์ เอ็น-(1,2-เอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ทั้งหมด 3 วิธี พบว่าวิธีที่ดีที่สุดเป็นการสังเคราะห์โดยใช้ 1,2-เอทิลเอมีน อะคริลาไมด์ และ พาราฟอร์มัลดีไฮด์ เป็นสารตั้งต้น คาร์บอนเตตระคลอไรด์เป็นตัวทำละลาย ทาบทกิริยาที่อุณหภูมิ 60° ซ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นนำมากลับแบบสูญญากาศพบว่ามีจุดเดือดที่อุณหภูมิ 130° ซ (ทั้งนี้ไม่สามารถวัดความดันบรรยากาศในระหว่างการกลั่นได้) ปริมาณผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการกลั่น 57.6 เปอร์เซ็นต์

การศึกษาส่วนที่ 2 โครงสร้างทางเคมีของ เอ็น-(1,2-เอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ จากการวิเคราะห์โดยใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FTIR) พบหมู่เอมิโนของอะคริลาไมด์ที่เลขคลื่น 3295.53 cm^{-1} หมู่คาร์บอนิล (เอไมด์ I) ที่เลขคลื่น 1660.21 cm^{-1} สี่วงแหวนเอไมด์ II ที่เลขคลื่น 1547.80 cm^{-1} และ 1205.01 cm^{-1} จากการวิเคราะห์หาโครงสร้างโดยใช้เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์

สเปกโตรมิเตอร์ (NMR) พบ δ_H (CDCl₃) 6.68-8.45 [1H,m(maxima ที่ 6.68, 7.12,7.12,7.25,7.67,8.45)], 5.84-5.87 [6H,m(maxima ที่ 5.84,5.86,5.87)], 5.13-5.23 [4H,m(maxima ที่ 5.13,5.14,5.17,5.19,5.20,5.23)] , 3.79-3.86 [2H,m(maxima ที่ 3.79,3.82,3.83,3.86)] , 1.89-2.62 [1H,m(maxima ที่ 1.89, 1.92,1.95,1.98,2.00,2.05,2.08,2.10,2.12,2.13,2.14,2.15,2.16,2.19,2.20, 2.24,2.25,2.28,2.31,2.62)] , 0.52-0.71 [2H,m(maxima ที่ 0.52,0.56,0.57, 0.58,0.61,0.62,0.64,0.66,0.67,0.68,0.69,0.71)] ; δ_C (CDCl₃) [166.13, 167.90,173.06,175.56(C=O)] , [130.67,130.97(CH₂,=CH-)] , [125.33, 125.94(CH₂=CH-)] , [32.32,32.38,43.36,44.51,44.68,45.50,45.78,48.39, 48.63,55.00,56.00(HN-CH₂-N)] , [10.92,11.07,11.40,11.53,11.70,12.07, 12.30,14.68(CH₃-CH₂)] โดยคาดว่า มี เบต้า-(ไดเอทิลอะมิโน) อะคริลามด์ซึ่งเป็น ผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยาการเติมไดเอทิลเอมีนลงบนอะคริลามด์เป็นสิ่งเจือปน และจากการ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอุลตราไวโอเลตสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ พบทรานซิชันแบบ $n \rightarrow \pi^*$ ที่ความยาวคลื่น 399.5 นาโนเมตร ($\epsilon_{max} = 97.2$) และทรานซิชันแบบ $\pi \rightarrow \pi^*$ ที่ความยาวคลื่น 219.0 นาโนเมตร ($\epsilon_{max} = 4131.84$)

Special Project Title SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF A VINYL
MONOMER CONTAINING NITROGEN ATOM IN THE
MOLECULE

Name Miss Katanchalee Vacheethasanee

Special Project Advisor Dr.Anucha Euapermkiati

Department Chemitry

Year 1994

Abstract

This special project was studies on synthesis and characterization of a vinyl monomer containing nitrogen atom in the molecule. The studies could be devided into 2 parts. The first part was the synthesis of N - (diethylaminomethyl)acrylamide monomer. The other part was the characterisation of the monomer synthesised. Following are the findings.

For the first part , the best method for the synthesis of N-(diethylaminomethyl)acrylamide monomer among the three synthesis methedology as follows :diethylamide, acrylamide and paraformaldehyde starting reagent were reacted in carbon tetrachloride medium at 60 °c. The reaction time was 4 hours. Monomer purification was via vacuum distillation, and distilled at 130 ° c (pressure could not bemeasurable). The average yield of monomer synthesised was 57.6%. For the second part , Chemical structure of N-(diethylaminomethyl)

acrylamide monomer was investigated using Fourier Transform Infra-red Spectrophotometer. Peak characteristic of amino group occurred at 3295.53 cm^{-1} , carbonyl group (amide I) at 1660.21 cm^{-1} , and amide II at 1547.80 cm^{-1} and 1205.01 cm^{-1} . Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer was also used to evaluate the monomer chemical structure. It is found that δ_{H} (CDCl_3) 6.68-8.45 [1H,m(maxima at 6.68,7.12, 7.12,7.25,7.67,8.45)], 5.84-5.87 [6H,m(maxima at 5.84,5.86,5.87)] , 5.13-5.23 [4H,m(maxima at 5.13,5.14,5.17,5.19,5.20,5.23)] , 3.79-3.86 [2H,m(maxima at 3.79,3.82,3.83,3.86)], 1.89-2.62 [1H,m(maxima at 1.89, 1.92,1.95,1.98,2.00,2.05,2.08,2.10,2.12,2.13,2.14,2.15,2.16,2.19,2.20, 2.24,2.25,2.28,2.31,2.62)] , 0.52 - 0.71 [2H,m(maxima at 0.52,0.56, 0.57,0.58,0.61,0.62,0.64,0.66,0.67,0.68,0.69,0.71)]; δ_{C} (CDCl_3) [166.13,167.90,173.06,175.56 ($\text{C}=\text{O}$)] , [130.67,130.97($\text{CH}_2=\text{CH}-$)] , [125.33 , 125.94 ($\text{CH}_2=\text{CH}-$)] , [32.32,32.38,43.36,44.51,44.68,45.50, 45.78,48.39,48.63,55.00,56.00 ($\text{HN}-\text{CH}_2-\text{N}$)] , [10.92,11.07,11.40,11.53, 11.70,12.07,12.30,14.68 (CH_3-CH_2)] . B-(diethylamino)acrylamide was expected to be present in the reaction as by product , which might be obtained from the addition reaction of diethylamine and acrylamide. From the studies of the ultraviolet light absorption using Ultraviolet/Visible Spectrophotometer, it is found that two electronic transitions could be observed at 399.5 nm. ($\epsilon_{\text{max}} = 97.2$) as $n \rightarrow \pi^*$ transition and at 219.0 nm. ($\epsilon_{\text{max}} = 4131.84$) as $\pi \rightarrow \pi^*$ transition.

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ดร.อนุชา เอื้อเพิ่มเกียรติ ที่กรุณาให้คำปรึกษาและช่วยเหลือในการดำเนินงานโครงการงานพิเศษนี้มาตลอด ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ อาจารย์คณิตา ตังคณานุรักษ์ คณะกรรมการตรวจสอบโครงการงานพิเศษที่ช่วยกรุณาแก้ไขข้อผิดพลาดเพื่อให้รายงานฉบับนี้ถูกต้องยิ่งขึ้น คณาจารย์ในภาควิชาเคมีทุกท่านโดยเฉพาะ ผศ.ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ อาจารย์สุจินต์ ตันติพิสิฐกุล ที่ได้ให้คำปรึกษาในระหว่างการดำเนินงานโครงการงานพิเศษ และเจ้าหน้าที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ เจ้าหน้าที่ภาควิชาพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดลทุกท่าน ที่ได้ให้ความช่วยเหลือตลอดการดำเนินงานโครงการงานพิเศษนี้

ขอขอบคุณศูนย์วิจัยจุฬารักษ์ที่เอื้อเฟื้อสารเคมี สุดท้ายขอขอบพระคุณมิคา มารดา และขอขอบคุณรุ่นพี่รุ่นน้อง เจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่าน และเพื่อนๆที่คอยให้กำลังใจและสนับสนุนในทุกๆด้านตลอดมา

นางสาวกตัญชลิ วจีทัศนีย์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	A
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	C
กิตติกรรมประกาศ.....	E
สารบัญ.....	F
สารบัญตาราง.....	H
สารบัญรูป.....	J
คำย่อที่ใช้ในโครงการพิเศษ.....	K
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 โครงการพิเศษ.....	3
1.2 วัตถุประสงค์.....	3
1.3 ขอบเขตการศึกษา.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง.....	4
ส่วนที่ 1 พอลิอิเล็กโตรไลท์.....	4
2.1 แอนไอออนิก พอลิอิเล็กโตรไลท์.....	4
2.2 แคตไอออนิก พอลิอิเล็กโตรไลท์.....	7
2.3 แอมโฟเทอริก พอลิเมอร์.....	13
ส่วนที่ 2 การสังเคราะห์พอลิเอมีนที่มีประจุบวก.....	16
2.4 การสังเคราะห์โดยปฏิกิริยาแบบลูกโซ่.....	16
2.4.1 การสังเคราะห์ไวโอลิมอนอเมอร์.....	16
2.4.2 ปฏิกิริยาพอลิเมอร์เชนของไวโอลิมอนอเมอร์.....	20
2.4.3 การสังเคราะห์ที่มีพอลิเมอร์เป็นสารตั้งต้น.....	21
2.5 การสังเคราะห์โดยปฏิกิริยาแบบขั้น.....	25
ส่วนที่ 3 ปฏิกิริยาเคมี.....	28
2.6 ปฏิกิริยาแมนนิช.....	28
2.6.1 เอมีนปฐมภูมิ.....	30

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.6.2 เอมีนทุติยภูมิ.....	35
2.6.3 แอมรมเนีย.....	42
2.7 ปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์ เอ็น-(อะมิโนเมทิล) คาร์บอกซาไมด์.....	43
ส่วนที่ 4 ประโยชน์และการใช้งานของแอนอีนอก พอลิอะคริลาไมด์.....	46
2.8 การบำบัดน้ำเสีย.....	46
2.9 อุตสาหกรรมกระดาษ.....	48
2.10 กระบวนการกลู่งแร่.....	48
2.11 การขุดเจาะน้ำมัน.....	48
บทที่ 3 การทดลอง.....	50
3.1 สารเคมีและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	50
3.2 วิธีการทดลอง.....	52
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์.....	57
4.1 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณสมบัติเฉพาะของ เอ็น-(โตะเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์ที่ 1.....	57
4.2 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณสมบัติเฉพาะของ เอ็น-(โตะเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์ที่ 2.....	61
4.3 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณสมบัติเฉพาะของ เอ็น-(โตะเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์ที่ 3.....	65
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	80
ส่วนที่ 1 สรุปผลการทดลอง.....	80
ส่วนที่ 2 ข้อเสนอแนะ.....	81
ภาคผนวก.....	83
เอกสารอ้างอิง.....	86

สารบัญตาราง

	หน้า
ตาราง 2.1 ตารางแสดงชนิดของแคตไอออนิก พอลิอะคริลาไมด์ที่นิยมมาใช้.....	8
ตาราง 2.2 ตารางแสดงชนิดของเอมีนแบบปฐมภูมิที่สามารถใช้ใน ปฏิกิริยาแมนนิช.....	30
ตาราง 2.3 ตารางแสดงชนิดของเอมีนแบบทุติยภูมิที่สามารถใช้ใน ปฏิกิริยาแมนนิช.....	35
ตาราง 2.4 ตารางแสดงชนิดของคีโตนที่สามารถทำปฏิกิริยากับฟอร์มัลดีไฮด์ และเกลือของเอมีนแบบทุติยภูมิ ได้เบตา-ไดอัลคิลอะมิโนคีโตน เป็นผลิตภัณฑ์.....	36
ตาราง 4.1 ตารางแสดงเลขคลื่น เปอร์เซนต์การผ่านของแสง และชนิด ของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของมอนอเมอร์ ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีสังเคราะห์วิธีที่ 1 ก่อนทำให้บริสุทธิ์.....	57
ตาราง 4.2 ตารางแสดงเลขคลื่น เปอร์เซนต์การผ่านของแสง และชนิด ของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของมอนอเมอร์ ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีสังเคราะห์วิธีที่ 2 ก่อนทำให้บริสุทธิ์.....	61
ตาราง 4.3 ตารางแสดงเลขคลื่น เปอร์เซนต์การผ่านของแสง และชนิด ของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของมอนอเมอร์ ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีสังเคราะห์วิธีที่ 3 ก่อนทำให้บริสุทธิ์.....	65
ตาราง 4.4 ตารางแสดงเลขคลื่น เปอร์เซนต์การผ่านของแสง และชนิด ของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของมอนอเมอร์ ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีสังเคราะห์วิธีที่ 3 ที่ทำให้บริสุทธิ์.....	68
ตาราง 4.5 แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ ชนิดของไฮโดรเจน และ ความสูงของอินทิกรัล ที่พบใน $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัม.....	71
ตาราง 4.6 แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ ชนิดของไฮโดรเจน และ ความสูงของอินทิกรัล ที่พบใน $^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัม.....	74

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตาราง 4.7 แสดงชนิดของการทรานซิสต์ ความยาวคลื่น และ โมลาแอบซอร์ปติวิตีที่พบใน UV สเปกตรัม.....	76
--	----

สารบัญรูป

	หน้า
รูป 2.1 แสดง Charge Patch Model.....	46
รูป 2.2 แสดง Bridge Model.....	47
รูป 2.3 แสดงลักษณะการจับตัวของพอลิเมอร์บนน้ำมัน.....	48
รูป 4.1 แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกตรัมของมอนอเมอร์ ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 1.....	58
รูป 4.2 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของสารที่ได้จากการกลั่นที่ 50 °C ของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1.....	60
รูป 4.3 แสดงอินฟราเรด สเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ จากวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 2.....	62
รูป 4.4 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของสารที่ได้จากการกลั่นที่ 50 °C ของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 2.....	64
รูป 4.5 แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกตรัมของมอนอเมอร์ ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 3.....	67
รูป 4.6 แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกตรัมของมอนอเมอร์ ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 2 ซึ่งทำให้บริสุทธิ์แล้ว.....	70
รูป 4.7 แสดง H-NMR สเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ จากวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 3.....	72
รูป 4.8 แสดง C13-NMR สเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ จากวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 3.....	75
รูป 4.9 แสดง UV สเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 3.....	77
รูป 4.10 แสดง UV สเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 3 (เพิ่มความเข้มข้นของสารตัวอย่าง).....	78

คำย่อที่ใช้ในโครงการงานพิเศษ

ก. : กรัม

มล. : มิลลิลิตร

องศา : องศาเซลเซียส

% : เปอร์เซ็นต์

ซม. : เซนติเมตร

บทที่ 1

บทนำ

พอลิอะคริลาไมด์ได้ถูกนำมาใช้ประโยชน์เชิงการค้าตั้งแต่พ.ศ.2493 [1] การนำมาใช้ประโยชน์ที่สำคัญครั้งแรก คือ การนำไปใช้เป็นสารช่วยตกตะกอน (flocculant) ในการปรับสภาพแร่ยูเรเนียมที่ล้างด้วยกรด (acid - leached uranium ores) และใช้เป็นสารเติมแต่งในกระดาษเพื่อเพิ่มความแข็งแรง นอกจากนี้ยังได้มีการพัฒนาพอลิเมอร์อะคริลาไมด์ให้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในด้านอื่น เช่น ใช้ประยุกต์ในการบำบัดน้ำเสีย (water treatment) ใช้ในอุตสาหกรรมเคมีกระดาษ (paper chemical industry) ใช้ในการปรับปรุงสมบัติของน้ำมัน (oil well stimulation) ใช้ในขบวนการเหมืองแร่ (miniral processing) หรือนำมาใช้ในด้านการเพิ่มการกลับคืนน้ำมันดิบ (enhanced oil recovery) จากการที่ได้มีการปรับปรุง สังเคราะห์อนุพันธ์ของพอลิอะคริลาไมด์มีผลให้พอลิอะคริลาไมด์มีอัตราการนำไปใช้สูงขึ้นเรื่อยๆ ในปัจจุบันยังคงมีนักวิจัยจำนวนมากทำการศึกษา เพื่อพัฒนาการสังเคราะห์และการนำอนุพันธ์ของพอลิอะคริลาไมด์ไปใช้ประโยชน์ในด้านอื่นๆ เพิ่มมากขึ้น

วิธีการสังเคราะห์อนุพันธ์ของพอลิอะคริลาไมด์สามารถทำได้โดยการสังเคราะห์อนุพันธ์ของอะคริลาไมด์มอนอเมอร์ จากนั้นนำมาทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้หรือการนำเอาพอลิอะคริลาไมด์มาเติมหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะลงไป

1.1 การสังเคราะห์อนุพันธ์ของอะคริลาไมด์มอนอเมอร์

วิธีการสังเคราะห์อนุพันธ์ของอะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่นิยมใช้ได้แก่

- 1.1.1 ปฏิกิริยาอะคริโลไนไตรล์-ริตเตอร์ (Acrylonitrile - Ritter Reaction)
- 1.1.2 ปฏิกิริยาการควบแน่นของอะคริโลล ฮาลด์ - เอไมด์ (Acryloyl halide - condensation)
- 1.1.3 ปฏิกิริยาอะคริลาไมด์-ฟอร์มัลดีไฮด์ (Acrylamide - formaldehyde reaction)

1.2 การเติมหมู่ที่หกหน้าที่เฉพาะลงบนพอลิอะคริลาไมด์ ตัวอย่างเช่น

1.2.1 ปฏิกริยาแมนนิช เป็นปฏิกิริยาระหว่างพอลิอะคริลาไมด์ พอร์มาลดีไฮด์ และ ๒-อัลคิลเอมีน

1.2.2 ปฏิกริยาฮอฟแมน เป็นปฏิกิริยาการเติมหมู่อะมิโนลงบนพอลิอะคริลาไมด์โดยใช้พอลิเอมีน หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์

อนุพันธ์ของพอลิอะคริลาไมด์ที่สังเคราะห์ได้จากการเตรียมอนุพันธ์ของอะคริลาไมด์มอนอเมอร์ จากนั้นนำไปทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์เชชันจะได้อนุพันธ์ของพอลิอะคริลาไมด์ที่มีความเสถียรมากกว่าการสังเคราะห์โดยการเติมหมู่ที่หกหน้าที่เฉพาะลงบนพอลิเมอร์ [9] ทำให้สามารถนำพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ไปใช้งานได้กว้างขวางขึ้น

โครงการพิเศษ

โครงการพิเศษนี้ได้ทำการสังเคราะห์ วิเคราะห์ และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะไวโอลมอนอเมอร์ที่มีในโตรเจนอะตอมอยู่ในโมเลกุลโดยปฏิกิริยาแมนนิช การศึกษาแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ

ส่วนที่ 1 การศึกษาถึงวิธีการสังเคราะห์ เอ็น - (โตะเอทีลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์

ส่วนที่ 2 การวิเคราะห์ และ ตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ เอ็น - (โตะเอทีลอะมิโนเมทิล)อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ ที่สังเคราะห์ได้

วัตถุประสงค์

- ก. เพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์ไวโอลมอนอเมอร์ที่มีในโตรเจนอะตอมอยู่ในโมเลกุล
- ข. เพื่อทำการวิเคราะห์ และ การตรวจสอบคุณสมบัติเฉพาะทางของไวโอลมอนอเมอร์ที่มีในโตรเจนอะตอมอยู่ในโมเลกุล

ขอบเขต

- ก. การสังเคราะห์ เอ็น-(โตะเอทีลอะมิโนเมทิล)อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์
- ข. การวิเคราะห์ และ การตรวจสอบคุณสมบัติเฉพาะทาง ของ เอ็น-(โตะเอทีลอะมิโนเมทิล)อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง

ส่วนที่ 1 พอลิอิเล็กโตรไลต์

พอลิอิเล็กโตรไลต์

พอลิอิเล็กโตรไลต์ คือพอลิเมอร์ที่หมู่ที่ทาหน้าทีเฉพาะมีประจุไฟฟ้า ซึ่งหมู่ที่ทาหน้าทีเฉพาะดังกล่าวมักจะอยู่ที่หมู่แทนที่ (Pendent) บนโครงสร้างโมเลกุลของพอลิเมอร์ [2 , 3] สามารถแบ่งตามชนิดของประจุไฟฟ้า ได้เป็น 3 ประเภทใหญ่ ๆ ดังนี้

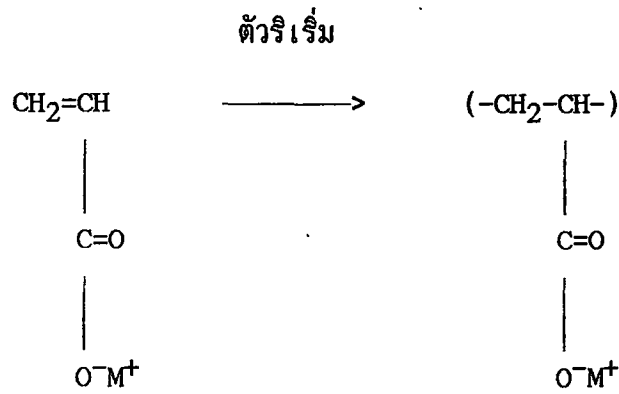
1. แอนไอออนิก พอลิอิเล็กโตรไลต์ หรือ พอลิแอนไอออน
2. แคตไอออนิก พอลิอิเล็กโตรไลต์ หรือ พอลิคแคตไอออน
3. แอมโฟเทอริก พอลิเมอร์

2.1 แอนไอออนิก พอลิอิเล็กโตรไลต์ หรือ พอลิแอนไอออน

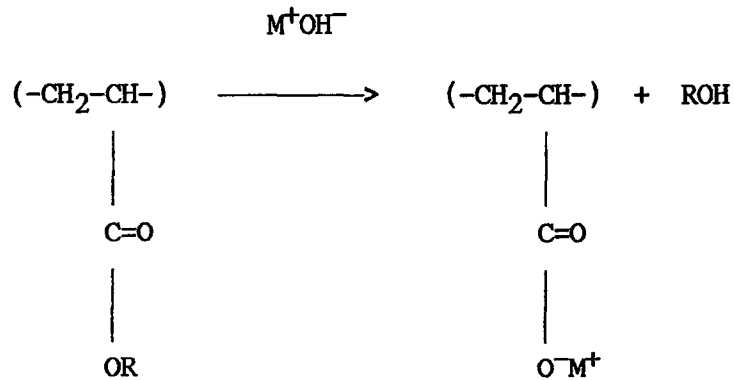
พอลิอิเล็กโตรไลต์เป็นสายโซ่พอลิเมอร์ที่หมู่ที่ทาหน้าทีเฉพาะเป็นประจุลบ เช่น หมู่คาร์บอกซิล หมู่ซัลโฟเนต หมู่ฟอสฟอริก ตัวอย่างพอลิแอนไอออนเช่น พอลิ(อะคริลิก แอซิด)และเกลือของพอลิ(อะคริลิก แอซิด) พอลิ(เมทาคริลิก แอซิด)และเกลือของพอลิ(เมทาคริลิก แอซิด) พอลิ(ไวนิลซัลโฟเนต แอซิด)และเกลือของพอลิ(ไวนิลซัลโฟเนต แอซิด) พอลิ(สไตรีนซัลโฟเนต แอซิด)และเกลือของพอลิ(สไตรีนซัลโฟเนต แอซิด) เป็นต้น

ก. พอลิ(อะคริลิก แอซิด)และเกลือของพอลิ(อะคริลิก แอซิด)

พอลิ(อะคริลิก แอซิด) สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชัน แบบโซรม พอลิเมอร์เซชันหรือโคพอลิเมอร์เซชันของเกลือของกรดอะคริลิก โดยใช้ตัวริเริ่มอนุมูลอิสระ และน้ำเป็นตัวกลาง



หรือสังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

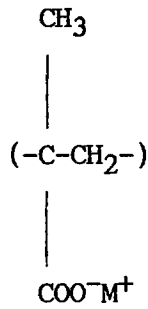


ค่า T_g ของพอลิโพรพิลีนอะคริเลต (251 °ซ) สูงกว่าค่า T_g ของพอลิอะคริลิกแอซิด (102 °ซ) เนื่องจากพอลิโพรพิลีนอะคริเลตมีแรงยึดเหนี่ยวภายในโมเลกุลสูง

แอนไอออนิก พอลิ(อะคริลิก แอซิด) ใช้เป็นสารปรับความหนืดของน้ำขาง สารช่วยการกระจายตัว (Dispersants) และ สารเร่งการตกตะกอน (Flocculants)

ข. พอลิ(เมทาคริลิก แอซิด) และเกลือของพอลิ(เมทาคริลิก แอซิด)

วิธีการสังเคราะห์มีหลายวิธี เช่น การพอลิเมอไรเซชันแบบอนุกรมอิสระโดยใช้ไฮดรเจนเปอร์ออกไซด์หรือเปอร์ซัลเฟตเป็นตัวริเริ่มและใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย และการไฮโดรไลซ์ของพอลิ(เมทิล เมทาคริเลต)

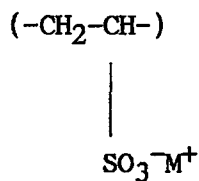


เกลือของพอลิ(เมทาคริลิก แอซิด)

พอลิ(เมทาคริลิก แอซิด) และ โครพอลิเมอร์ระหว่างพอลิ(เมทาคริลิก แอซิด) กับ อะคริลาไมด์ ใช้เป็นสารช่วยปรับความหนืด (Viscosification) และ สารเร่งการตกตะกอน (Flocculation)

ค. พอลิ(ไวนิลซัลโฟนิค แอซิด) และเกลือของพอลิ(ไวนิลซัลโฟนิค แอซิด) (PVSA)

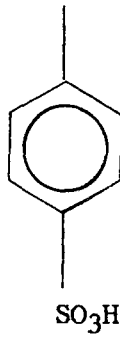
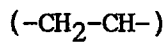
พอลิเมอร์นี้เตรียมโดยการพอลิเมอร์เซชันเอทิลีนซัลโฟนิค แอซิด หรือเกลือโซเดียมของเอทิลีนซัลโฟนิค แอซิด ภายใต้สภาวะอนุมูลอิสระ



เกลือของพอลิ(ไวนิลซัลโฟนิค แอซิด)

ง. พอลิ(สไตรีนซัลโฟนิค แอซิด) และเกลือของพอลิ(สไตรีนซัลโฟนิค แอซิด) (PSSA)

พอลิเมอร์นี้เตรียมได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันแบบอนุมูลอิสระของ สไตรีนซัลโฟนิค แอซิดในสารละลายกรด เกลือโซเดียม หรือเกลือโพแทสเซียม



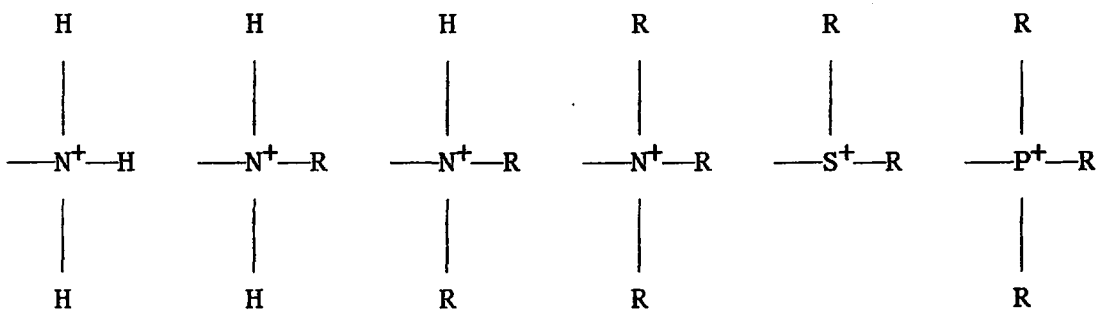
พอลิ(สไตรีนซัลโฟนิก แอซิด)

นอกจากนี้ยังเตรียมได้จากการไฮโดรไลส์ พอลิ(เอ็น-พรอดิว พารา-ไวนิล เบนซีนซัลโฟเนต) หรือจากปฏิกิริยาซัลโฟเนชันของพอลิสไตรีน

พอลิ(สไตรีนซัลโฟนิก แอซิด) ที่มีโครงสร้างแบบเชื่อมโยงสามารถนำมาประยุกต์เป็นเรซินสำหรับแลกเปลี่ยนไอออนและตัวจับโลหะหนัก

2.2 แคลตออินิก พอลิอิเล็กโทรไลต์ หรือพอลิแคลตออินิก

ลักษณะ เป็นสายโซ่พอลิเมอร์ที่หมู่ที่ทาหน้าที่เฉพาะมีประจุบวก เช่น พวกแอมรเนียมซัลโฟเนียม และฟอสโฟเนียม



แอมรเนียม

ซัลโฟเนียม

ฟอสโฟเนียม

ในการสังเคราะห์แคตไอออน พอลิอิเล็กโตรไลต์ นอกจากจะได้จากปฏิกิริยาโสรุมพอลิเมอร์เซชันและโคพอลิเมอร์เซชันแล้ว ยังสามารถเตรียมได้จากการนำพอลิเมอร์มาทำปฏิกิริยาเติมหมู่ที่ทาพหน้าที่เฉพาะ ตัวอย่างเช่น การเตรียมพอลิ(เอมีน ควอเตอร์นารี)

ก. พอลิอะคริลาไมด์-เบสแคตไอออนิก [2 , 3 , 4]

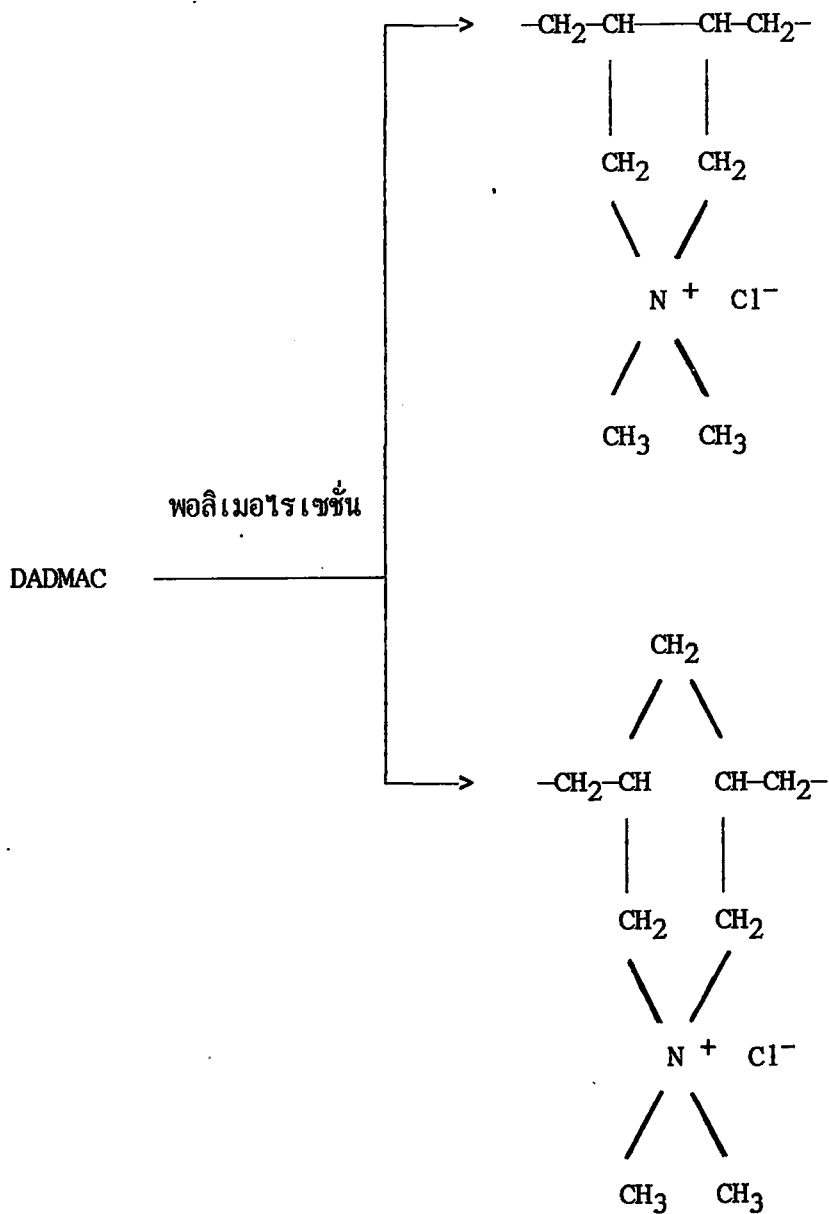
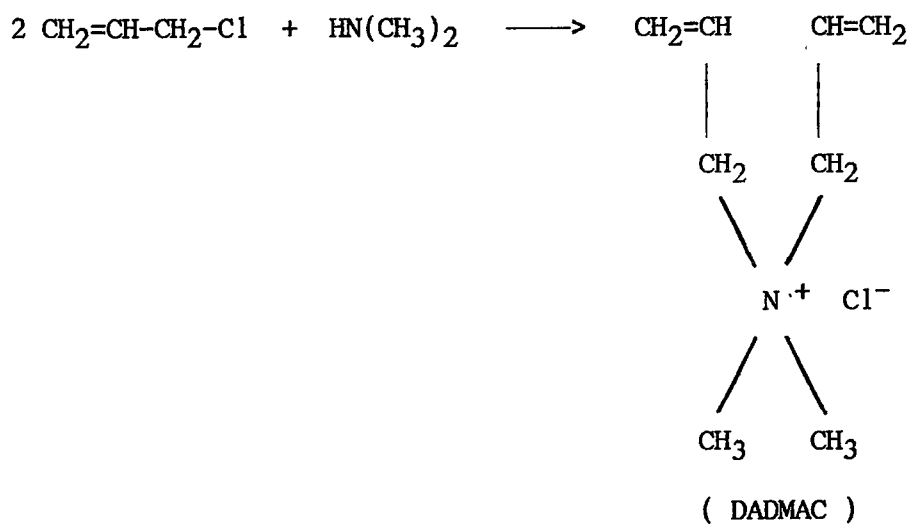
เป็นพอลิเมอร์ที่เตรียมได้จาก ปฏิกิริยาโสรุมพอลิเมอร์เซชันของแคตไอออนิกอะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ หรือโคพอลิเมอร์เซชันของแคตไอออนิก มอนอเมอร์ กับอะคริลาไมด์ ตัวอย่างพอลิเมอร์ที่ใช้กันอย่างกว้างขวางดังแสดงในตาราง 2.1

ตาราง 2.1 ตารางแสดงชนิดของแคตไอออนิก พอลิอะคริลาไมด์ที่นิยมใช้

แคตไอออนิก พอลิอะคริลาไมด์	โครงสร้าง
ไดอัลลิลไดเมทิลแอมโมเนียม คลอไรด์	$+$ $(\text{CH}_3)_2\text{N}(\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}_2)_2\text{Cl}^-$
ไดอัลลิลไดเอทิลแอมโมเนียม คลอไรด์	$+$ $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N}(\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}_2)_2\text{Cl}^-$
ไดเอทิลอะมิโนเอทิล เมทาคริเลท	$+$ $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{O}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\overset{\text{CH}_3}{\mid}{\text{C}}=\text{CH}_2$
ไดเมทิลอะมิโนเอทิล เมทาคริเลท	$+$ $(\text{CH}_3)_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{O}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\overset{\text{CH}_3}{\mid}{\text{C}}=\text{CH}_2$

พอลิ(ไดอัลลิลไดเมทิลแอมโมเนียม คลอไรด์) เตรียมได้จากการนำอัลลิล คลอไรด์มาทำปฏิกิริยากับไดเมทิลเอมีน ไดอัลลิลไดเมทิลแอมโมเนียม คลอไรด์ (DADMAC) ซึ่งสามารถนำมาทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันโดยผ่านตัวริเริ่มแบบอนุโมลอิสระ จะได้พอลิเมอร์ที่เป็นวงหก

เหลี่ยม พอลิเมอร์ที่เตรียมได้ไม่ระจวบวไม่ได้อยู่ที่สายโซ่หลัก แต่จะอยู่ที่หมู่แทนที่



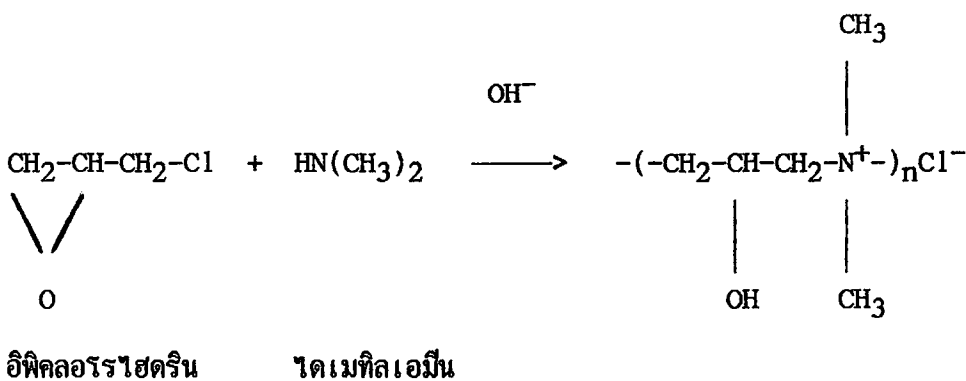
โดยทั่วไปอะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่มีประจุบวกจะมีราคาแพงกว่าอะคริลาไมด์ หรือ อะคริลิกที่มีประจุลบ เช่นเกลือของอะคริลิก แอซิด หรือ 2-อะครีอิมิโด-2-เมทิลพโรเพนซัลโฟนิก แอซิด (AMPS)

การศึกษาสมบัติของแคตไอออนิก พอลิอะคริลาไมด์มีน้อยมาก เพราะว่าการสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างที่สมบูรณ์เพื่อนำไปวิเคราะห์ทำได้ยาก โดยทั่วไปจะมุ่งเน้นการศึกษาเพื่อนำไปใช้ในการทำให้น้ำบริสุทธิ์ (Water purification) โดยเฉพาะศึกษาถึงคุณสมบัติการจับตัวเป็นกลุ่ม และแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอนุภาคของแข็งที่แขวนลอย

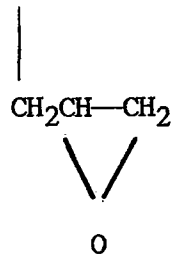
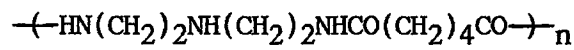
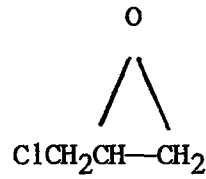
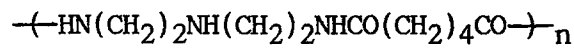
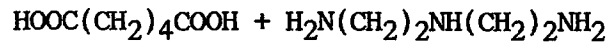
ข. พอลิเอมีน พอลิอิมิน และพอลิไพร์ดีน [2 , 3 , 4 , 5]

ในที่นี้จะกล่าวถึง แคตไอออนิก พอลิเมอร์ 4 ชนิด ได้แก่

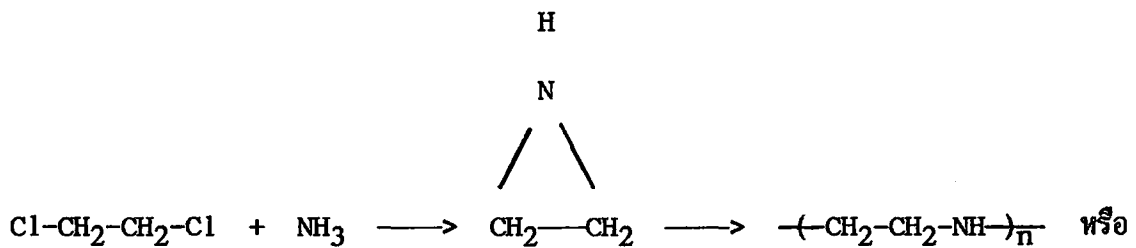
1. พอลิเอมีน ซึ่งเตรียมได้จากปฏิกิริยาการควบแน่นของสารประกอบเอมีนกับ สารประกอบฮาลोजีนเนต เช่น ไคเมทิลเอมีนทำปฏิกิริยากับอีพิคลอโรไฮดริน ได้พอลิ[2-ไฮดรอกซิล พรอพิล- เอ็น, เอ็น(ไคเมทิล แอมโมเนียม คลอไรด์)] ซึ่งเป็นพอลิเอมีนเชิงเส้น

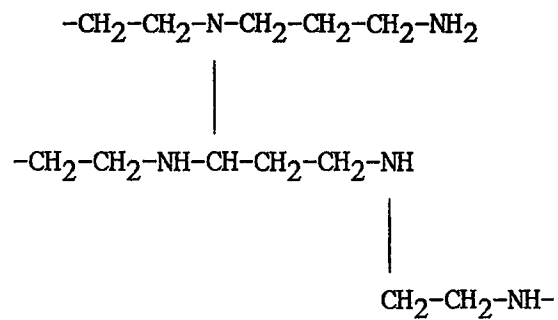


2. พอลิอะมิโดเอมีน ซึ่งเตรียมได้จากการนำพอลิเอไมด์ทำปฏิกิริยากับสารประกอบฮาลोजีนเนต เช่นอีพิคลอโรไฮดริน

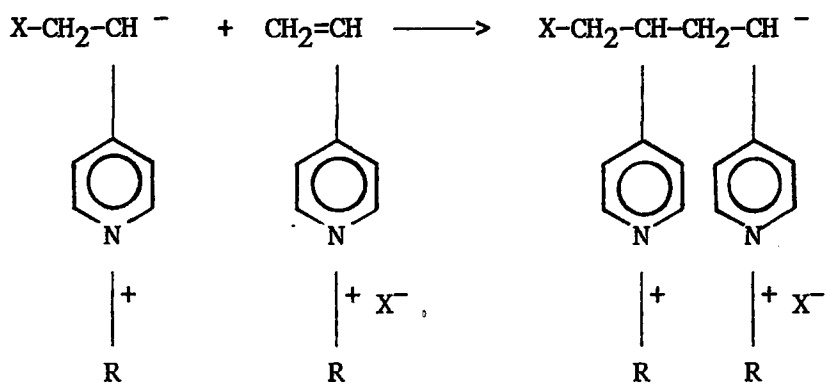
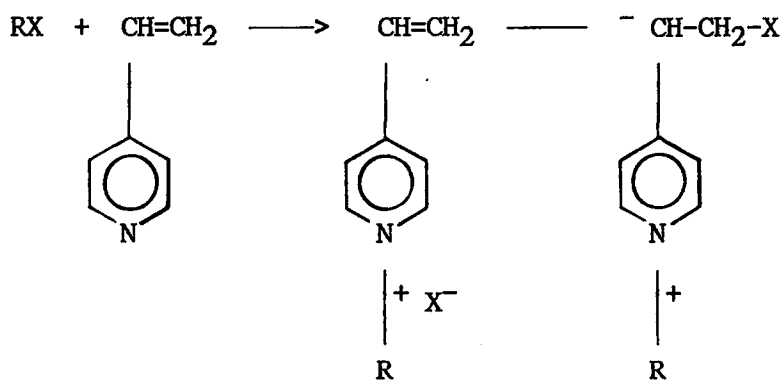


3. พอลิเอทิลีนอิมิน เตรียมจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของอะซีริดีน โดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่ง อะซีริดีนเตรียมได้จากเอทิลีนไดคลอไรด์กับแอมมोनีย





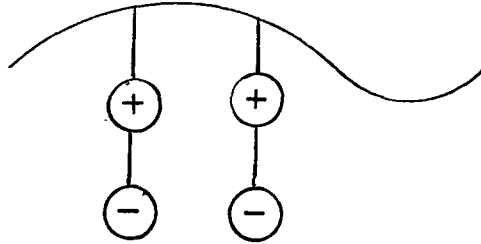
4. พอลิไวนิลไพรีดีน เตรียมได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์เช่นแบบอนุมูลอิสระ หรือแบบแอนไอออนิก ดังตัวอย่างเช่น



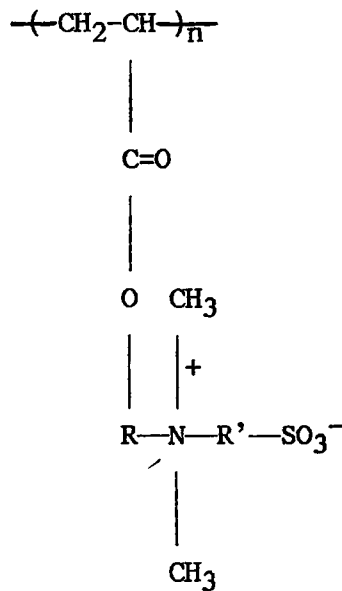
2.3 แอมโฟเทอริก พอลิเมอร์

แอมโฟเทอริก พอลิเมอร์ เป็นพอลิเมอร์ที่มีทั้งประจุลบและประจุบวกอยู่บนสายโซ่ แบ่งได้เป็น 3 ชนิด ดังนี้

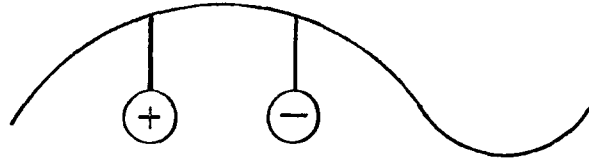
ก. พอลิบีเทน (betaines) เป็นพอลิเมอร์ที่มีประจุบวกและประจุลบอยู่บนหมู่แทนที่ (pendent group) โดยที่จำนวนของหมู่แอนไอออนิกและหมู่แคตไอออนิกจะต้องมีความสมดุลกัน



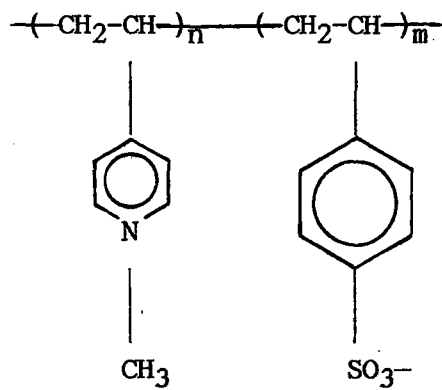
ตัวอย่างเช่น



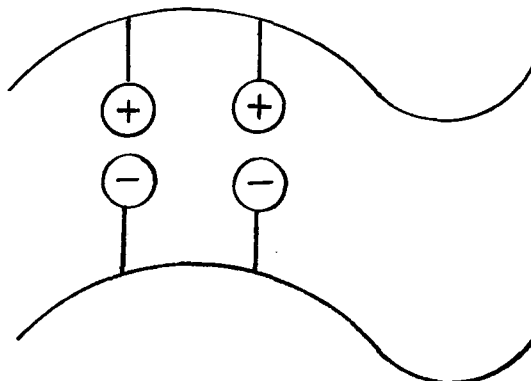
ข. พอลิแอมโฟไลต์ (Polyampholytes) เป็นพอลิเมอร์ที่มีประจุบวกและประจุลบอยู่บนสันหลังคาร์บอนบนสายโซ่เดียวกัน โดยที่ประจุบวกและประจุลบอาจจะสมดุลหรือไม่สมดุลก็ได้



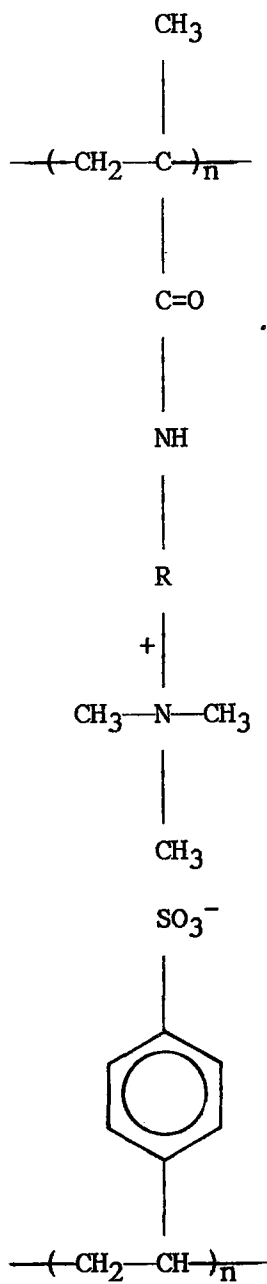
ตัวอย่างเช่น



ค. อินเตอร์พอลิเมอร์ คอมเพล็กซ์ (Interpolymer Complex) เป็นเชิงซ้อนของสายโซ่ที่มีประจุบวกกับสายโซ่ที่มีประจุลบ



ตัวอย่างเช่น



ส่วนที่ 2 การสังเคราะห์พอลิเอมีนที่มีประจุบวก

การสังเคราะห์พอลิเอมีนที่มีประจุบวก (แคตไอออนิก พอลิเอมีน) [6]

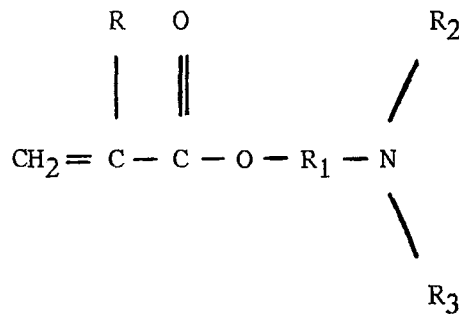
พอลิอะคริลาไมด์ที่มีประจุบวก สังเคราะห์ได้โดยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันหรือปฏิกิริยา
โคพอลิเมอไรเซชัน แบบอนุกรมลิสระของเอไมด์มอนอเมอร์ ปฏิกิริยาการเติมหมู่อีพอกไซด์
(epoxide - addition reaction) ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น และปฏิกิริยา
การเติมหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะลงบนสายโซ่พอลิเมอร์ (Post Functionalise) ในที่นี้จะแสดงถึง
ตัวอย่างการสังเคราะห์ของแต่ละวิธี ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

2.4 การสังเคราะห์โดยปฏิกิริยาแบบลูกโซ่

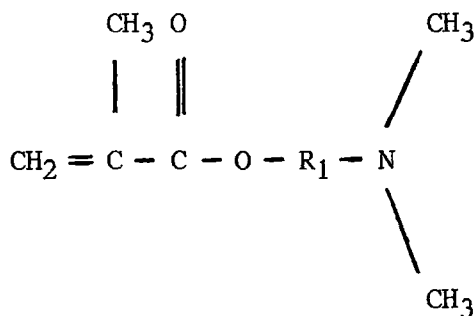
2.4.1 การสังเคราะห์โดยใช้มอนอเมอร์เป็นสารตั้งต้น

2.4.1.1 การสังเคราะห์ไวนิลมอนอเมอร์

ก. อะคริลิก และ เมทาคริลิก เอสเทอร์ มีสูตรโครงสร้างดังนี้

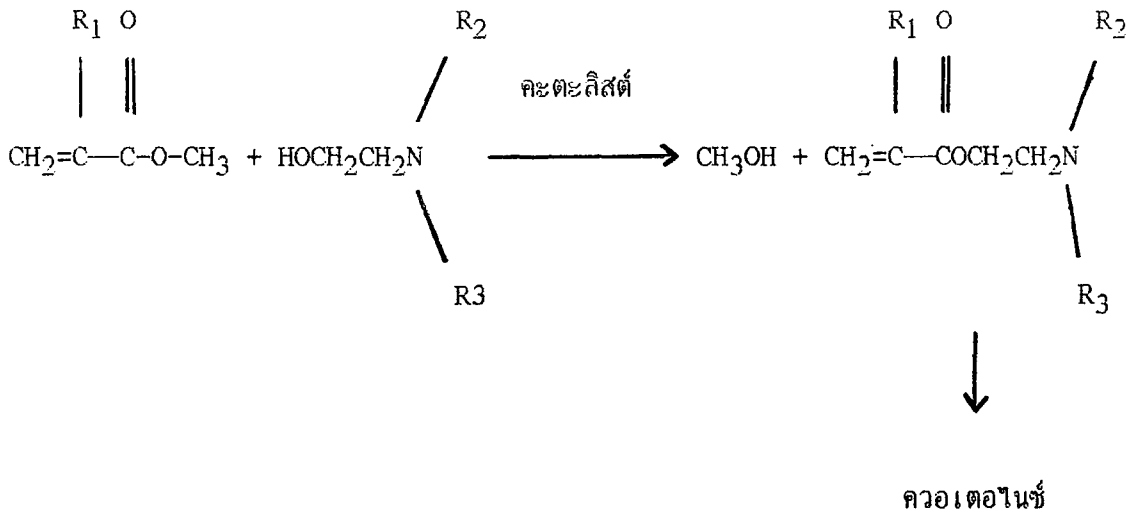


ชนิดที่นิยมสังเคราะห์มากที่สุด ได้แก่เมทาอะคริลิก เอสเทอร์ ของไดเมทิลอะมิโน
เมทิล เอทานอล



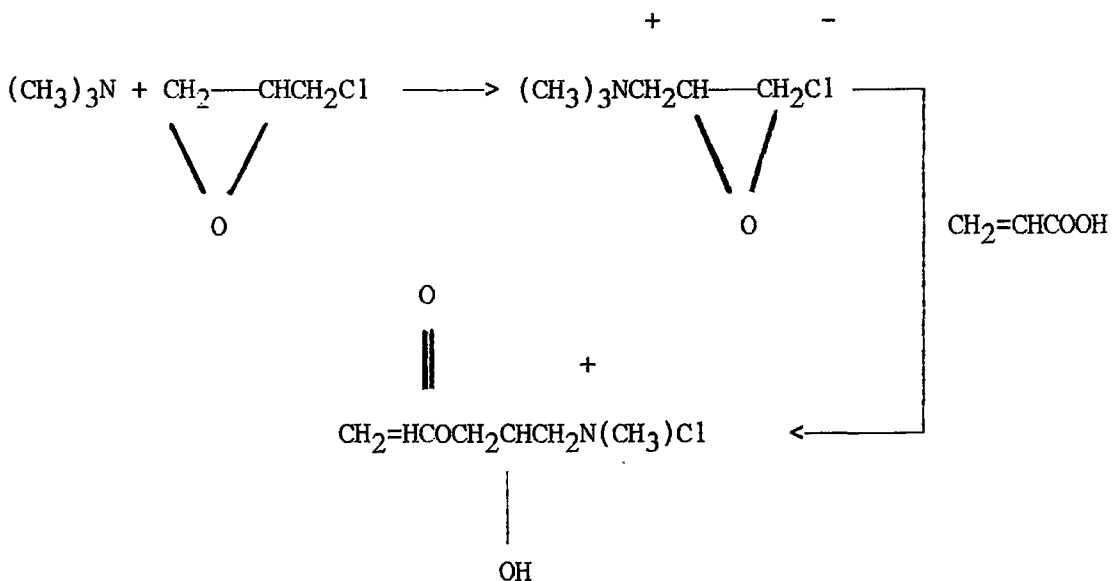
สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

อะคริลิก และ เมทาคริลิกเอสเทอร์ของไดเมทิล หรือ ไดเอทิลอะมิโนเอทานอล
สังเคราะห์จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน ของ เมทิลเอสเทอร์

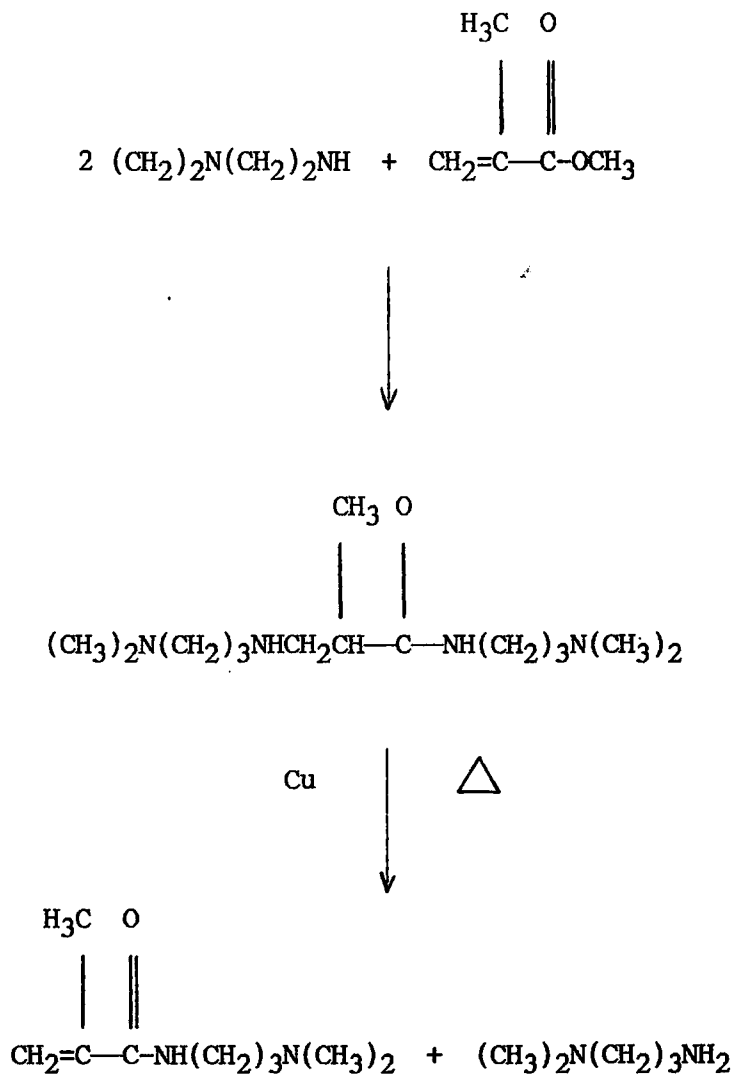


ตัวเร่งที่ใช้ในปฏิกิริยานี้ได้แก่ ไซด์แคโรไลดออกไซด์ (metal alkoxides) เช่น อะลูมิเนียม(III)ไอโซโพรพอกไซด์ (aluminum(III)isopropoxide) หรือไททาเนียม(IV)บิวทอกไซด์ (Titanium(IV)butoxide) ส่วนการควอเตอไนซ์นั้นจะใช้ไดเมทิลซิลเฟต และ เมทิลคลอไรด์ เป็นตัวทำปฏิกิริยา

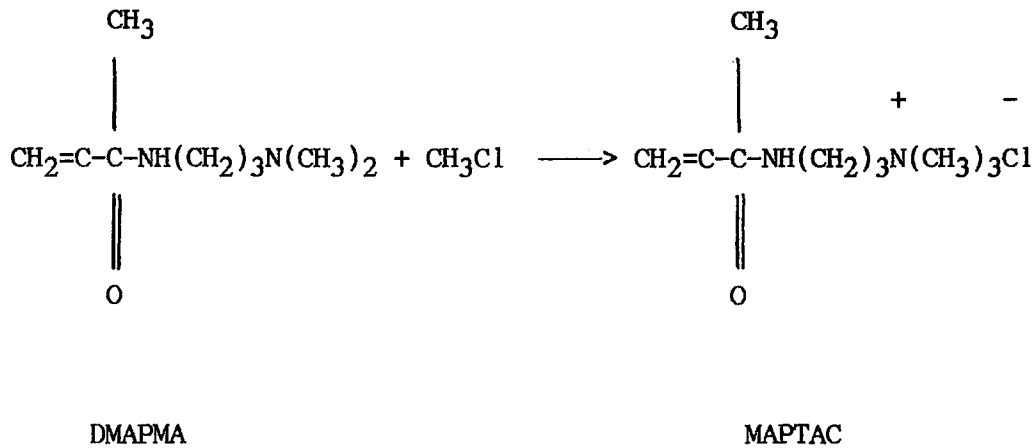
เอสเทอร์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล สังเคราะห์ได้จากการนำไตรเมทิลเอมีน และ คลอโรเมทิลออกซิเรน (1-คลอโร-2,3-อีพอกซีโพรเพน หรือ อีพิกโลโรไฮดริน) ในตัวทำละลายประเภทอะโรติก มาทำปฏิกิริยากับกรดชนิดไม่อิ่มตัว เช่น กรดอะคริลิก



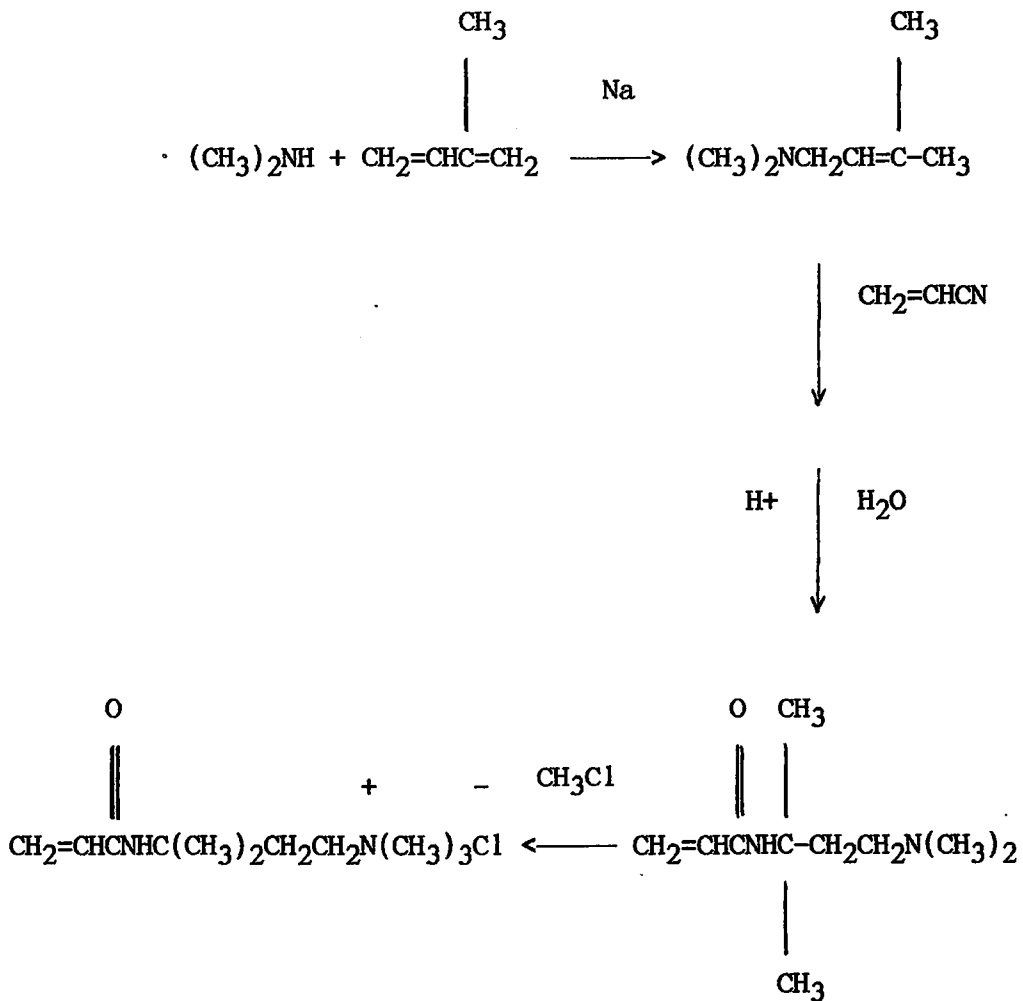
ข. อะคริลิก และเมทาคริลิก เอไมด์ อะมิโนเอไมด์และควอเตอร์นารี แอมรึม
 เนียม เอไมด์ มอนอเมอร์ สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาการเติม เอ็น,เอ็น-โตเมทิล-1,3-
 โพรเพนไดเอมีน ลงบนกรดเมทาคริลิกหรือเอสเทอร์ของเมทาคริลิก จากนั้นเกิดการสลายตัว
 (decomposition) ได้ อะมิโนโพรพิโอนเอไมด์ (aminopropionamide) ดังนี้



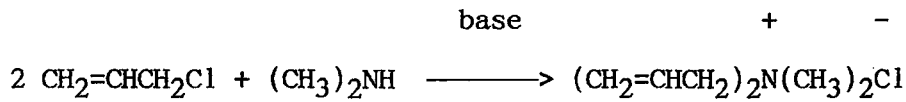
ผลิตภัณฑ์ที่ได้ซึ่งมีชื่อว่าโตเมทิลอะมิโนโพรพิล เมทาคริลเอไมด์ (dimethylamino propyl methacrylamide , DMAPMA) เมื่อนำมาทำปฏิกิริยากับเมทิลคลอไรด์จะได้ควอเตอร์นารี แอมรึมเนียม มอนอเมอร์ เมทาอะคริลามิโตรโพรพิลไตรเมทิลแอมรึมเนียม คลอไรด์ (MAPTAC)



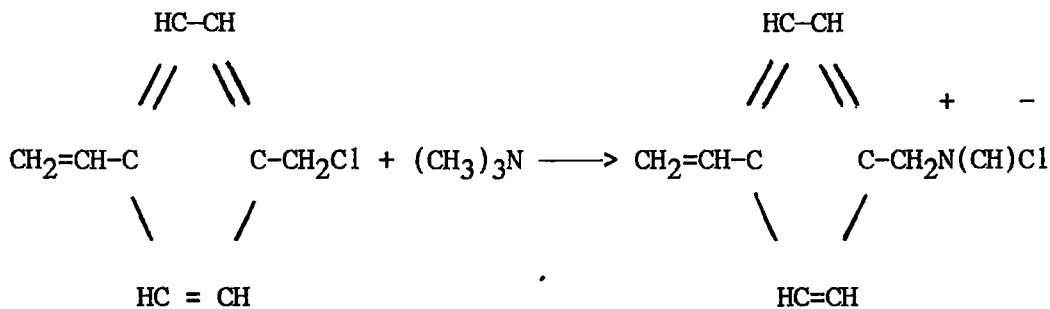
การสังเคราะห์ 3-อะคริลามิโด-3-เมทิลบิวทิลไตรเมทิลแอมโมเนียม คลอไรด์ (3-acrylamide-3-methylbutyltrimethylammonium chloride, AMBTAC) ทำโดยปฏิกิริยาการเติมไตรเมทิลเอไมด์ลงบนไอโซพรีน จากนั้นนำไปทำปฏิกิริยาริตเตอร์ (Ritter-type reaction) กับอะคริโตนไนไตรด์และทำการควอเตอร์ไนซ์ ผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยเมทิลคลอไรด์จะได้ AMBTAC



ค. **อัลลิลเอมีน** ที่มีความสำคัญทางการค้าได้แก่ไดอัลลิลโตเมทิล แอมรรมเนียม คลอไรด์ (diallyldimethyl ammonium chloride: DADMAC, DMDAAC หรือ DADM) ซึ่งเตรียมได้จากปฏิกิริยาระหว่างอัลลิล คลอไรด์ กับโตเมทิลเอไมด์



ง. **อนุพันธ์ของไวนิลเบนซิล ไวนิลเบนซิลเมทิล แอมรรมเนียม คลอไรด์** เตรียมจากปฏิกิริยาระหว่าง ไวนิลเบนซิล คลอไรด์ และ ไตรเมทิลเอไมด์

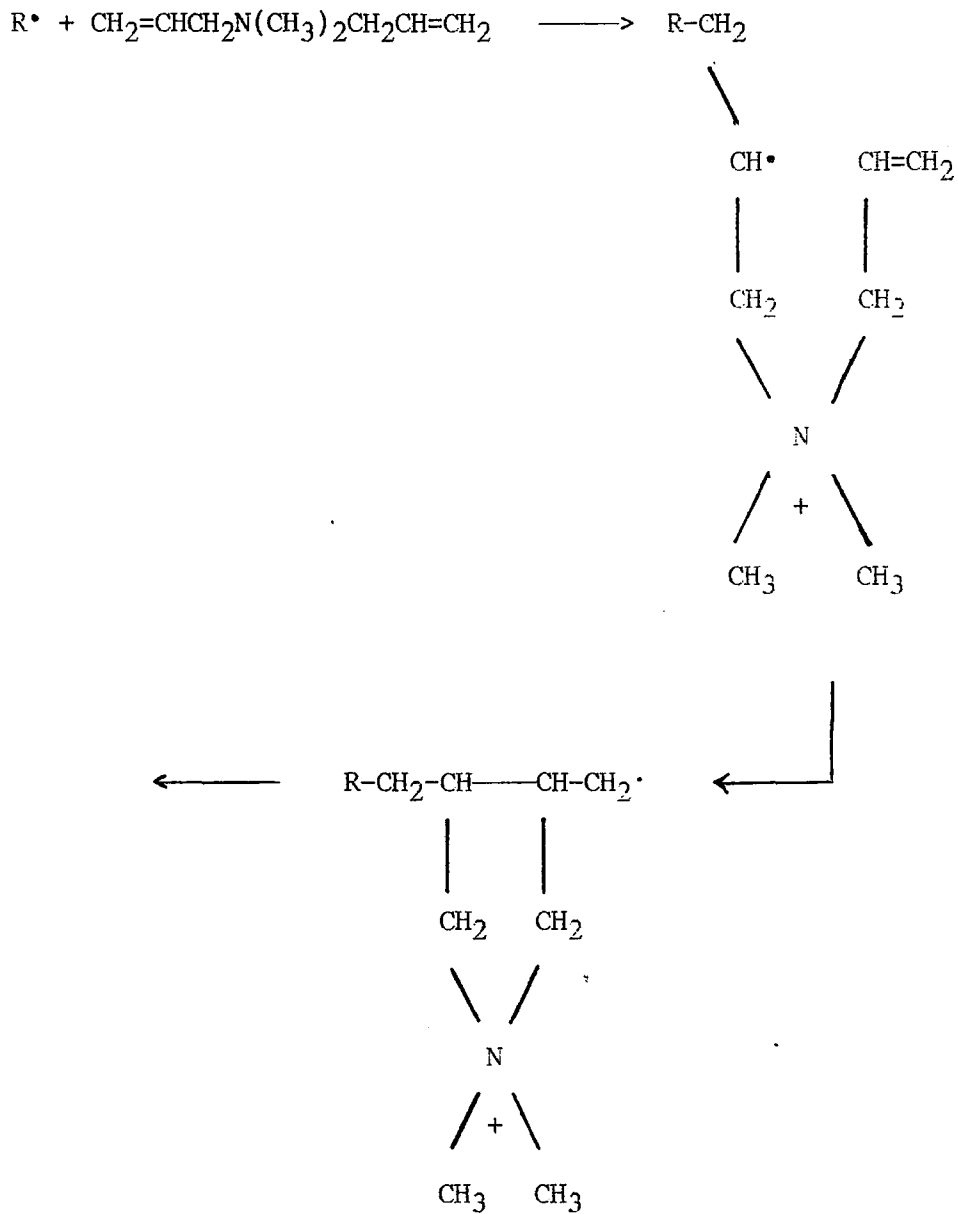


2.4.1.2 ปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน ของ ไวนิลมอนอเมอร์

ปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของเอไมด์ มอนอเมอร์ ที่มีประจุบวกควรรวใช้กลไกแบบอนุมูลอิสระ โดยใช้ตัวริเริ่มอนุมูลอิสระ เช่น เกลือเปอร์ซัลเฟต หรือ ตัวริเริ่มรีดอกซ์สถานะของปฏิกิริยาการพอลิเมอร์ไรเซชันที่ใช้ได้ ได้แก่ปฏิกิริยาการพอลิเมอร์ไรเซชันแบบสารละลายแบบการตกตะกอน และ แบบแขวนลอย โดยพิจารณาจากความสามารถในการละลายน้ำของมอนอเมอร์

ก. โสรรมพอลิเมอร์ไรเซชัน

DADMAC เป็นมอนอเมอร์ที่นิยมนำมาทำปฏิกิริยาโสรรมพอลิเมอร์ไรเซชันมากที่สุดซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะเป็นปฏิกิริยาโซลพอลิเมอร์ไรเซชัน จากการศึกษโดย NMR พบว่ากลไกของปฏิกิริยาเป็นดังนี้



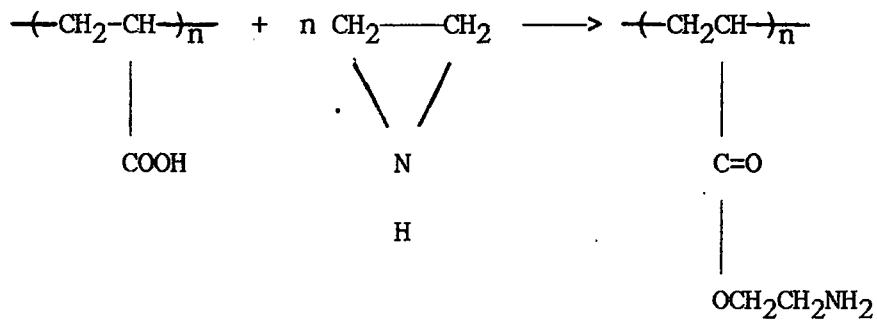
ข. โครพอลิเมอร์เซชัน

ในทางการค้านิยมนำอะครีลาไมด์ มอนอเมอร์มาทำปฏิกิริยาโครพอลิเมอร์เซชันกับเอมีน หรือควอเตอนารี แอมรเนียม มอนอเมอร์ เนื่องจากโครพอลิเมอร์ที่ได้มีความสามารถในการดูดซับน้ำสูง ราคาถูก และมีน้ำหนักโมเลกุลสูง (โดยทั่วไปมากกว่า 5×10^6)

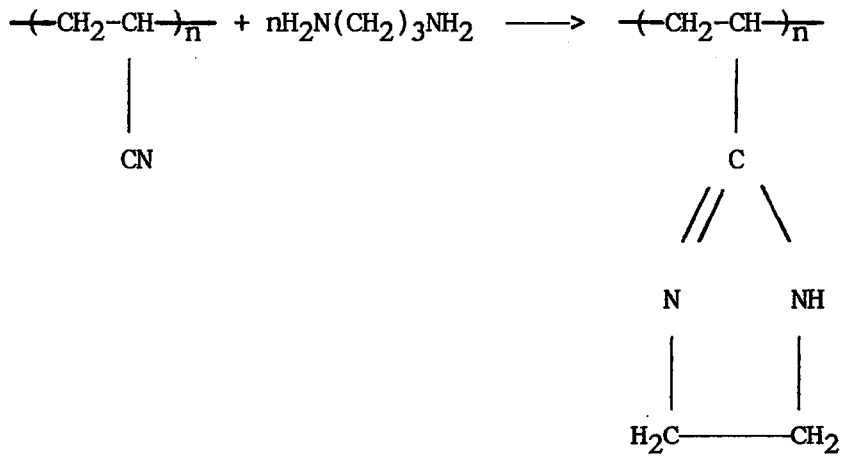
2.4.2 การสังเคราะห์ที่มีพอลิเมอร์เป็นสารตั้งต้น

ในสมัยก่อน พอลิเอมีน สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยา ดังต่อไปนี้

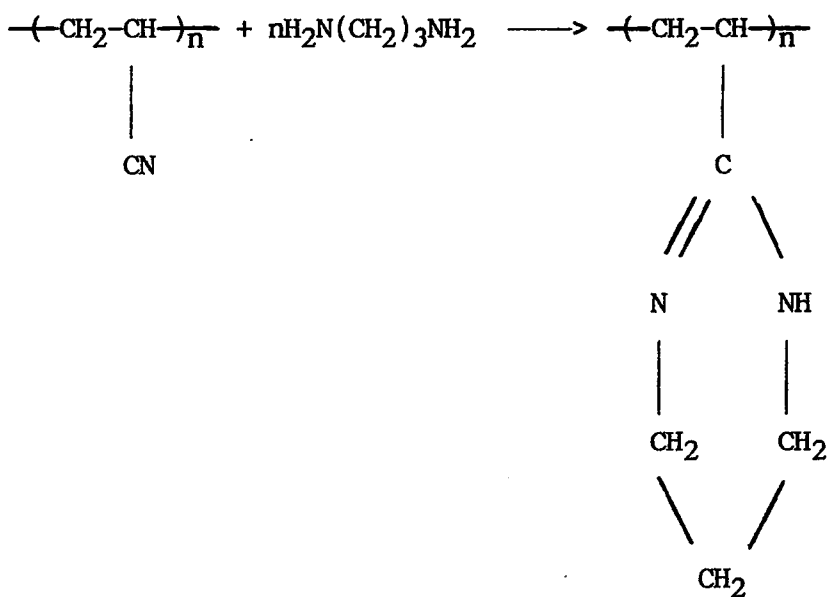
- ปฏิกิริยาระหว่างพอลิ(อะคริลิก แอซิด) และเอทิลีนอิมินได้ อนุพันธ์ของอะมิโนเอทิล อะคริเลท เป็นผลิตภัณฑ์



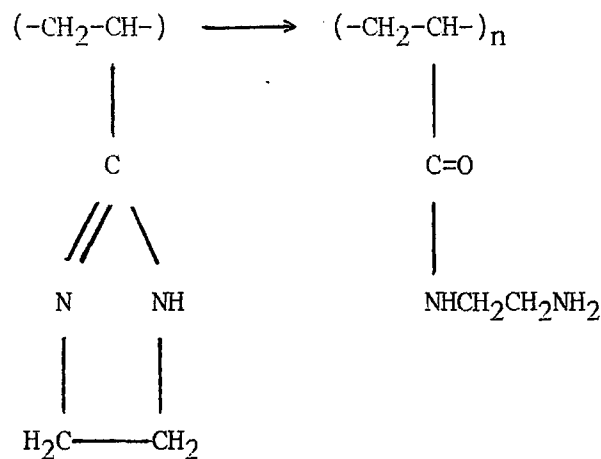
- ปฏิกิริยาระหว่างพอลิอะคริลาไมด์และเอทิลีนไดเอมีน ได้พอลิไวนิลอิมิดาโซลีน (polyvinylimidazoline) เป็นผลิตภัณฑ์



- ปฏิกิริยาระหว่างพอลิอะคริลาไมด์และทรอปอลีนไดเอมีน ได้พอลิเตตระไฮดรไพริมิดีน (polytetrahydropyrimidine) เป็นผลิตภัณฑ์

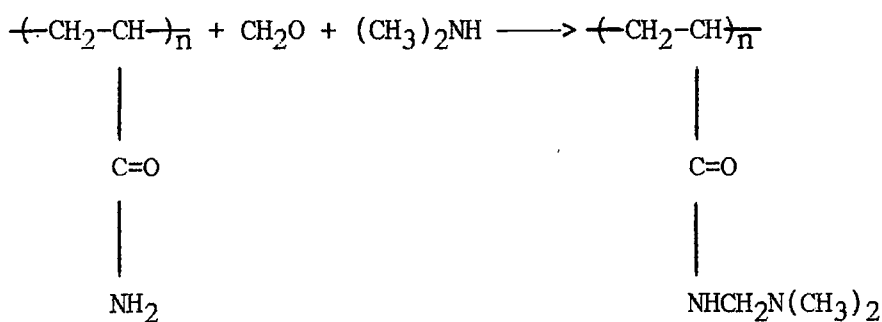


ในการสังเคราะห์พอลิเอมีนที่มีประจุบวกตั้งปฏิกิริยาข้างต้นทั้ง 3 ปฏิกิริยาจะต้องใช้ปริมาณไดเอมีนมากเกินไป (excess) และต้องใช้ไทโอะอะซีตาไมด์ (thioacetamide) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา นอกจากนี้ อาจเกิดปฏิกิริยาไฮดรอลิซิสกับ ผลิตภัณฑ์ที่ได้พอลิ(เอิน-อะมิโนอัลคิลอะคริลาไมด์) ดังเช่น



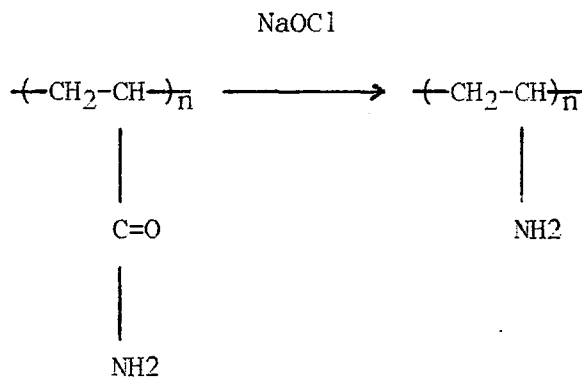
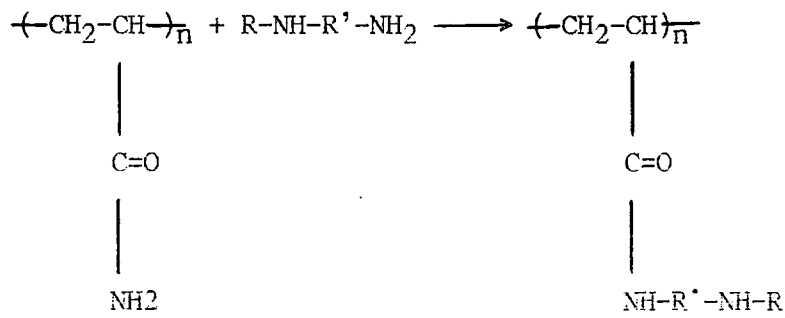
ต่อมาจึงมีการปรับปรุงวิธีการสังเคราะห์พอลิเอมีนใหม่หลายวิธี ดังตัวอย่างเช่น

:- ปฏิกิริยาแมนนิช เป็นปฏิกิริยาระหว่างพอลิอะคริลาไมด์ พอร์มาลดีไฮด์ และ ไดอัลคิลเอมีน เช่น ไดเมทิลเอมีน ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้

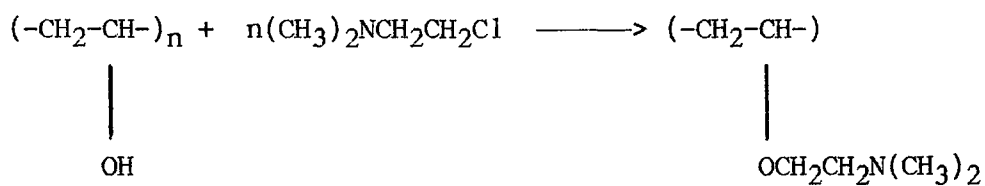


ผลิตภัณฑ์ที่ได้สามารถนำมาทำปฏิกิริยากวอเตอไรเซชัน ด้วยควอเตอไรนารี เอเจนต์ เช่น ไดเมทิลซัลเฟต เมทิลคลอไรด์ เมทิลโพรพานต์

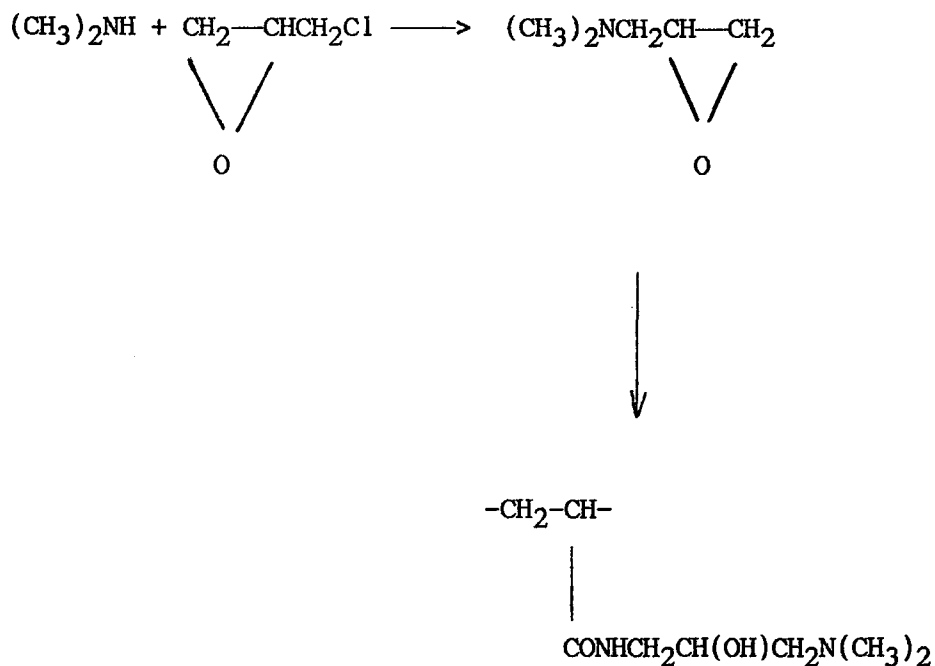
- ปฏิกิริยาฮอฟแมน ซึ่งเป็นปฏิกิริยาการเติมหมู่เอมิโนลงบนพอลิอะคริลาไมด์โดยใช้พอลิเอมีน หรือ โซเดียมไซยาไนด์



- ปฏิกิริยาระหว่างพอลิ(ไวนิล แอลกอฮอล์) และ ไดเมทิลอะมิโนเอทิล คลอไรด์ จะได้ พอลิเอมีน แบบตติยภูมิ เป็นผลิตภัณฑ์



- ปฏิกิริยาระหว่างอีพิคลอโรไฮดริน กับเอมีน แบบทุติยภูมิ ได้อะมิโนอีพอกไซด์แบบตติยภูมิ จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ มาทำปฏิกิริยา พอลิ(คาร์บอกซิลิก แอซิด)หรือพอลิอะคริลาไมด์ ได้ พอลิ(เทอเพียรี-อะมิโนไฮดรอกซี เอสเทอร์) หรือ พอลิอะมิโนไฮดรอกซีเอไมด์เป็นผลิตภัณฑ์



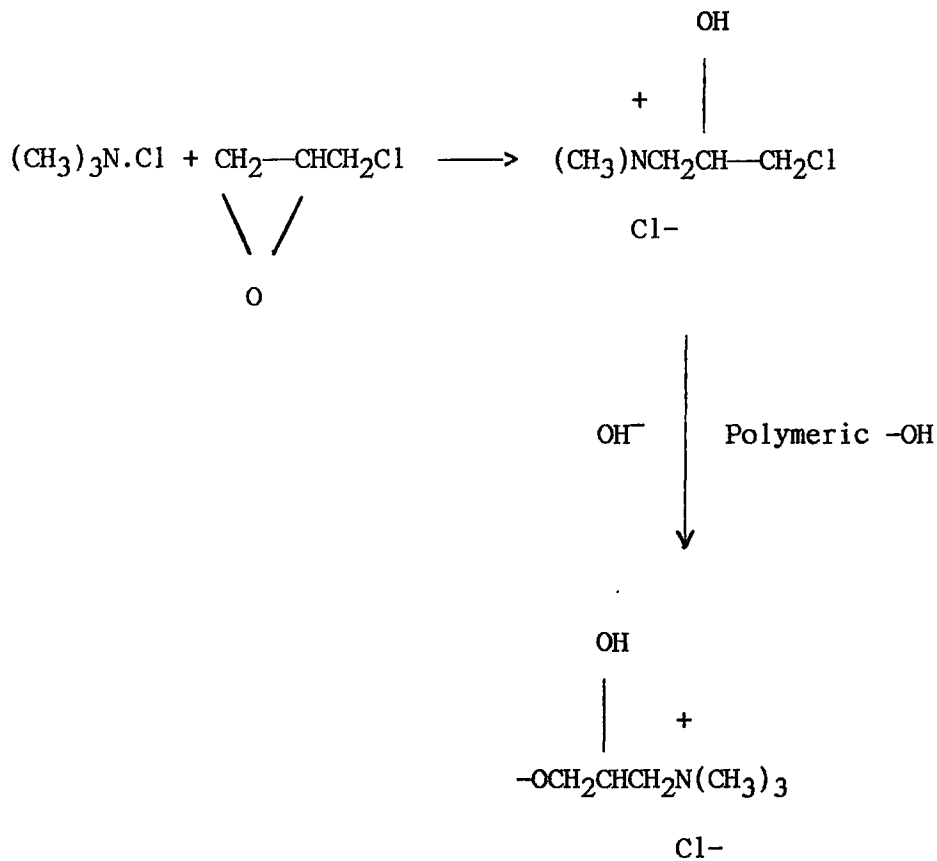
2.5 การสังเคราะห์โดยปฏิกิริยาแบบขั้น

การสังเคราะห์โดยปฏิกิริยาแบบขั้นจะได้ พอลิเอมีนและพอลิควอเตอร์นารี แอมโรเนียม ซอลท์แบบเชิงเส้นซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลสูง แต่ในการค้าจะไม่สังเคราะห์พอลิอะคริลาไมด์ที่มีประจุบวก โดยปฏิกิริยาแบบขั้น ทั้งนี้เพราะว่า พอลิอะคริลาไมด์ที่มีประจุบวกซึ่งพอลิเมอร์แบบสาขา จะมีน้ำหนักโมเลกุลสูง เกิดการเชื่อมร้อยจะได้พอลิเมอร์ซึ่งไม่สามารถละลายน้ำได้ ทำให้พอลิเมอร์ที่ได้อาจไม่สามารถนำไปใช้งานได้

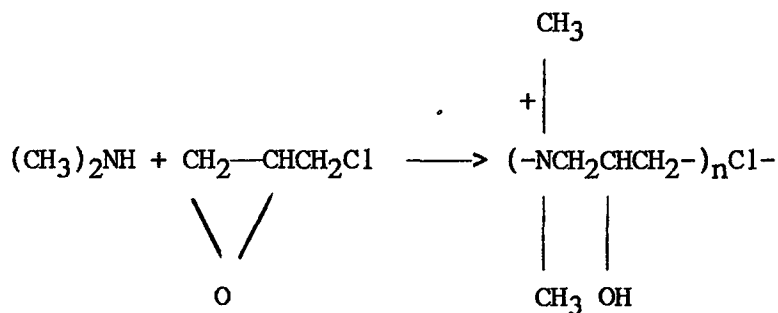
ตัวอย่างของ พอลิเมอร์ ที่เตรียมได้จากปฏิกิริยาแบบขั้น

:- อีพิคลอโรไฮดริน - เอมีน พอลิเมอร์

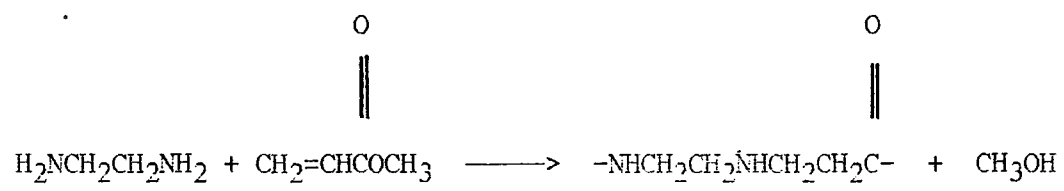
สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาระหว่างอีพิคลอโรไฮดริน กับ เอมีน แบบปฐมภูมิ หรือ พอลิฟังก์ชันัลเอมีนได้พอลิเอมีน หรือพอลิควอเตอร์นารี แอมโรเนียม ซอลท์ ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



ถ้าเติมเอมีนลงบนฮาโรไฮดรินจะได้ อะมิโนอีพอกไซด์ เป็นผลิตภัณฑ์



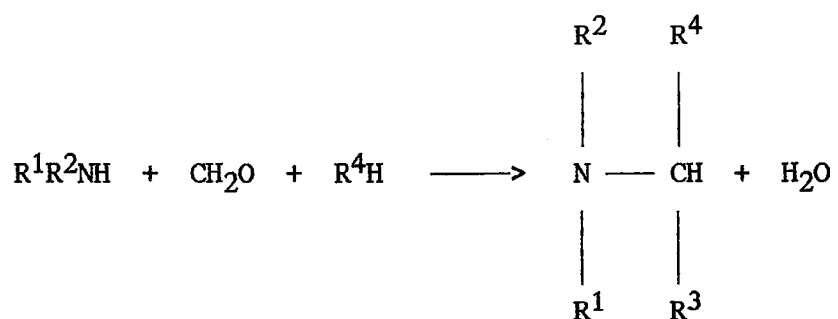
:- พอลิเมอร์ซึ่งได้จาก ปฏิกิริยาการเติมแบบไมเคิล (Michael addition reaction) ปฏิกิริยาระหว่างไอออนแบบปฐมภูมิกับเอสเทอร์ที่ไม่อิ่มตัวจะได้พอลิเอไมด์ที่มีหมู่เอไมด์ดัง เช่น ปฏิกิริยาของเอทิลีนไดเอมีนและเมทิลอะคริเลตจะได้พอลิเอไมด์เอมีน



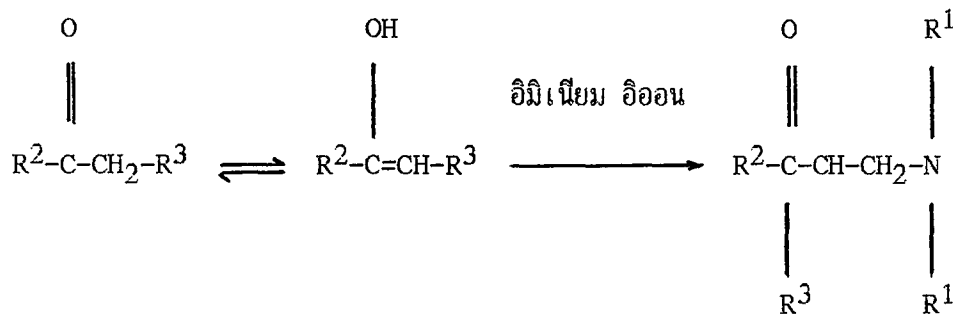
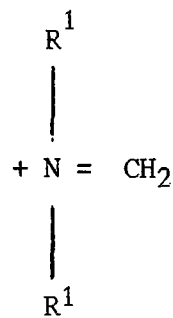
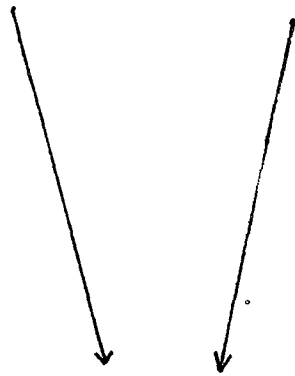
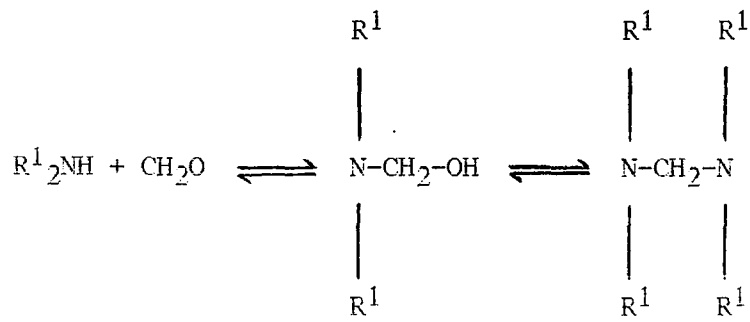
ส่วนที่ 3 · ปฏิกิริยาเคมี

2.5 ปฏิกิริยาแมนนิช (MANNICH REACTION) [7 , 8]

ปฏิกิริยาแมนนิชเป็นชื่อเฉพาะในการเรียก ปฏิกิริยาอะมิโนอัลคิลเลชัน (Amino alkylation) ซึ่งเป็นปฏิกิริยาการควมแน่นระหว่างแอมรรมเนียมหรือแอมมีนแบบปฐมภูมิหรือแบบทุติยภูมิกับอัลดีไฮด์ ส่วนใหญ่จะใช้ฟอร์มมาดีไฮด์และสารประกอบที่มีไฮดรเจนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาอย่างน้อย 1 อะตอม ผลิตภัณฑ์ที่ได้เรียกว่า แมนนิชเบส (Mannich base)



จากการศึกษา พบว่า ปฏิกิริยาแมนนิชมีกลไกการเกิดปฏิกิริยา ดังสมการการเกิดปฏิกิริยาต่อไปนี้

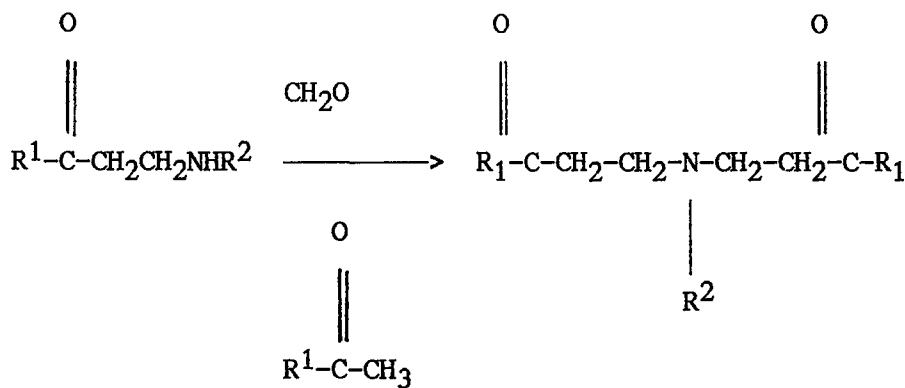


ผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่จะเกิดขึ้นอาจจะเกิดขึ้นจากการควบแน่นของฟอร์มัลดีไฮด์กับเอมีน หรือ คีรีตน ตัวอย่างเช่นไดเอทิลเอมีนอาจจะทำปฏิกิริยากับฟอร์มัลดีไฮด์เกิดเป็น เอ็น, เอ็น-เตตระเอทิลเมทิลีนไดเอมีน เป็นต้น

ในที่นี้จะกล่าวถึงรายละเอียดของปฏิกิริยาแมนนิชโดยแบ่งตามชนิดของเอมีนที่ใช้ทำปฏิกิริยา

2.5.1 เอมีนปฐมภูมิ

ในปฏิกิริยาที่ใช้เอมีนปฐมภูมิเป็นสารตั้งต้น ไม่สามารถทำนายปริมาณผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น (yield) ได้ เนื่องจากแมนนิช เบสแบบทุติยภูมิที่เกิดขึ้น สามารถทำปฏิกิริยาแมนนิช ได้เป็นเอมีนแบบทุติยภูมิ



เพื่อหลีกเลี่ยงการเกิดเอมีนแบบทุติยภูมินี้ได้ ทาได้โดยใช้เอมีนแบบทุติยภูมิที่มีขนาดใหญ่และอยู่ในรูปเกลือออกซาเลตแทนที่จะอยู่ในรูปเกลือไฮโดรคลอริก

เอมีนแบบปฐมภูมิที่สามารถใช้ในปฏิกิริยาแมนนิชได้ มีดังแสดงในตาราง 2.2

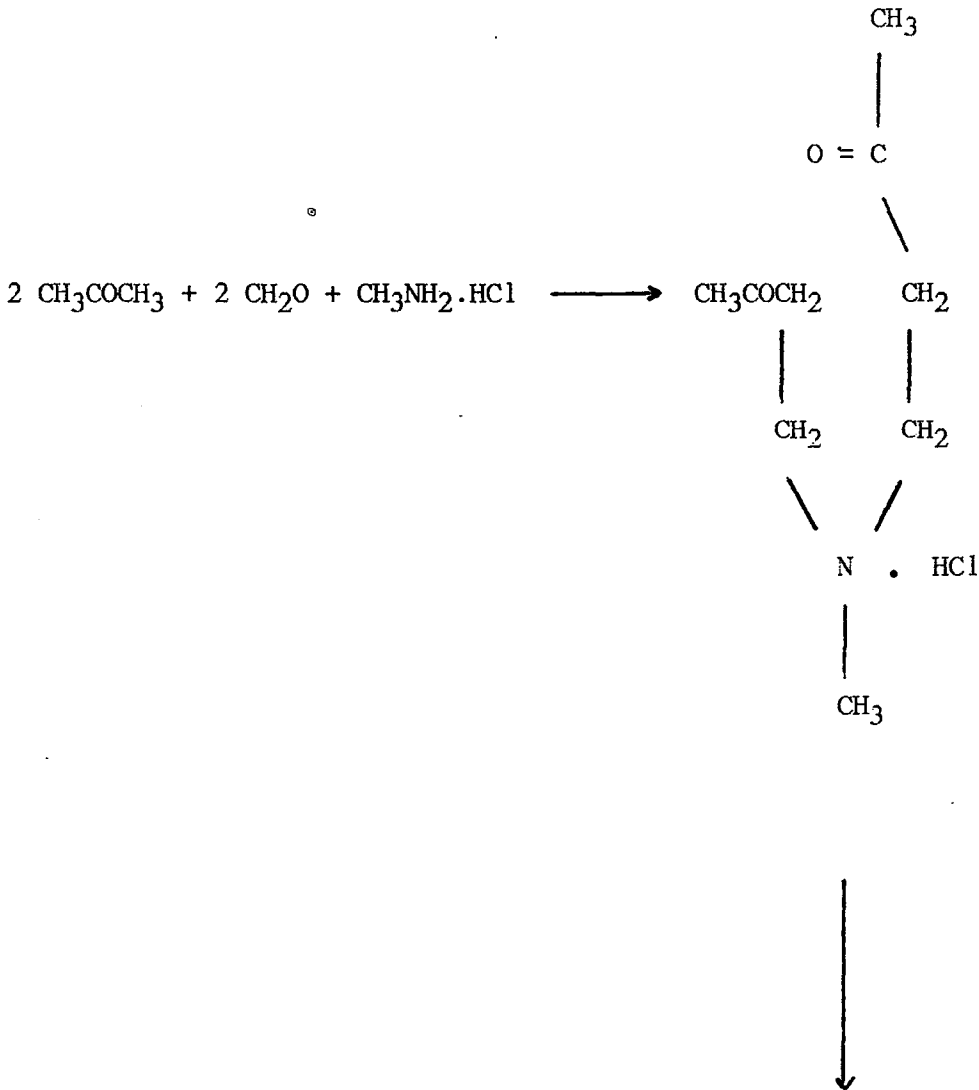
ตาราง 2.2 แสดงชนิดของเอมีนแบบปฐมภูมิที่สามารถใช้ในปฏิกิริยาแมนนิช [8]

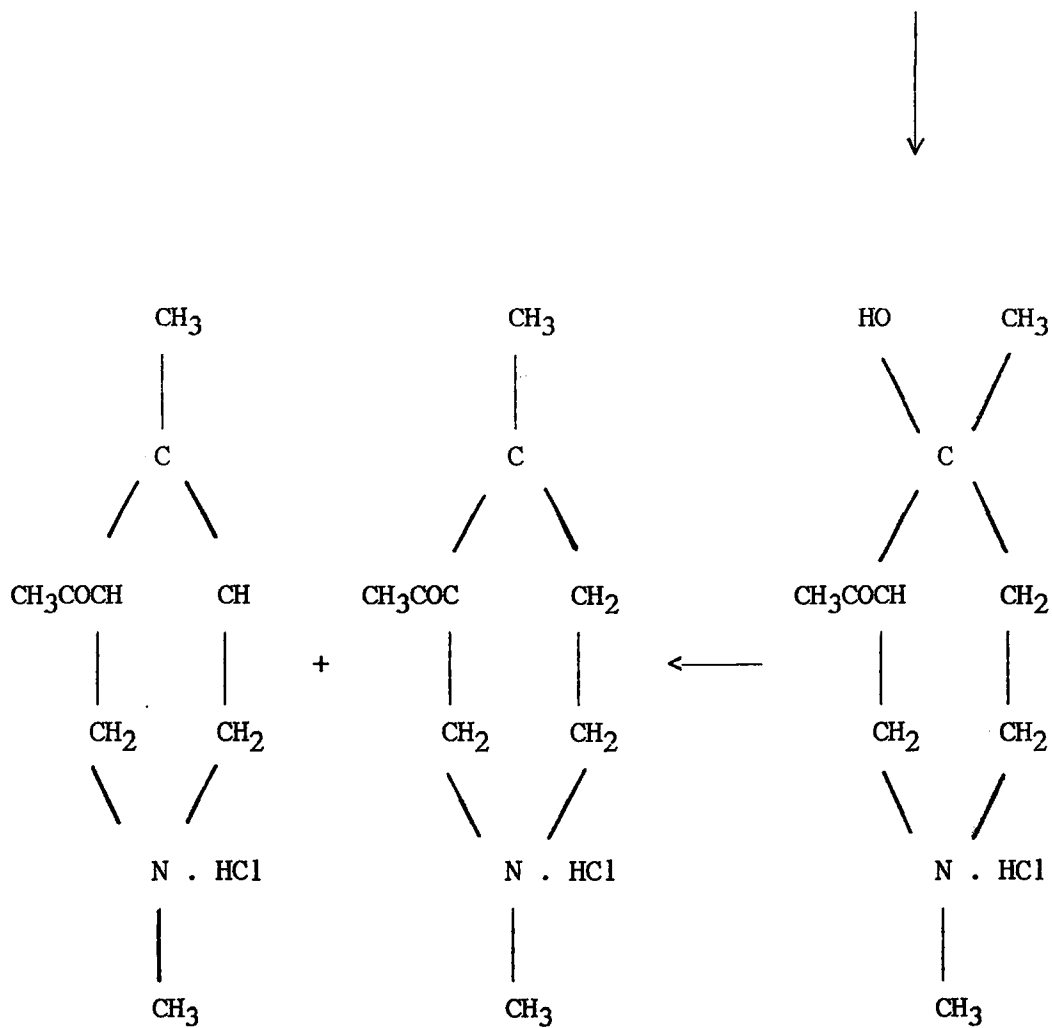
เมทิลเอมีน	เบต้า-ฟีนิลเอทิลเอมีน
เอทิลเอมีน	เอทิลีนไดเอมีน
เบต้า-ไฮดรอกซีเอทิลเอมีน	เอทิล อะมิโนอะซิเตท
เบต้า-คลอโรเอทิลเอมีน	โอมิแก-อะมิโนอะซิโตน
อัลคิลเอมีน	เตตระไฮโดร-เบต้า-แทพิลเอมีน
เบนซิลเอมีน	อะนิลีน
3,4-เมทิลีน-ไกลออกซี เบนซิลเอมีน	

รายละเอียดของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเมื่อเอมีนปฐมภูมิทำปฏิกิริยากับ สารประกอบที่มี 1-ไฮดรเจนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ มีดังต่อไปนี้

ก. คีโตน

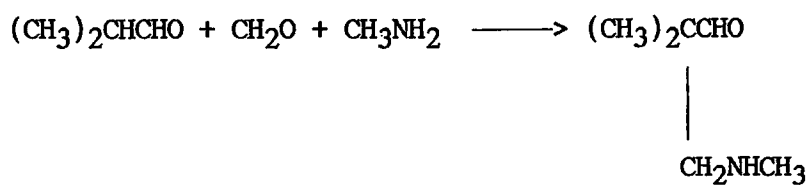
ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาระหว่างอะลิฟาติกคีโตนและเอมีนแบบปฐมภูมินั้นมีหลายชนิด เนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างคีโตน 2 โมเลกุล พอร์มาลดีไฮด์ 2 โมเลกุลและเอมีนแบบปฐมภูมิ 1 โมเลกุล จะได้ผลิตภัณฑ์ที่ไม่เสถียรและเกิดปฏิกิริยาไซโคลเซชันต่อไป ดังเช่นปฏิกิริยาระหว่างอะซิโตน พอร์มาลดีไฮด์ และเมทิลเอมีน





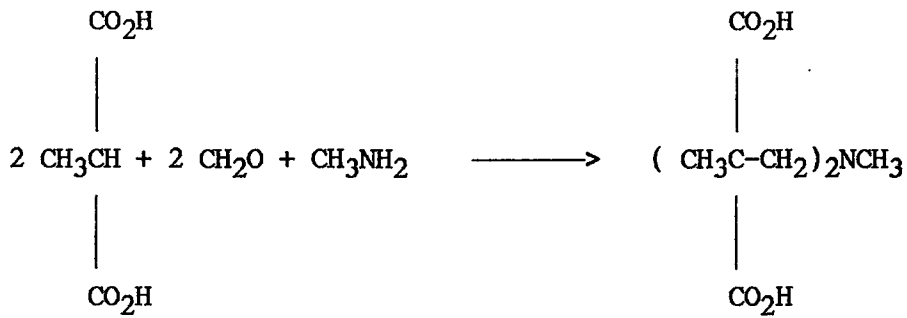
จ. อัลดีไฮด์

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างอัลดีไฮด์ เอมีนแบบปฐมภูมิและฟอร์มัลดีไฮด์ มีเพียงปฏิกิริยาเดียวเท่านั้น ได้แก่ ปฏิกิริยาระหว่างไอโซบิวทิวอัลดีไฮด์ (Isobutylaldehyde) และเมทิลเอมีน

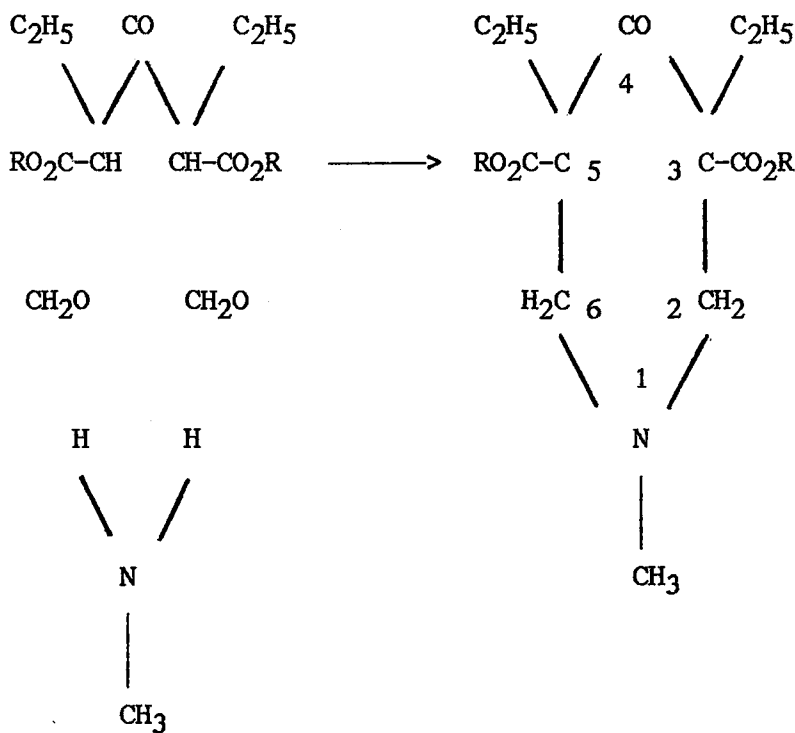


ค. กรด และเอสเทอร์

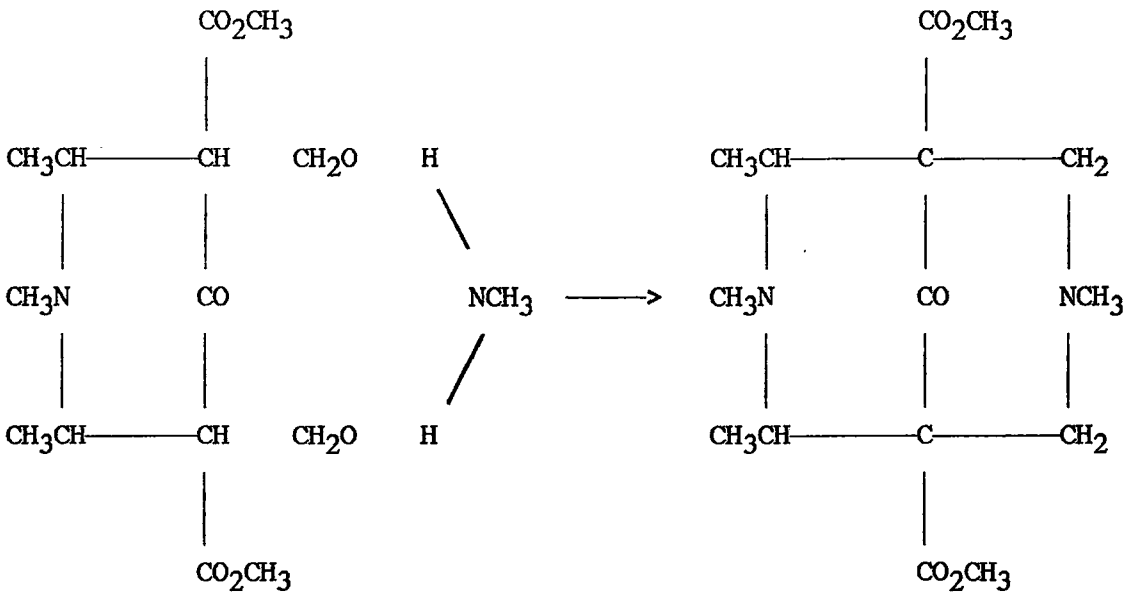
ปฏิกิริยาแมนนิชระหว่างเอมีนปฐมภูมิกับกรดที่มีไฮดรเจนอะตอมที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นเอมีนตติยภูมิ เช่น ปฏิกิริยาระหว่างกรดเมทิลเมโรนิก พอร์มาดีไฮด์ และ เมทิลเอมีน



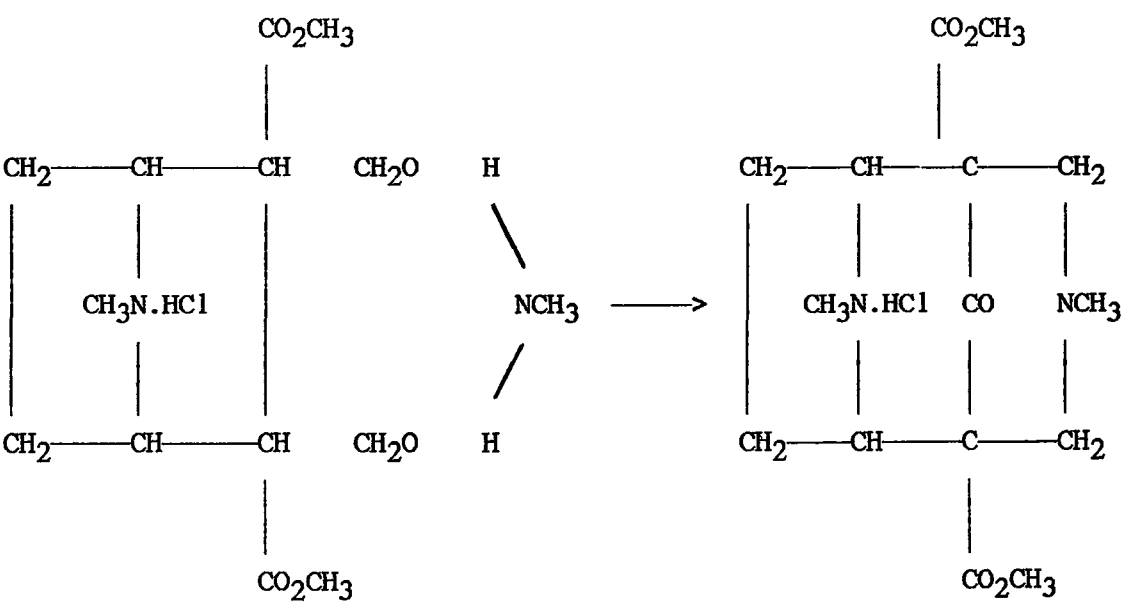
เมื่อทำปฏิกิริยาแมนนิชระหว่างเอมีนปฐมภูมิ กับสารประกอบพอลิคาร์บอนิลซึ่งมีไฮดรเจนอะตอมอยู่บนคาร์บอนตำแหน่งที่ 1,3 จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นวง เช่น ปฏิกิริยาระหว่างเอสเทอร์ของกรดอัลฟา-เดอเทิลอะซิโตนไดคาร์บอกซิลิก พอร์มาดีไฮด์ และ เมทิลเอมีนจะได้ไพริโดน (Pyridone) เป็นผลิตภัณฑ์



ถ้าไพริโดนที่มีไฮดรอกซิลอะตอมอยู่ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 3 และ 5 อาจเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นต่อไปได้ผลิตภัณฑ์ซึ่งเป็นไบไซคลิก (bicyclic) ตัวอย่างเช่นไพริโดนซึ่งได้จากปฏิกิริยาแมนนิชระหว่าง อะซิโตนไดคาร์บอกซิเลท อะซิทอัลดีไฮด์ และเมทิลเอมีน สามารถควบแน่นกับฟอร์มัลดีไฮด์ และ เมทิลเอมีน ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น เรียกว่า บิสปีดิน (bispidin) ปฏิกิริยานี้สามารถใช้เตรียมไพโรไซคลิกได้เช่นปฏิกิริยาระหว่างไฮดรอกลอร์ไรด์ของเมทิล โพรพารอน-2,4-ไดคาร์บอกซิเลท กับฟอร์มัลดีไฮด์ และเมทิลเอมีน



2.5.2 เอมีนทุติยภูมิ

ในปฏิกิริยาที่ใช้เอมีนทุติยภูมิเป็นสารตั้งต้นผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีปริมาณสูง เอมีนแบบ
ทุติยภูมิที่สามารถใช้ในปฏิกิริยาแมนนิช มีดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 2.3 แสดงชนิดของเอมีนแบบทุติยภูมิ ที่สามารถใช้ในปฏิกิริยาแมนนิช [8]

โคมethylเอมีน	ไพเพอริดีน
โคมethylเอมีน	1,2,3,4- เตตระไฮดรโอโรควิโกลีน
โคมethanolเอมีน	6-เมทโรควิ-1,2,3,4- เตตระไฮดรโอโรควิโกลีน
โคมorpholเอมีน	มอร์โพลีน
โคมethyl-เอมีน-ปิวทิลเอมีน	เบตา-อะซิทีว เอทิลเบนซิลเอมีน
โคมethylเอมีน	เบนซิล-(2-ไฮดรอกซีเฮกเซนนิวเมทิล)-เอมีน
โคมethylเอมีน	3,4-เมทิลีนไดออกซีเบนซิล-(2-ไฮดรอกซี-เฮกเซนนิล
เมทิลโคมethylเอทิลเอทิลเอทิลเอมีน	เมทิล)-เอมีน
เมทิลอะนิลีน	โคมethyl-เมทิลอะนิลีนพโรพิโรฟีเรน

โคมethylเอมีนมีความไวต่อปฏิกิริยาสูง และให้ปริมาณผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นมาก
ส่วนโคมethylเอมีนมีความไวต่อปฏิกิริยาน้อยกว่าโคมethylเอมีน

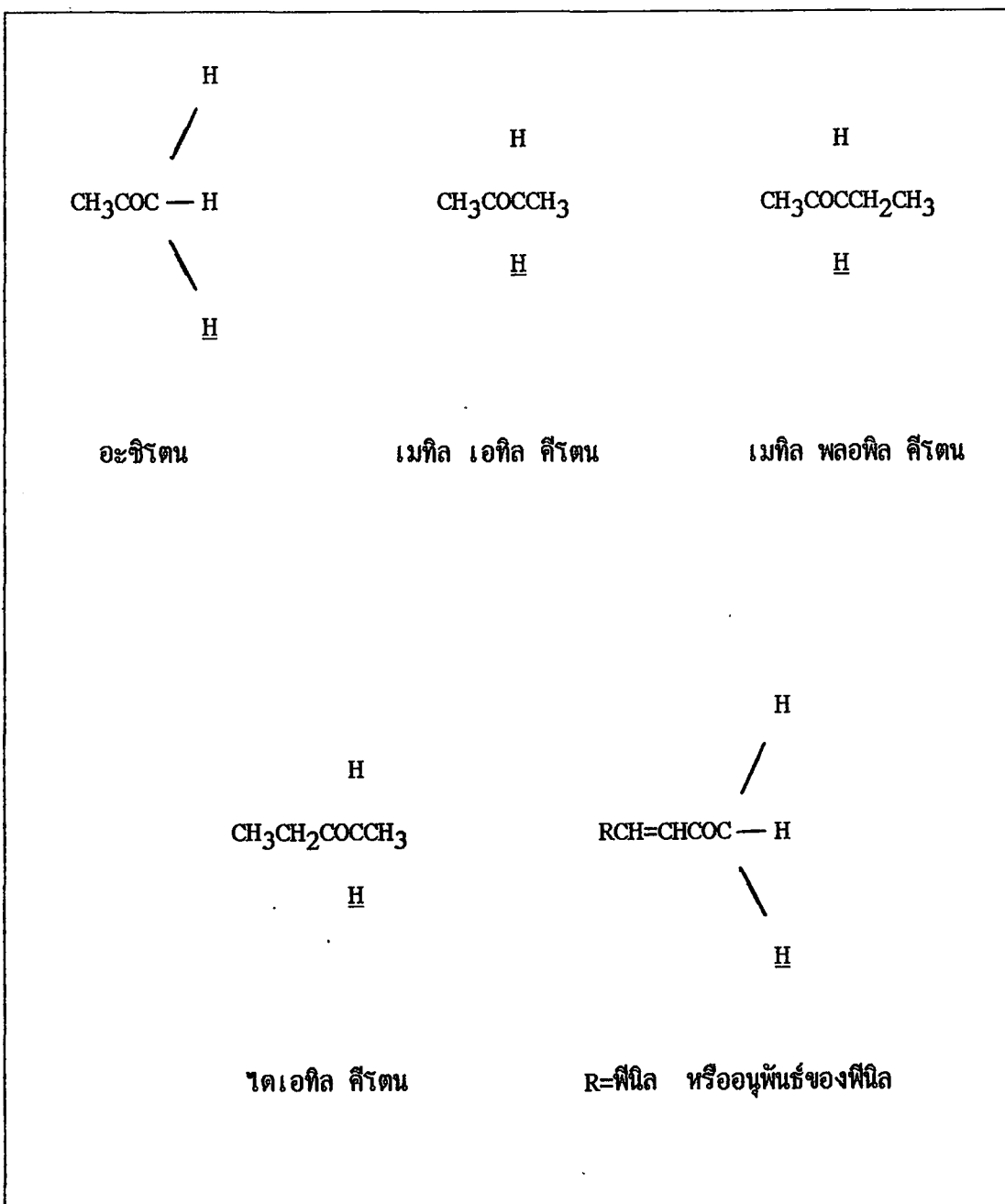
รายละเอียดของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น เมื่อเอมีนทุติยภูมิทำปฏิกิริยากับสารประกอบที่มี
ไฮดรเจนที่ไวต่อปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ มีดังต่อไปนี้

ก. คีโรตัน

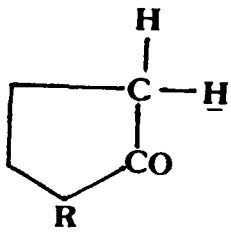
คีโรตันที่สามารถเกิดปฏิกิริยาแมนนิชได้ประกอบด้วยคีโรตันชนิดอิ่มตัว ไฮดรอกซีคีโรตัน
อัลฟา, เบตา-คีโรตันชนิดไม่อิ่มตัว อะลิฟาติกอะโรมาติกคีโรตัน ซึ่งวงอะโรมาติกเป็นเฮเทอโร
ไซคลิกโดยเฉพาะถ้ามีออกซิเจนอยู่ในวง ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นดีมาก

ตาราง 2.4 แสดงชนิดของคีโตนที่สามารถทำปฏิกิริยากับพอร์มาลดีไฮด์และเกลือของเอมีนแบบทุติยภูมิได้ เบตา-ไคอัลคิลอะมิโนคีโตนเป็นผลิตภัณฑ์ [8]

อะลิวาติก คีโตน



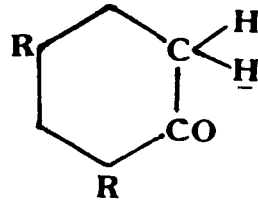
ไซโคลอัลคานอน



R = H หรือ CH₃

ไซโคลเพนทาโนน

2-เมทิลไซโคลเพนทาโนน

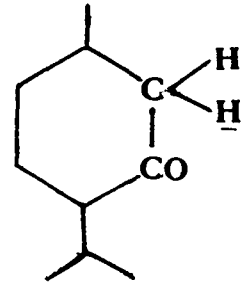


R = H หรือ CH₃

ไซโคลเฮกซาโนน

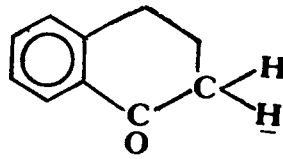
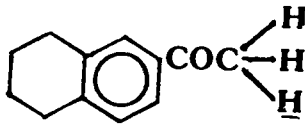
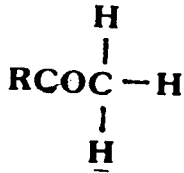
2-เมทิลไซโคลเฮกซาโนน

4-เมทิลไซโคลเฮกซาโนน



เมนโตน

อะลิฟาติก อะโรมาติก คีโตน



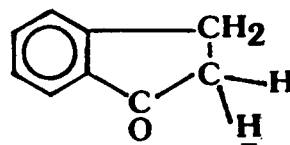
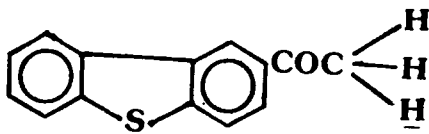
R=ฟีนิลหรืออนุพันธ์ของฟีนิล เบต้า-อะซิโตนเตตระลีน อัลฟา-เตตระลีน

เบต้า-เมทรอกซี-อัลฟา-เตตระลีน

เบต้า-อะซิโทกซี-อัลฟา-เตตระลีน

แกมมา-เมทรอกซี-อัลฟา-เตตระลีน

แกมมา-อะซิโทกซี-อัลฟา-เตตระลีน



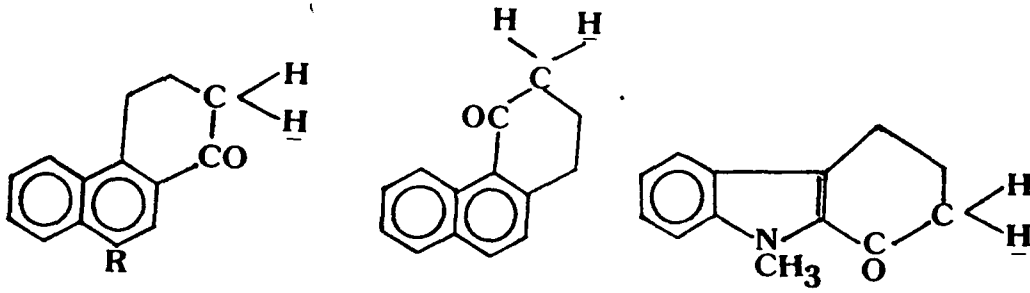
2-อะซิติลไธเบนโซไทโอฟีน

อัลฟาไธทรินโตน

2-อะซิติลไธเบนโซไทโอฟีน

5,6-ไธเมทรอกซี-อัลฟา-ไธทรินโตน

อะลิฟาติก อะโรมาติก คีโตน (ต่อ)



R=H, OCH₃ หรือ OCOCH₃

4-คีโตน-1,2,3,4-เตตระ

1-คีโตน-1,2,3,4-เตตระ

ไฮโดรฟีแนนทีน

1-คีโตน-9-เมทิล-1,2,

ไฮโดรฟีแนนทีน

3,4-เตตระไฮโดร

1-คีโตน-9-เมทอกซี-1,2,3,4-

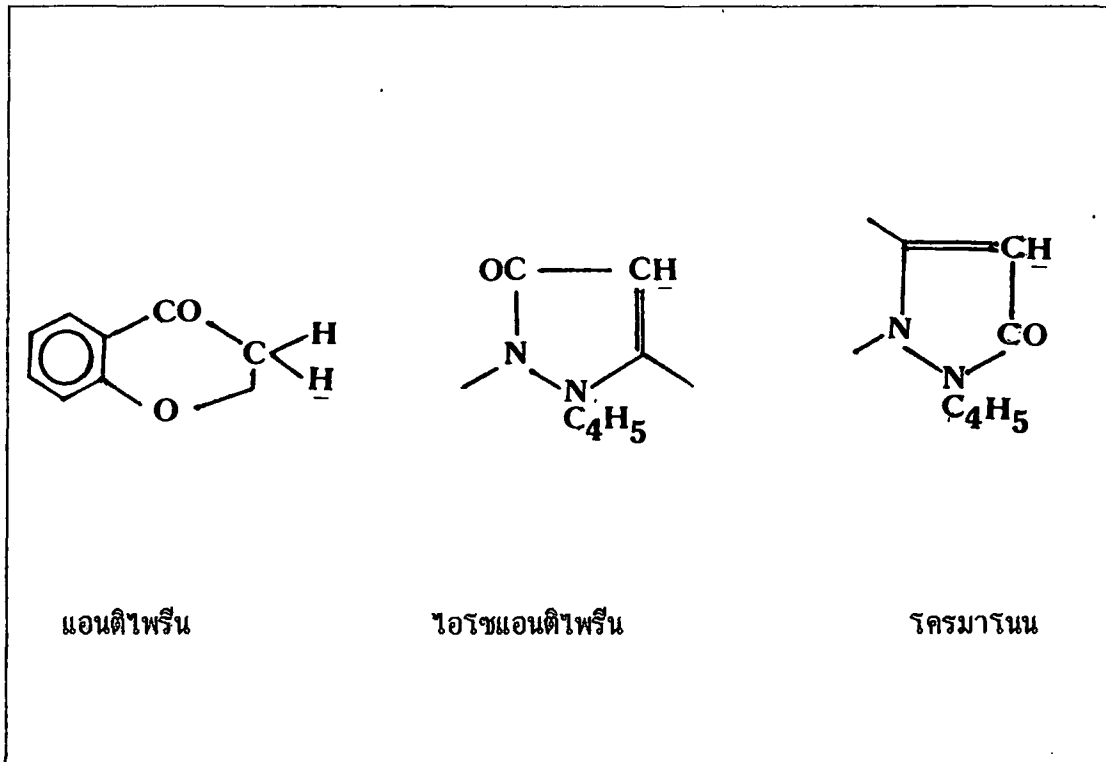
คาร์บาจอน

เตตระไฮโดรฟีแนนทีน

1-คีโตน-9-อะซิโทกซี-1,2,3,4-

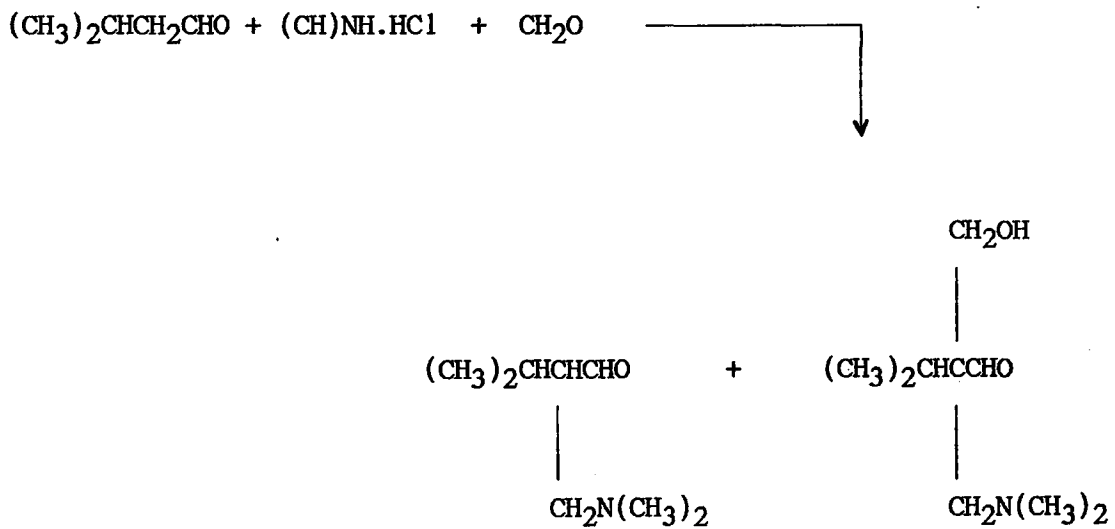
เตตระไฮโดรฟีแนนทีน

เฮเทอโรไซคลิก คีโตน

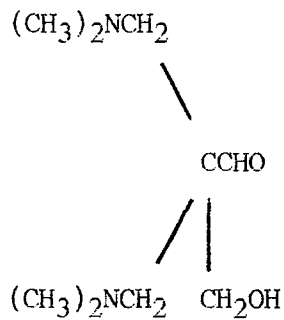


ข. อัลดีไฮด์

พฤติกรรมของอัลดีไฮด์ในปฏิกิริยาแมนนิชคล้ายกับพฤติกรรมของคีโตน ตัวอย่างปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้



แต่ในกรณีของอะซิติลดีไฮด์ ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเป็นดังนี้

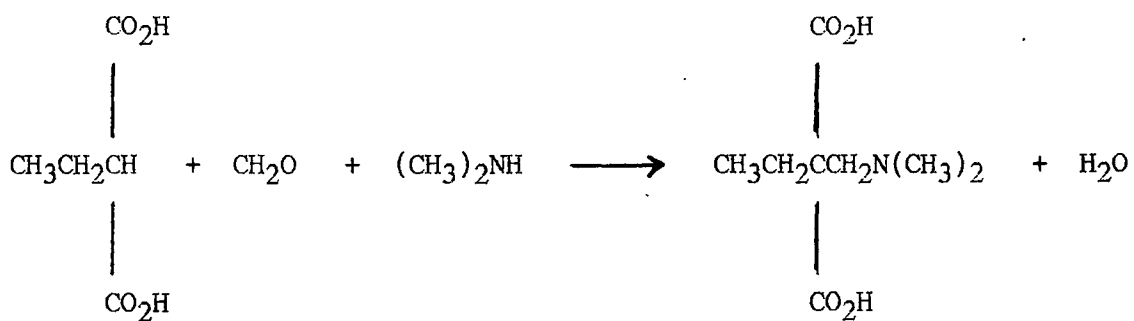


ค. กรดและเอสเทอร์

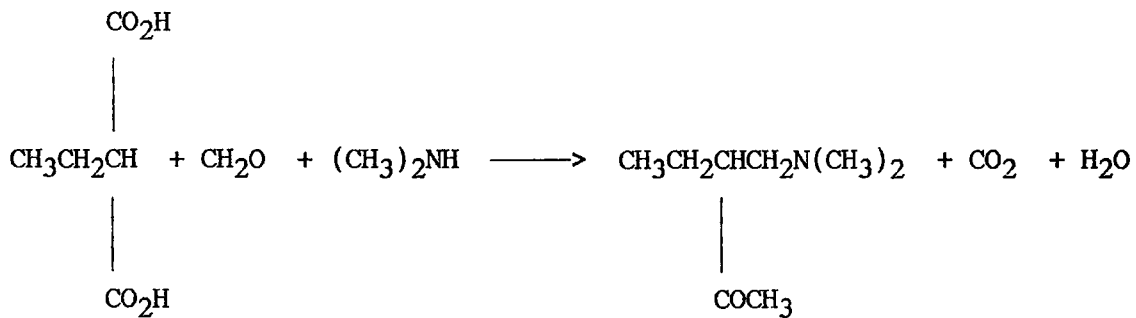
กรดที่มีไฮดรอกซิลอะตอมที่มีความว่องไวสูงที่ตำแหน่งอัลฟาจำนวนมากที่สามารถเกิดปฏิกิริยาแมนนิชกับเอมีนทุติยภูมิได้ ตัวอย่างเช่น

$\text{CNCH}_2\text{CO}_2\text{H}$	$\text{CH}_3\text{COCH(R)CO}_2\text{H}$
$p\text{-NO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{CO}_2\text{H}$	$\text{CH}_2(\text{CO}_2\text{H})_2$
$\text{C}_6\text{H}_5\text{COCH}_2\text{CO}_2\text{H}$	$\text{RCH}(\text{CO}_2\text{H})_2$
$o\text{-NO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH(OH)CO}_2\text{H}$	$\text{RCH}(\text{CO}_2\text{R})\text{CO}_2\text{H}$
$\text{CH}_3\text{COCO}_2\text{H}$	$\text{C}_6\text{H}_5\text{COCH}_2\text{CH}(\text{CO}_2\text{H})_2$
$\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{CO}_2\text{H}$	$\text{HO}_2\text{CCH}_2\text{CH}(\text{CO}_2\text{H})_2$

ตัวอย่างของปฏิกิริยาแมนนิชระหว่างกรดเอทิลมาลินิก พอร์มาลดีไฮด์ และไดเมทิลเอมีน



ปฏิกิริยาข้างเคียงที่อาจเกิดขึ้น ได้แก่ ปฏิกิริยาดีคาร์บอกซิเลชันของกรด



ง. ฟีนอล

ปฏิกิริยาแมนนิชของฟีนอลและอนุพันธ์ของฟีนอลที่รายงานไว้ ได้แก่ ฟีนอล; 4-อะซิโตอะมีนฟีนอล(4-acetaminophenol) ; ออโรและพารา-ครีซอล ; 3,5- ไคทิลฟีนอล ; 2-เมทิล-4-เอทิลฟีนอล ; 2 และ 4- เมทรอกซีฟีนอล ; เบตา-แนพทอล และ 8-ไฮดรอกซีควิโนลีน นำมาทำปฏิกิริยากับฟอร์มัลดีไฮด์และไดเมทิลเอมีนหรือไพเพอริดีน หรือ มอร์ฟีน

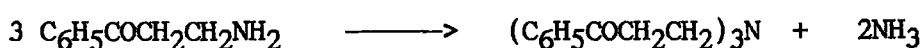
จ. อะเซทิลีน

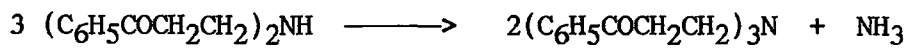
อะเซทิลีนที่สามารถทำปฏิกิริยากับฟอร์มัลดีไฮด์และเอมีนแบบทุติยภูมิ ได้แก่ ฟีนิลอะเซทิลีน และ อนุพันธ์ของฟีนิลอะเซทิลีนเช่น 2-ไนโตร 2-อะมีน และ 4 เมทรอกซีฟีนิลอะเซทิลีน



2.5.3. แอมรโมเนีย

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำระหว่างแอมรโมเนีย หรือเกลือแอมรโมเนียม กับฟอร์มัลดีไฮด์และสารประกอบไฮโดรเจนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา จะได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นเอมีนแบบปฐมภูมิ แต่เอมีนแบบปฐมภูมิที่เกิดขึ้นอาจจะเปลี่ยนไปเป็นเอมีนแบบทุติยภูมิได้ เช่น



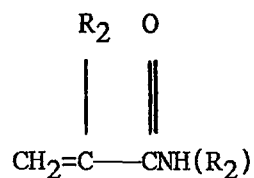


จึงทำให้ปริมาณผลิตภัณฑ์ที่ได้ (yield) ต่ำกว่าเอมีนชนิดอื่น ๆ

2.6 ปฏิกริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์เอ็น-อะมิโนเมทิล คาร์บอกเอไมด์ [9 , 10]

ปฏิกิริยาที่ใช้สังเคราะห์ เอ็น-อะมิโนเมทิล คาร์บอกเอไมด์ เป็นปฏิกิริยาที่คล้ายคลึงกับปฏิกิริยาแมนนิช โดยใช้คาร์บอกเอไมด์เป็นสารประกอบที่มีไฮดรเจนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาทางปฏิกิริยากับอัลดีไฮด์และไดอัลคิลเอมีน

คาร์บอกเอไมด์ ที่นิยมาใช้เป็นสารประกอบไม่อิ่มตัว ซึ่งมีโครงสร้างดังนี้

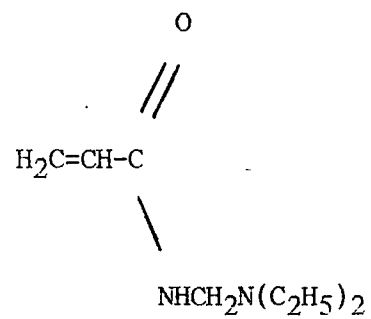
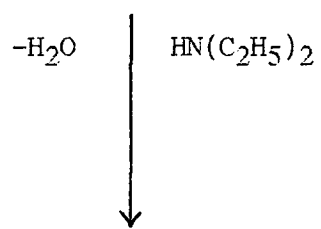
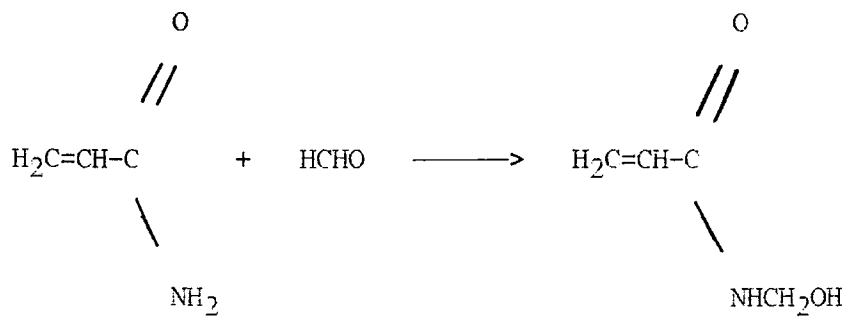


คาร์บอกเอไมด์ชนิดไม่อิ่มตัวที่นิยมาใช้ได้แก่อะคริลาไมด์ เมทาอะคริลาไมด์ เอทาคริลาไมด์ เอ็น-เมทิลเมทาคริลาไมด์ เอ็น-เมทิลอะคริลาไมด์ เอ็น-เอทิลอะคริลาไมด์ เอ็น-โพรพิลอะคริลาไมด์ โดยที่อะคริลาไมด์เป็นที่นิยมมากที่สุด

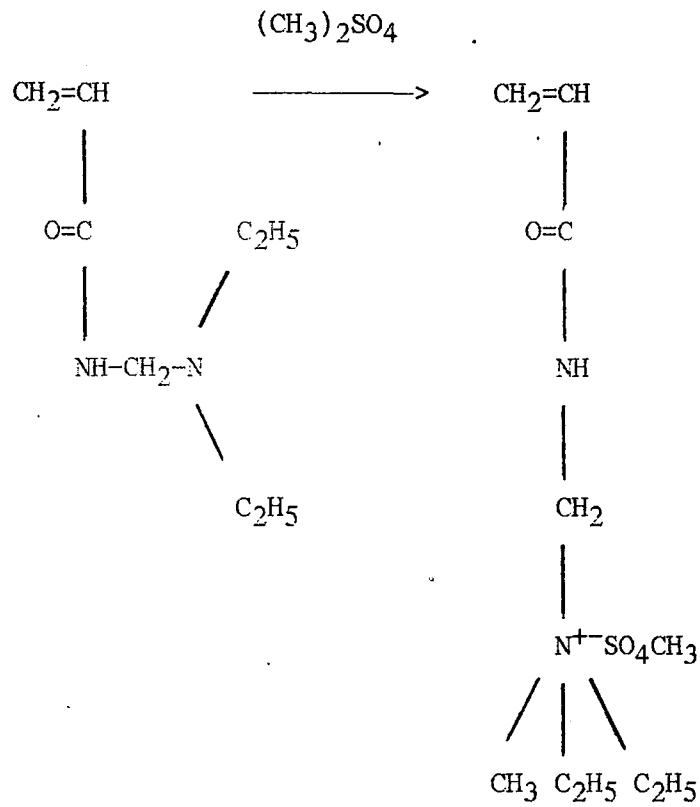
เอมีนแบบทุติยภูมิ (HNR_2) ที่ใช้นั้น R เป็นพวกไฮโดรคาร์บอน (Hydrocarbyl) ซึ่งมีคาร์บอนตั้งแต่ 2 ตัวขึ้นไป เช่นเอทิลหรืออัลคิลซึ่งมีจำนวนคาร์บอนมากกว่า 2 ตัว ไฮดรอลอัลคิล อัลคิลีน อาริล หรือ อาริลอัลคิล นอกจากนี้อาจจะเป็นไฮโดรคาร์บอนที่มีคาร์บอนตั้งแต่ 4 ตัวขึ้นไป เช่น อัลคิลีน อัลคิลีน ตัวอย่างเอมีนแบบทุติยภูมิ ได้แก่ ไดเอทิลเอมีน ไดพิพิลเอมีน ไพเพอราดีน (piperadine) ไพร์โรลิดีน (Pyrrolidine) และไดอัลคิลเอมีน แต่ตัวที่นิยมาใช้ได้แก่ ไดเอทิลเอมีน ไดพิพิลเอมีน และ ไดอัลคิลเอมีน

อัลดีไฮด์ที่ใช้ต้องมีจำนวนคาร์บอนตั้งแต่ 1-3 ตัว ตัวอย่างเช่น พอร์มาลดีไฮด์ อะซีตัลดีไฮด์ และ พรอพิโอดัลดีไฮด์ (propionaldehyde)

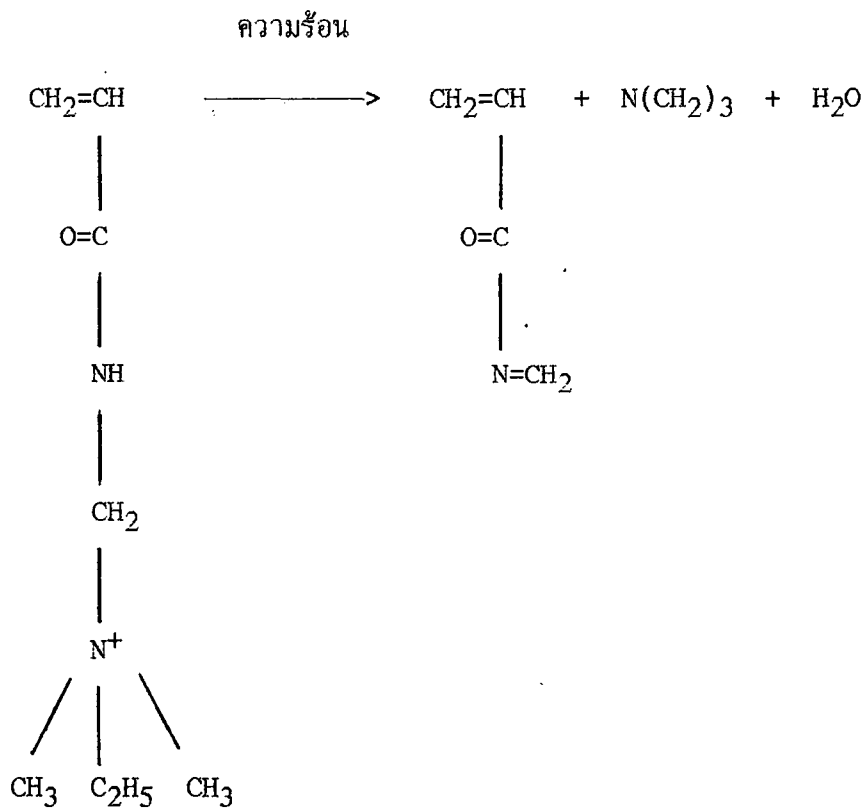
ปฏิกิริยาระหว่างพาราพอร์มาลดีไฮด์ ไดเอทิลเอมีน และ อะคริลาไมด์เป็นปฏิกิริยามีกลไกการเกิดปฏิกิริยาดังสมการ การเกิดปฏิกิริยาข้างล่างนี้



ถ้านำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาเติมสารควอเตอร์นารี เช่น ไตเมทิลซัลเฟต เมทิลคลอไรด์ เมทิลโบรไมด์



ในการเตรียมการเติมหมู่เมทิล จะต้องมีการควบคุมอุณหภูมิให้เหมาะสม มิฉะนั้น อาจเกิดปฏิกิริยาการกำจัดแบบฮอฟแมน (Hofmann Elimination) กลไกการเกิดปฏิกิริยา แสดงในรูป

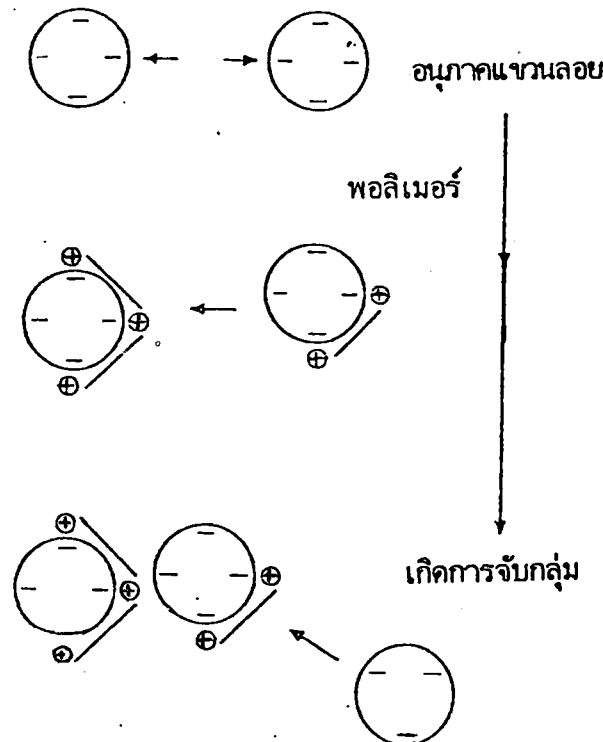


ส่วนที่ 4 ประโยชน์และการใช้งาน

2.7 การบำบัดน้ำเสีย [2 , 3 , 11]

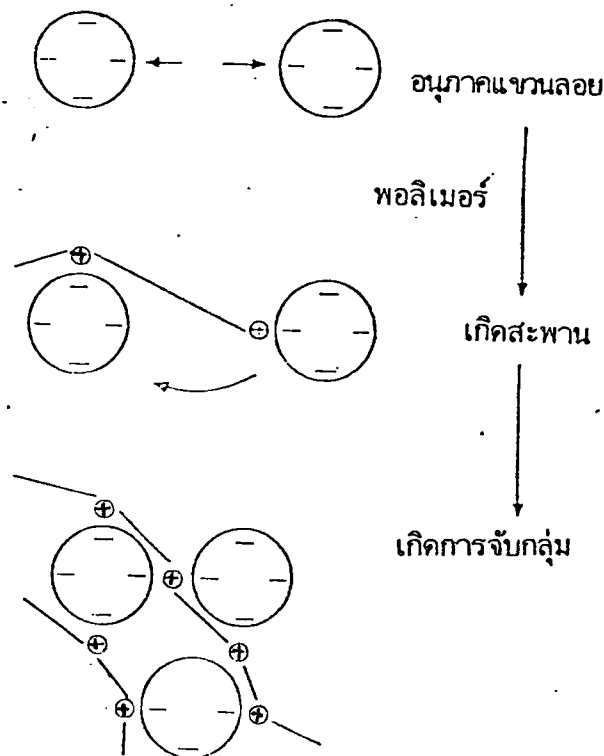
นอนไอออนิก พอลิอะคริลาไมด์ สามารถใช้บำบัดน้ำเสียโดยใช้เป็นสารเร่งการตกตะกอน ทั้งนี้เพราะประจุบวกบนพอลิเมอร์ จะไปจับกับประจุลบบนผิวหน้าของ สารแขวนลอยในน้ำ เกิดการรวมตัวของกลุ่มอนุภาคเป็นกลุ่มก้อนที่ใหญ่ขึ้น ช่วยทำให้สารที่แขวนลอยแยกจากของเหลวได้ กระบวนการจับเป็นกลุ่มของสารแขวนลอยมีสมมติฐานที่อธิบายปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้น 2 แบบ ได้แก่ Charge Patch Model และแบบ Bridging Model

2.7.1 *Charge Patch Model* [11] กล่าวว่ายภายในระบบที่มีอนุภาคแขวนลอยมีประจุลบกระจายบนพื้นผิว เมื่อใส่สารเร่งการตกตะกอนที่เป็นพอลิเมอร์โมเลกุลของพอลิเมอร์นั้นจะถูกดูดซับไปบนพื้นผิวของอนุภาคแขวนลอยด้วยแรงไฟฟ้าสถิต (electrostatic force) นอกจากจะทำให้อนุภาคแขวนลอยที่ตำแหน่งที่ดูดซับโมเลกุลพอลิเมอร์มีสภาพเป็นกลางแล้ว อาจมีประจุบวกซึ่งมากเกินไปถูกดูดซับโดยประจุลบที่ตำแหน่งอื่นบนพื้นผิวอนุภาคแขวนลอยทำให้เกิดเป็นลักษณะแผ่นของประจุบวก ปกคลุมรอบอนุภาคแขวนลอยนั้น



รูป 2.1 แสดง Charge Patch Model

2.7.2 *Bridging Model* [11] กลไกนี้จะเกี่ยวข้องกับการใช้พอลิเมอร์ที่น้ำหนักโมเลกุลสูง (สูงกว่าแบบแรก) สายรั้งมีความยาว ดังนั้นเมื่อโมเลกุลของพอลิเมอร์ถูกดูดซับโดยพื้นผิวของอนุภาค สายรั้งพอลิเมอร์ซึ่งยาวนั้นจะอยู่ในลักษณะที่พันและเกี่ยวกันเป็นวงส่วนท้ายของสายรั้งนั้น จะถูกดูดซับโดยอนุภาคแขวนลอยอื่น เกิดลักษณะเป็นสะพาน (bridge) เชื่อมระหว่างอนุภาคทั้งสอง ในระบบจะเกิดการเชื่อมลักษณะดังกล่าวทั่วทั้งระบบ



รูปที่ 2.2 แสดง Bridge Model

ในระบบที่มีอนุภาคแขวนลอย และ สารเร่งการตกตะกอน มักจะเกิดปรากฏการณ์ดังกล่าวควบคู่กันไป แต่จะเกิดแบบใดมากกว่า ขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายประการ เช่น ปริมาณสารเร่งการตกตะกอน ลักษณะและน้ำหนักโมเลกุลของสารเร่งการตกตะกอน ปริมาณอนุภาคแขวนลอยในระบบ เป็นต้น

2.8 อุตสาหกรรมกระดาษ [2 , 3 , 12]

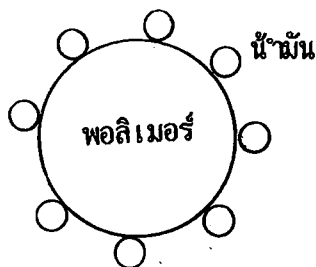
พอลิอะคริลาไมด์ที่มีประจุบวก ใช้ในอุตสาหกรรมกระดาษทั้งในส่วนของการผลิต โดยใช้เป็น Retention aids ซึ่งเป็นสารตัวเติมที่ช่วยทำให้อนุภาคเซลลูโลสและสารเติมแต่ง เช่น โททาเนียมออกไซด์ที่มีขนาดเล็กถูกตกตะกอนลงมารวมตัวกับเส้นใยเซลลูโลส ซึ่งมีขนาดใหญ่ และส่วนของการตกตะกอนเยื่อกระดาษในน้ำเสียจากโรงงาน โดยกลไกการทำงานของพอลิอะคริลาไมด์ที่มีประจุบวกเมื่อใช้เป็น Retention aids และสารช่วยจับตัวเป็นกลุ่มนั้นเหมือนกัน ได้แก่ Charge Patch Model และ Bridging Model ดังที่กล่าวมาแล้วในหัวข้อการบำบัดน้ำเสีย

2.9 กระบวนการถลุงแร่ [2 , 3 , 13]

ในกระบวนการถลุงแร่ ส่วนใหญ่จะใช้พอลิอะคริลาไมด์ ส่วนการใช้พอลิเมอร์ที่มีประจุบวกนั้นมีจำนวนน้อย โดยจะใช้สำหรับการแยกเอายูเรเนียมออกจากสารอิมัลชันของน้ำกับน้ำมัน

2.10 การขุดเจาะน้ำมัน [2 , 3 , 5]

พอลิอะคริลาไมด์ที่มีประจุบวกใช้ในการพัฒนาให้กระบวนการ water flooding ซึ่งเป็นการใช้แรงดันน้ำอัดลงไปแทนที่น้ำมันเพื่อทำให้น้ำมันพุ่งขึ้นมาจากใต้ดินได้ดีขึ้น และใช้ในกระบวนการ polymer-micellar หรือ microemulsion flooding ซึ่งเป็นการทำให้พอลิเมอร์ลงไปกวาดเอาน้ำมันที่ตกค้างอยู่ขึ้นมา โดยลักษณะการจับตัวของพอลิเมอร์กับน้ำมันเป็นดังนี้



รูปที่ 2.3 แสดงลักษณะการจับตัวของพอลิเมอร์กับน้ำมัน

นอกจากนี้ยังสามารถใช้ พอลิเอไมด์ที่มีหมู่ไดอัลลิลไดเมทิลแอมโมเนียม คลอไรด์ (DADMAC) จีดลงไปในหินของแหล่งน้ำมัน (reservoir rock) เพื่อไล่เอาส่วนที่เหลือจากการขุดเจาะ (drilling residue) ออก ทำให้หินที่มีรูพรุนใหญ่ขึ้น ดังนั้นการซึมผ่านออกมาของน้ำมันก็จะมากขึ้น

บทที่ 3
การทดลอง

3.1 สารเคมีและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สารเคมี

สารเคมี	เกรด	บริษัทผู้ผลิต
1) อะคริลาไมด์	วิเคราะห์	Fluka Chemical
2) ไดเอทิลเอมีน	วิเคราะห์	Fluka Chemical
3) พาราฟอร์มัลดีไฮด์	วิเคราะห์	Fluka Chemical
4) กรดไฮโดรคลอริก	วิเคราะห์	Merck
5) โซเดียมซัลเฟต แอนไฮดรัส	วิเคราะห์	Fluka Chemical
6) โซเดียมไฮดรอกไซด์	วิเคราะห์	Fluka Chemical
7) น้ำกลั่น	การค้า	องค์การแปดเตอรี่
8) อะซิโตน	การค้า	Merck
9) คาร์บอนเตตระคลอไรด์	การค้า	Merck
10) อะซิโตนไนเตรท์	วิเคราะห์	Merck
11) เมทริกซ์ 4-ฟินอล	วิเคราะห์	Fluka Chemical

3.1.2 เครื่องมือ

1. เครื่องกวนเชิงกลแบบแม่เหล็ก รุ่น M21/1 บริษัท Framo-Geratetechnik
2. เทอร์มิเตอร์ 0-100 ° ซ และ 0-200 ° ซ
3. อ่างน้ำ (water bath) พร้อมเครื่องควบคุมอุณหภูมิและเครื่องกวนเชิงกลแบบแม่เหล็ก รุ่น Buchi 461 บริษัท Buchi จำกัด
4. เครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง รุ่น MCT Analysis AC 210 S บริษัท Sact rius จำกัด
5. เครื่อง FTIR (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer) รุ่น Perkin Elimer System 2000 FT-IR
6. เครื่องกรองสุญญากาศ รุ่น A-3S บริษัท Tokyorikakikai จำกัด
7. เครื่องแก้วต่างๆที่มีความจำเป็นในห้องปฏิบัติการเช่น ปีกเกอร์ ขวดวัดปริมาตร กรวยแก้ว ขวดก้นกลม เป็นต้น
8. ชุดเครื่องกลั่นสุญญากาศ ประกอบด้วย เทอร์มิเตอร์ บังน้ำ ขวดก้นกลม คอนเดนเซอร์ และเครื่องทำความเย็น
9. เครื่อง UV / VIS (Ultraviolet/visible Spectrophootometer) รุ่น UV7800 บริษัท Jasco จำกัด
10. เครื่อง NMR (Nuclear Magnatic Spectrophotometer) บริษัทBuker

3.2 วิธีการทดลอง

3.2.1 วิธีการสังเคราะห์ เอ็น - (ไตรเอทิลอะมิโนเมทิล อะคริลาไมด์) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ โดยเทคนิคปฏิกิริยาแมนนิช

3.2.1.1 วิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 1

ขั้นตอนที่ 1

ชั่งไตรเอทิลเอมีน 144 ก. (2 โวล) ในบีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร เติม พาราฟอร์มัลดีไฮด์ 60 ก. (2 โวล) ทำการปั่นกวนโดยเครื่องกวนเชิงกลแบบแม่เหล็ก เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ขั้นตอนที่ 2

ปรับค่าความเป็นกรด - ต่างของสารละลายในขั้นตอนที่ 1 ให้มีค่าความเป็นกรด - ต่างเท่ากับ 3 ด้วยสารละลายกรดไฮดรอกลอร์ิกในน้ำที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 30 % (น้ำหนักโดยน้ำหนัก) ในระหว่างการปรับค่าความเป็นกรด - ต่างให้ทำการหล่อเย็นระบบด้วยอ่างน้ำแข็ง เพื่อควบคุมอุณหภูมิของระบบให้ต่ำกว่า 20 °ซ

ขั้นตอนที่ 3

เติมสารละลายอะคริลาไมด์ในน้ำที่มีความเข้มข้น 48 % (น้ำหนักโดยน้ำหนัก) ซึ่งทำการปรับค่าความเป็นกรด-ต่างด้วยสารละลายกรดไฮดรอกลอร์ิกในน้ำที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 30 % (น้ำหนักโดยน้ำหนัก) ให้มีค่าความเป็นกรด-ต่างเท่ากับ 3 แล้ว จำนวน 282 ก. (2 โวล) ในระหว่างเติมสารให้ทำการปั่นกวนตลอดเวลา เมื่อเติมสารทั้งหมดเรียบร้อยแล้ว ให้กวนต่อไปอีก 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 65 °ซ

ขั้นตอนที่ 4

เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 50 % (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) ลงในสารละลายในขั้นตอนที่ 3 จนสารละลายมีค่าความเป็นกรด - ต่างเท่ากับ 10 แยกเอ็น-(ไตรเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยแยกโดยมอนอเมอร์จะอยู่ชั้นตัวทำละลายอินทรีย์ซึ่งอยู่ชั้นบนและน้ำจะอยู่ชั้นล่าง จากนั้นนำชั้นตัวทำ

ละลายอินทรีย์มากำจัดน้ำที่หลงเหลืออยู่ออกด้วยโซเดียมซัลเฟต แอนไฮดรัส เป็นเวลา 30 นาที
านที่มีด แล้วกรองเพื่อแยกโซเดียมซัลเฟต แอนไฮดรัสออกโดยใช้เครื่องกรองแบบสุญญากาศ

3.2.1.2 วิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 2

ขั้นตอนที่ 1

ชั่งอะคริลาไมด์ 72 ก. (1 โมล) บรรจุลงในปิกเกอร์ขนาด 1 ลิตร เติมน้ำ
กลั่น 190 มล. แล้วกวนโดยเครื่องกวนเชิงกลแบบแม่เหล็กจนอะคริลาไมด์ละลายหมด

ขั้นตอนที่ 2

เติมฟอร์มาลีน 81 ก. (1 โมล) และเมทริกซ์ 4-พีนอล 1.2 ก.
(9.6×10^{-3}) ลงในปิกเกอร์ทำการปั่นกวนจนได้สารละลายเนื้อเดียว

ขั้นตอนที่ 3

ปรับค่าความเป็นกรด - ต่างของสารละลายในขั้นตอนที่ 2 ให้มีค่าความเป็น
กรด-ต่างเท่ากับ 3 ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกในน้ำที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 30 %
(น้ำหนักโดยน้ำหนัก) จากนั้นเติมไดเอทิลเอมีน 73 ก. (1 โมล) พร้อมทำการปั่นกวนตลอด
เวลา ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ต่างให้เท่ากับ 3 ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกในน้ำ
ที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 30 % (น้ำหนักโดยน้ำหนัก) ทำการปั่นกวนสารละลายต่อไปอีกเป็นเวลา
2 ชั่วโมง

ขั้นตอนที่ 4

เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 50 % (น้ำ
หนักต่อน้ำหนัก) ลงในสารละลายในขั้นตอนที่ 3 จนสารละลายมีค่าความเป็นกรด-ต่างเท่ากับ
10 แยกเอ็น-(ไดเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยแยก
โดยมอนอเมอร์จะอยู่ชั้นตัวทำละลายอินทรีย์ซึ่งอยู่บนบนและน้ำจะอยู่ชั้นล่าง จากนั้นนำชั้นตัวทำ
ละลายอินทรีย์มากำจัดน้ำที่หลงเหลืออยู่ออกด้วยโซเดียมซัลเฟต แอนไฮดรัส เป็นเวลา 30 นาที
านที่มีด แล้วกรองเพื่อแยกโซเดียมซัลเฟต แอนไฮดรัสออกโดยใช้เครื่องกรองแบบสุญญากาศ
น้ำ เอ็น-(ไดเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบหาหมู่ที่ทำ
หน้าที่เฉพาะโดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

ขั้นตอนที่ 5

นำมอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มาทำให้บริสุทธิ์โดยการกลั่นแบบสูญญากาศ จากนั้นนำสารที่กลั่นได้มาตรวจสอบหาหมู่ที่ทาน้ำที่เฉพาะโดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี

3.2.1.3 วิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 3

ขั้นตอนที่ 1

เติมคาร์บอนเตตระคลอไรด์ 250 มล. ลงในขวดรูปกรวยขนาด 1 ลิตร เติมพาราฟอร์มัลดีไฮด์ 7.5 ก. (0.25 โมล) เมทริกซ์ 4-ฟินอล 0.3 ก. (2.4×10^{-3} โมล) และไดเอทิลเอมีน 27 ก. (0.37 โมล) ลงไปทำการปั่นกวนโดยใช้เครื่องกวนเชิงกลแบบแม่เหล็ก ที่อุณหภูมิ 40 - 50 °C เป็นเวลา 20 นาที

ขั้นตอนที่ 2

เติมอะคริลาไมด์ 17.75 ก. (0.25 โมล) ลงในขวดรูปกรวย ในระหว่างที่เติมสารให้ทำการปั่นกวนตลอดเวลา เมื่อเติมสารทั้งหมดเรียบร้อยแล้วปรับอุณหภูมิของระบบให้เท่ากับ 60 °C ปั่นกวนต่อไปเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ขั้นตอนที่ 3

นำสารละลายที่เตรียมได้จากขั้นตอนที่ 2 มาระเหยเอาคาร์บอนเตตระคลอไรด์ออกโดยใช้เครื่องระเหย (Evaporator) นำเอ็น-(ไดเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ มาตรวจสอบหาหมู่ที่ทาน้ำที่เฉพาะโดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี

ขั้นตอนที่ 4

นำเอ็น-(ไดเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอโนเมอร์ที่เตรียมได้จากขั้นตอนที่ 2 มาทำให้บริสุทธิ์โดยการกลั่นแบบสูญญากาศโดยทำให้เป็นสูญญากาศด้วยปั๊มน้ำ (Water Pump) จากนั้นนำสารที่กลั่นได้มาตรวจสอบหาหมู่ที่ทาน้ำที่เฉพาะโดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี

ขั้นตอนที่ 5

ทำการหาปริมาณเอ็น-(โศเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่เกิดขึ้น (% Yield) โดยวิธีการต่อไปนี้

ชั่งน้ำหนักของสารตั้งต้นทุกชนิดและเอ็น-(โศเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่กลั่นได้จากขั้นตอนที่ 4 ด้วยเครื่องชั่ง 2 ตำแหน่ง จากนั้นนำมาคำนวณหาจำนวนรวมของสารตั้งต้นที่ใช้ทำปฏิกิริยาและเอ็น-(โศเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่กลั่นได้
คำนวณหาปริมาณเอ็น-(โศเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่เกิดขึ้นจากสูตร

$$\% \text{ มอนอเมอร์ที่เกิดขึ้น} = A \times 100 / B$$

เมื่อ A = จำนวนรวมของเอ็น-(โศเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่กลั่นได้(รวม)

B = จำนวนรวมของสารตั้งต้นที่มีจำนวนรวมลน้อยที่สุด (รวม)

3.2.2 การทดสอบคุณลักษณะของเอ็น-(โศเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์

ก. การหาหมู่ที่ทาน้ำที่เฉพาะโดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

นำเอ็น-(โศเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่กลั่นได้มาตรวจสอบด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer , FTIR)

กรณีสารตัวอย่างเป็นของเหลว

ป้ายสารตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยลงบนแผ่นโซเดียมคลอไรด์ทรงกลม (NaCl disc) จากนั้นนำไปตรวจสอบด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เลขคลื่น 4000-600 cm^{-1} จำนวนสแกน 16 ครั้ง แหล่งกำเนิดแสงชนิดหลอดทังสเตน เครื่องตรวจวัดชนิดตัวที่เรด ไตรโกลรีนซัลเฟต (Deuterate triglycine sulfate : DTGS)

กรณีสารตัวอย่างเป็นของแข็ง

ชั่งโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ที่ผ่านการอบแห้งที่อุณหภูมิ 150 °ซ ประมาณ 0.1 ก. และสารตัวอย่างจำนวน 0.008 ก. ด้วยเครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง นำสารทั้งสองมาบดและผสมให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน นำมาอัดความดันด้วยเครื่องไฮดรอลิกที่มีความดัน 8.5 ตันต่อตารางเซนติเมตร นำมาตรวจสอบด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

3.2.1.3 การทำ เอ็น-(1,4-ไดเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้
ไว้บริสุทธิ์โดยการกลั่นแบบสูญญากาศ

นำ เอ็น-(1,4-ไดเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จาก
ขั้นตอนที่ 4 มาเติมเมทริกซ์ 4-ฟินอล 0.2 ก. (1.6×10^{-3} รมล) เพื่อใช้เป็นตัวหน่วง
ปฏิกิริยาพอลิเมอร์เช่นกัน จากนั้นนำมากลั่นด้วยเครื่องกลั่นแบบสูญญากาศซึ่งทำให้เป็นสูญญากาศ
โดยมีน้ำมัน (Oil Pump) นำสารที่กลั่นได้มาตรวจสอบหาหมู่ที่ตกค้างที่เฉพาะโดยเครื่อง
อินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

ข. การตรวจสอบโดยเทคนิค นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโกปี

ส่งเอ็น-(1,4-ไดเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ไป
ตรวจสอบ คาร์บอน-13 NMR และ โปรตอน NMR ด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์
สเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer , NMR) ความถี่คลื่น
วิทยุ 300 เมกกะเฮิร์ต ที่ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งใช้
 $CDCl_3$ เป็น extranal standard ในการตรวจสอบคาร์บอน-13 ความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์
อยู่ในช่วง 0-200 ppm จำนวนสแกนขึ้นอยู่กับความเข้มข้นที่ใช้ และในการตรวจสอบโปรตอน
ความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์อยู่ในช่วง 0-200 ppm จำนวนสแกน 16 ครั้ง

ค. การตรวจสอบโดยเทคนิคอุลตราไวโอเลตสเปกโตรสโกปี

เตรียมสารละลายของ เอ็น-(1,4-ไดเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์
ในอะซิโตนไตรท์ที่มีความเข้มข้นระหว่าง $10^{-4} - 10^{-6}$ รมลต่อลิตร บรรจุสารดังกล่าวใน
เซลล์ควอทซ์ทางเดินแสง 1 เซนติเมตร นำมาตรวจสอบด้วยเครื่องอุลตราไวโอเลตสเปกโตรโฟ
โตมิเตอร์ (Ultraviolet Spectrophotometer) โดยให้มีการดูดกลืนแสง (Absorbance)
อยู่ในช่วง 0.5 - 1.8 ใช้อะซิโตนไตรท์เป็นสารอ้างอิง แผลงกำเนิดแสงชนิดหลอด
ฮาโลเจนในช่วงวิซิเบิล และหลอดตัวที่เสถียรในช่วงอัลตราไวโอเลต และ เครื่องตรวจวัดชนิด
ซิลิคอน โพรต-ไดโอด

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์

4.1 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของเอ็น - (ไคเอทิลอะมิโนเมทิล)

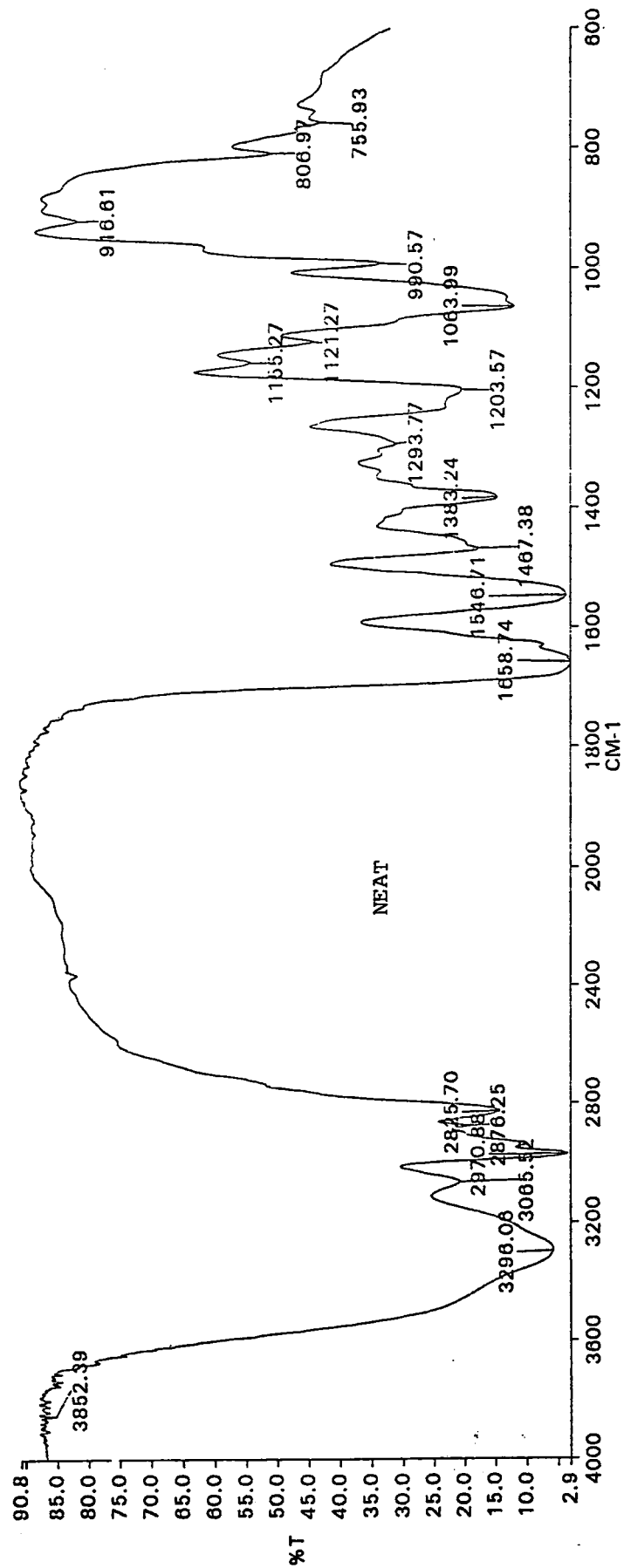
อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 1

ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ เอ็น - (ไคเอทิลอะมิโนเมทิล)

อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ (ก่อนการกลั่น) ดังแสดงในรูป 4.1 พบชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญดังตาราง 4.1

ตาราง 4.1 แสดงเลขคลื่น เปอเซนต์การผ่านของแสง และชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 ก่อนทําให้บริสุทธิ์

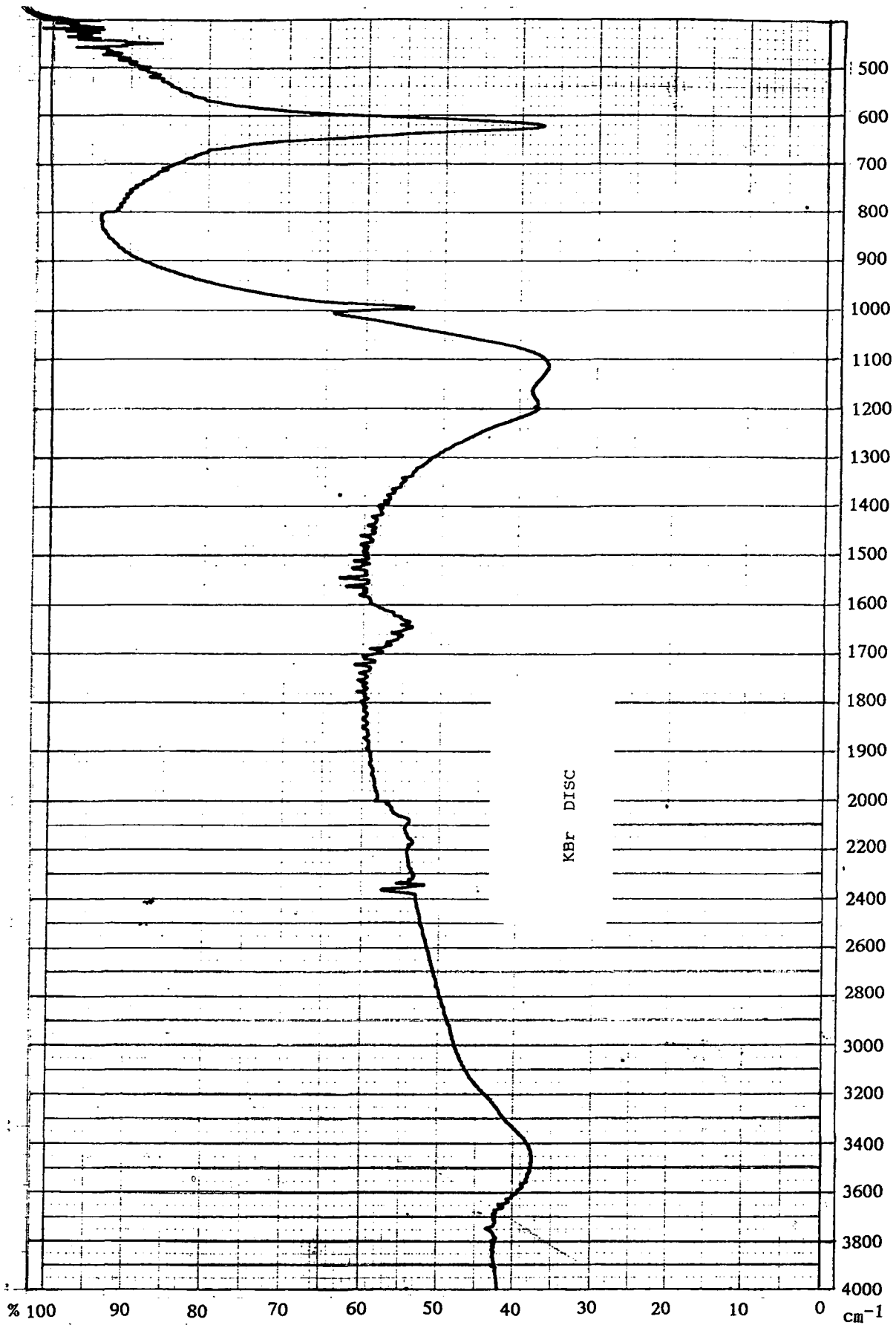
ความยาวคลื่น ซม ⁻¹	เปอร์เซนต์การ ผ่านของแสง	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
3296.06	5	N-H stretching (associated 2nd amide)	มักพบว่ามีหลายสัญญาณ
3065.52	20	C-H stretching (R-CH=CH ₂)	พบใน condensed phase สัญญาณเอไมด์ I มีความถี่ลดลงเนื่องจาก เกิด association
1658.74	3	C=O stretching AMIDE I (associated 2nd amide)	สัญญาณแหลม มีความเข้ม ต่างๆกัน สำหรับสารที่ โซ่ตำแหน่งมักคงที่



รูป 4.1 แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ จากวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 1 (เลขคลื่น 4000-600 ซม⁻¹ จำนวนสแกน 16 ครั้ง และเครื่องตรวจวัดชนิดคิวทีเรต ไตรโกลซิน ซัลเฟต)

ความยาวคลื่น cm ⁻¹	เปอร์เซ็นต์การ ผ่านของแสง	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
1640.00	7	C=C stretching (R-CH=CH ₂)	
1546.72	3	N-H in-plane deformation AMIDE II (associated 2nd amide)	
1205.57	20	CN stretching & N-H deformation AMIDE II (associated 2nd amide)	
990.57	40	C-H deformation	
916.61	80	(out of plane) (R-CH=CH ₂)	
~700	70	N-H out of plane	ค่อนข้างเข้มแต่กว้าง

เมื่อหมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มาทำการกลั่นมีสารถูกกลั่นออกมาที่อุณหภูมิ 50 °C ปริมาณ 162 ก. (69 % ของสารที่นำมากลั่น) ส่วนที่เหลือเกิดการสลายตัว (Degradation) จากนั้นนำส่วนที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ได้สเปกตรัมดังรูป 4.2 พบว่าสารที่ได้จากการกลั่นที่อุณหภูมิ 50 °C ไม่ใช่เอ็น-(โตะเอทิลอะมิโนเมทิล)



รูป 4.2 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของสารที่ได้จากการกลั่นที่ 50 °ซ ของมอนอเมอร์
 ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 (เลขคลื่น 4000-400 ซม⁻¹ จำนวนสแกน 4 ครั้ง
 และเครื่องตรวจวัดชนิดเทอโมคัปเปิลชนิดสูญญากาศ)

อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ แต่ข้อมูลไม่เพียงพอที่จะสรุปได้ว่าเป็นสารชนิดใด ส่วนมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้สลายตัวไปก่อนที่อุณหภูมิในการกลั่นจะขึ้นถึงอุณหภูมิที่เป็นจุดเดือดของเอ็น-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์

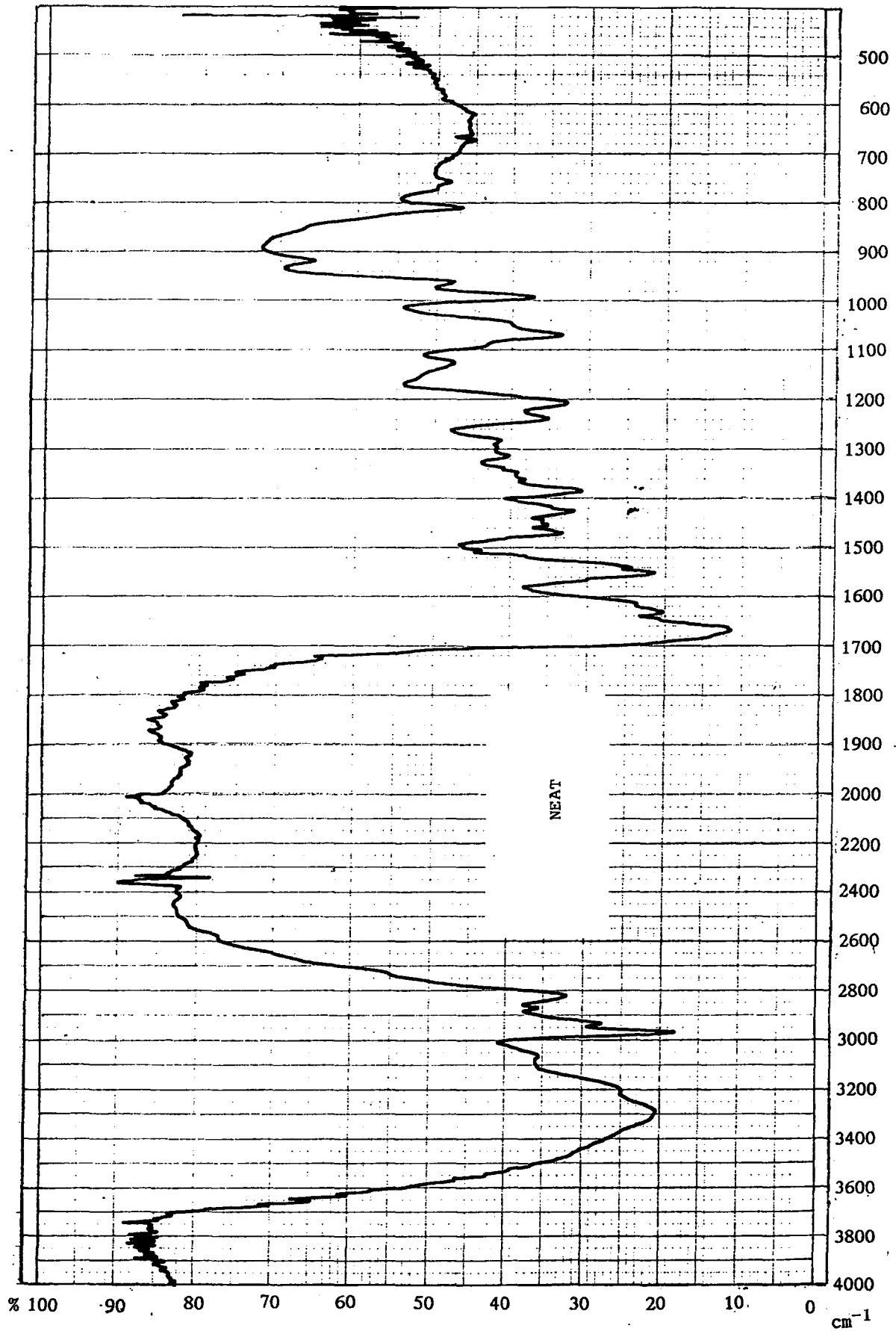
4.2 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของเอ็น - (ไคเอทิลอะมิโนเมทิล)

อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 2

เอ็น-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ ที่สังเคราะห์ได้ (ก่อนการกลั่น) มีอินฟราเรดสเปกตรัมดังรูป 4.3 พบชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญดังตาราง 4.2

ตาราง 4.2 แสดงเลขคลื่น เปรอเซนตการผ่านของแสง และชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 2 ก่อนทำให้บริสุทธิ์

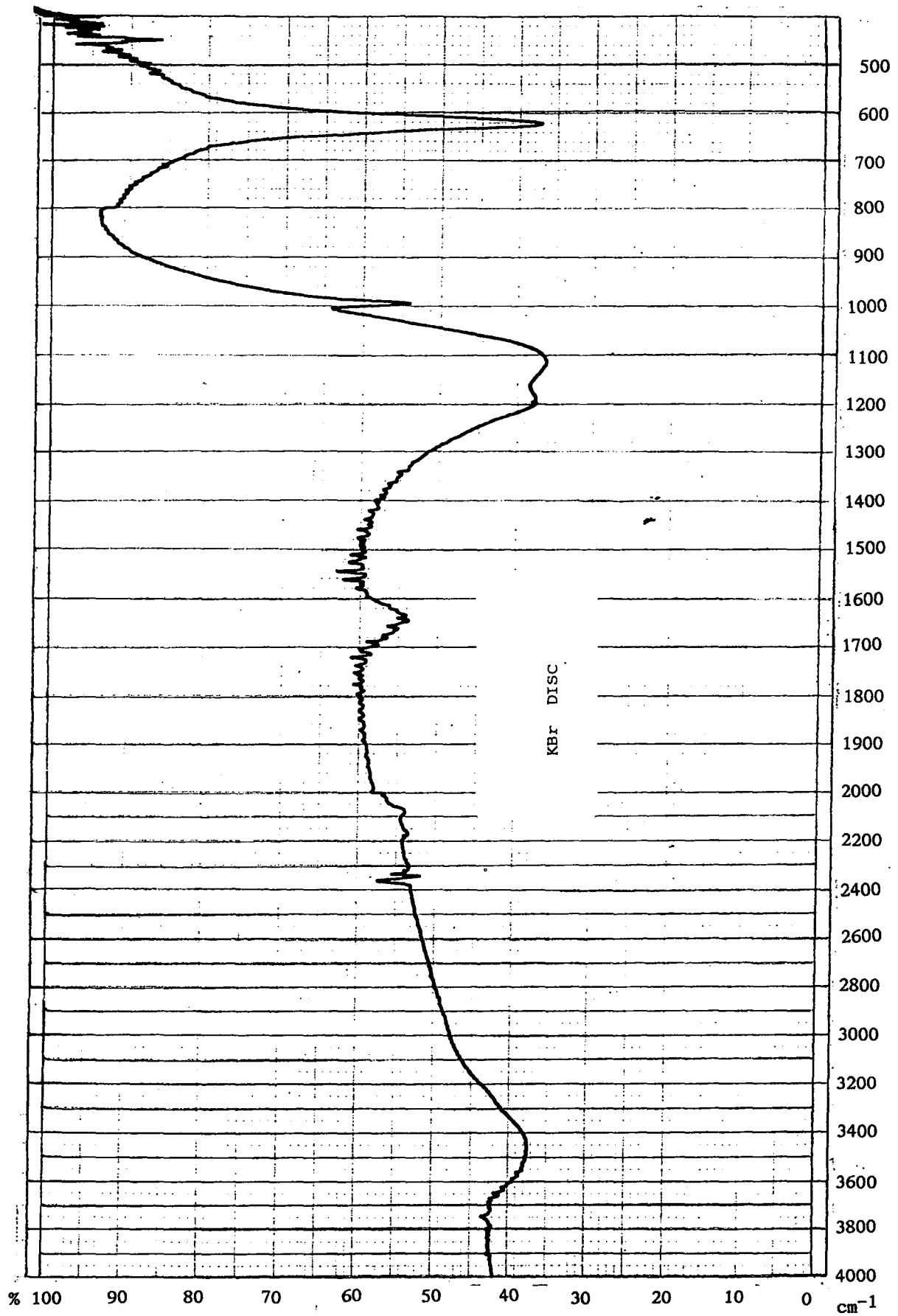
ความยาวคลื่น cm ⁻¹	เปอร์เซนตการ ผ่านของแสง	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
3300	20	N-H stretching (associated 2nd amide)	มักพบว่ามีหลายสัญญาณ
3060	25	C-H stretching (R-CH=CH ₂)	พบใน condensed phase สัญญาณเอไมด์ I มีความถี่ลดลงเนื่องจากเกิด association
1670	11	C=O stretching AMIDE I (associated 2nd amide)	สัญญาณแหลม มีความเข้มต่างกัน สำหรับสารที่โชนตำแหน่งมักคงที่



รูป 4.3 แสดงอินฟราเรด สเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 2 (เลขคลื่น 4000-400 cm^{-1} จำนวนสแกน 4 ครั้ง และเครื่องตรวจวัดชนิดเทอโมคัปเปิลชนิดสุญญากาศ)

ความยาวคลื่น cm ⁻¹	เปอร์เซ็นต์การ ผ่านของแสง	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
1550	20	C=C stretching (R-CH=CH ₂)	
1205	21	N-H in-plane deformation AMIDE II (associated 2nd amide)	
1205	33	CN stretching & N-H deformation AMIDE II (associated 2nd amide)	
995	37	C-H deformation	
910	65	(out of plane) (R-CH=CH ₂)	
~700	45	N-H out of plane	ค่อนข้างเข้มแต่กว้าง

เมื่อนำมอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มากล้นพบว่าจะมีสารถูกกลั่นออกมาที่อุณหภูมิ 50°C ปริมาณ 57 ก. (42.5 % ของสารที่นำมากลั่น) ส่วนที่เหลือเกิดการสลายตัว (Degradation) สารที่กลั่นได้เมื่อนำมาตั้งทิ้งไว้ประมาณ 24 ชั่วโมงเกิดการตกผลึก นำผลึกที่ได้มาทำหับริสุทซ์ ด้วยการตกผลึกอีกครั้ง (Recrystallisation) โดยใช้สารละลายผสมของน้ำกับเอทานอล



รูป 4.4 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของสารที่ได้จากการกลั่นที่ 50°C ของมอนอเมอร์
 ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 2 (เลขคลื่น 4000-400 ซม.⁻¹ จำนวนสแกน 4 ครั้ง และ
 เครื่องตรวจวัดชนิดเทอ โมคัปเปิลชนิดสุญญากาศ)

จากนั้นนำผลึกที่ได้มาตรวจสอบด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ได้สเปกตรัมดังรูป 4.4 พบว่าสารที่ได้จากการกลั่นที่อุณหภูมิ 50 °C ไม่ใช่ เอ็น-(โตะเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ และข้อมูลไม่เพียงพอที่จะสรุปได้ว่าเป็นสารชนิดใด ส่วนมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้สลายตัวไปก่อนที่อุณหภูมิในการกลั่นจะขึ้นถึงอุณหภูมิที่เป็นจุดเดือดของ เอ็น-(โตะเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์

4.3 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของเอ็น - (โตะเอทิลอะมิโนเมทิล)

อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 3

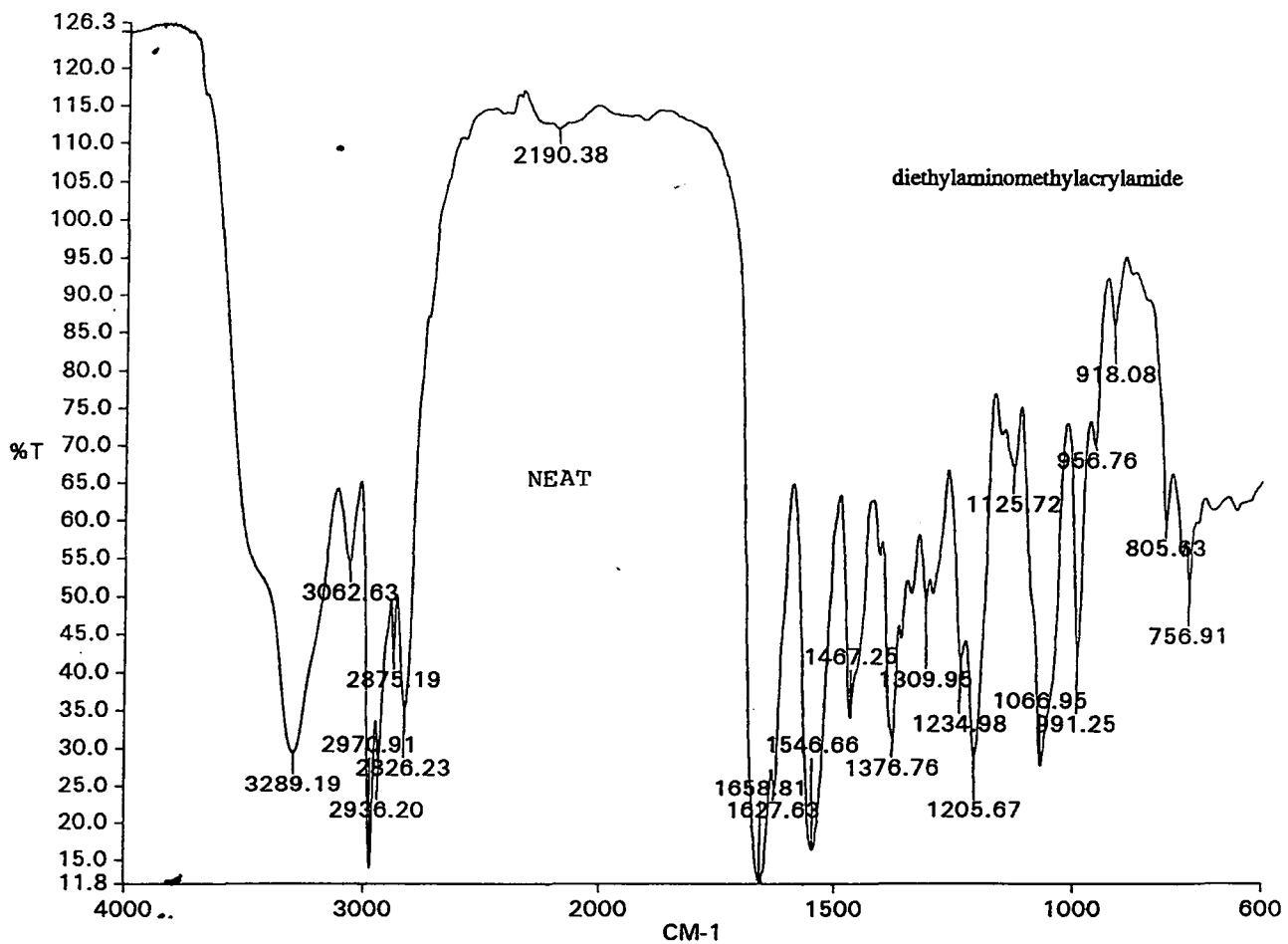
4.3.1 การตรวจสอบหาหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

จากรูป 4.5 ซึ่งเป็นสเปกตรัมจากเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ก่อนทำให้บริสุทธิ์ พบชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญดังตาราง 4.3

ตาราง 4.3 แสดงเลขคลื่น เปอเซนต์การผ่านของแสง และชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 3 ก่อนทำให้บริสุทธิ์

ความยาวคลื่น cm ⁻¹	เปอร์เซนต์การ ผ่านของแสง	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
3289.19	30	N-H stretching (associated 2nd amide)	มักพบว่ามีหลายสัญญาณ
3060.81	54	C-H stretching (R-CH=CH ₂)	พบใน condensed phase สัญญาณเอไมด์ I มีความถี่ลดลงเนื่องจาก เกิด association

ความยาวคลื่น cm ⁻¹	เปอร์เซ็นต์การ ผ่านของแสง	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
1658.81	12	C=O stretching AMIDE I (associated 2nd amide)	สัญญาณแหลม มีความเข้ม ต่างกัน สำหรับสารที่ ไร้น้ำหนักคงที่
1640.00	30	C=C stretching (R-CH=CH ₂)	
1546.66	18	N-H in-plane deformation AMIDE II (associated 2nd amide)	
1205.67	30	CN stretching & N-H deformation AMIDE II (associated 2nd amide)	
991.25	45	C-H deformation	
918.08	95	(out of plane) (R-CH=CH ₂)	
~700	70	N-H out of plane	ค่อนข้างเข้มแต่กว้าง



รูป 4.5 แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 3 (เลขคลื่น 4000-600 cm^{-1} จำนวนสแกน 16 ครั้ง และเครื่องตรวจวัดชนิดคิวทีเรต ไตรโกลซิน ซัลเฟต)

หลังจากนั้นนำมอนอเมอร์มาทำให้บริสุทธิ์โดยการกลั่นแบบสูญญากาศพบว่า เอ็น-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล)อะคริลาไมด์มอนอเมอร์กลั่นได้ที่อุณหภูมิ 130 °C (ไม่สามารถวัดความดันบรรยากาศในการกลั่นได้เนื่องจากไม่มีอุปกรณ์) ปริมาณที่ได้ (% Yield) เท่ากับ 57.6 % ซึ่งเป็นปริมาณที่ค่อนข้างต่ำ ทั้งนี้เนื่องจาก

ก. ในการสังเคราะห์เอ็น-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล)อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ มีผลิตภัณฑ์พลอยได้เกิดขึ้น ส่งผลให้ปริมาณมอนอเมอร์ที่เกิดขึ้นมีค่าน้อย

ข. ในขั้นตอนการกลั่นแบบสูญญากาศ เพื่อแยกเอ็น - (ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ออกจากผลิตภัณฑ์พลอยได้ ความร้อนที่ใช้ในการกลั่นก่อให้เกิดการสลายตัว (Degradation) ของมอนอเมอร์ส่งผลให้เอ็น-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่เกิดขึ้นลดลง

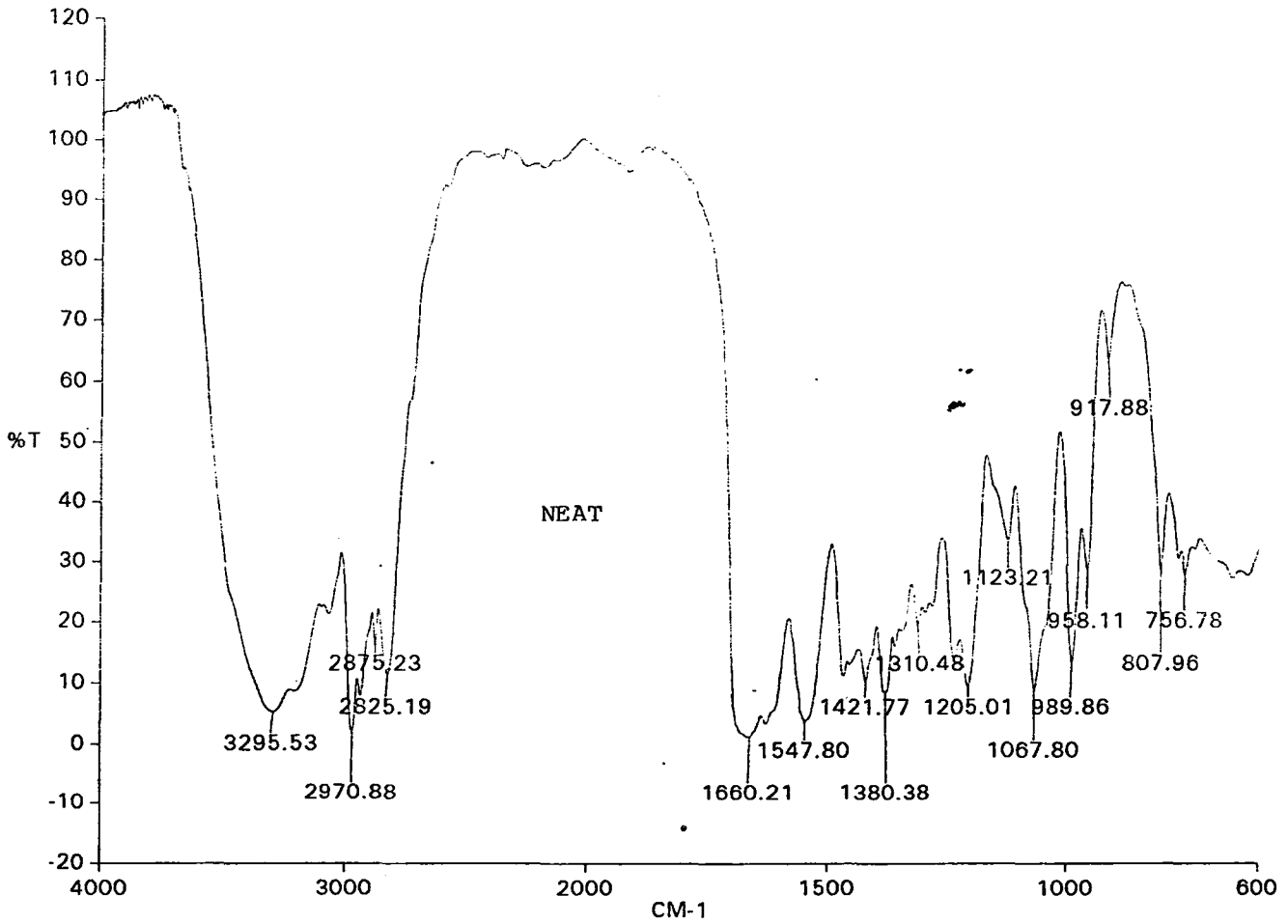
ค. ปิ้มที่ใช้เพื่อทำให้เกิดในระบบการกลั่นไม่ดีพอ

จากรูป 4.6 ซึ่งเป็นสเปกตรัมของของเอ็น-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์บริสุทธิ์ พบชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญดังตาราง 4.4

ตาราง 4.4 แสดงเลขคลื่น เปรอเซนต์การผ่านของแสง และชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 3 ที่ทำให้บริสุทธิ์

ความยาวคลื่น cm ⁻¹	เปอร์เซนต์การ ผ่านของแสง	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
3295.85	5	N-H stretching (associated 2nd amide)	มักพบว่ามีหลายสัญญาณ
3080.00	20	C-H stretching (R-CH=CH ₂)	พบใน condensed phase สัญญาณเอไมด์ I มีความถี่ลดลงเนื่องจาก เกิด association

ความยาวคลื่น cm ⁻¹	เปอร์เซ็นต์การ ผ่านของแสง	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
1660.21	3	C=O stretching AMIDE I (associated 2nd amide)	สัญญาณแหลม มีความเข้ม ต่างกัน สำหรับสารที่ โซ่ตำแหน่งมักคงที่
1640.00	4	C=C stretching (R-CH=CH ₂)	
1547.80	8	N-H in-plane deformation AMIDE II (associated 2nd amide)	
1205.01	10	CN stretching & N-H deformation AMIDE II (associated 2nd amide)	
989.86	15	C-H deformation	
917.88	70	(out of plane) (R-CH=CH ₂)	
~700	30	N-H out of plane	ค่อนข้างเข้มแต่กว้าง



รูป 4.6 แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกตรัม ของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ จากวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 2 ซึ่งทำให้บริสุทธิ์แล้ว (เลขคลื่น 4000-600 cm^{-1} จำนวนสแกน 16 ครั้ง และเครื่องตรวจวัดชนิดดิฟเฟอเรนเชียล ไตรโกลซัน ซัลเฟต)

เมื่อเปรียบเทียบสเปกตรัมในรูป 4.5 กับ 4.6 มีความแตกต่างกันน้อยมาก
 ดังนั้นวิธีการสังเคราะห์วิธีที่ 3 เป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ เอ็น-(1-เอทิลอะมิโน
 เมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์

4.3.2 การตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีโดยเทคนิค นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโตรสโกปี

จากการวิเคราะห์มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค NMR เพื่อหาสูตรโครงสร้าง
 ของสารของสารด้วยเครื่อง NMR ที่มีความเข้มของสนามแม่เหล็ก 300 เมกกะเฮิรท์ได้
 สเปกตรัมดังรูป 4.7 พบว่าสัญญาณที่เกิดที่ตำแหน่งต่างๆ แสดงดังตาราง 4.5

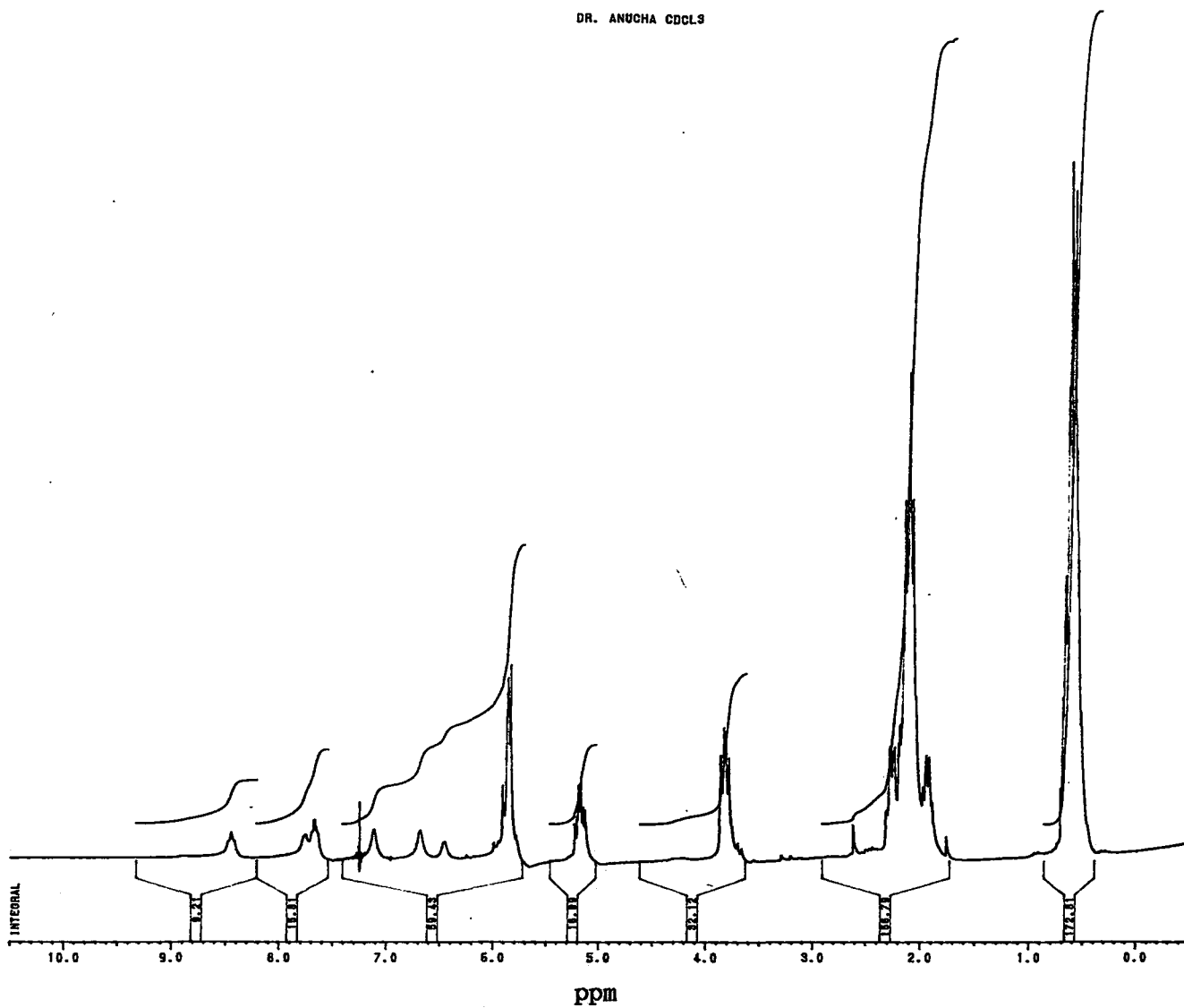
ตาราง 4.5 แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ ชนิดของไฮโดรเจน ความสูงของอินทิกรัล
 ที่พบใน H-NMR สเปกตรัม

ความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ (ppm)	ชนิดของไฮโดรเจน	ความสูงของอินทิกรัล (cm)
0.6	CH ₃ -	24.0
2.1	-CH ₂ -	23.0
3.8	-N-CH ₂ -N-	4.0
5.2	CH ₂ =	2.5
5.9	=CH-	5.0
6-9	N-H	

จากการวิเคราะห์ความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ของอะตอมไฮโดรเจน พบว่ามอนอเมอร์
 ที่สังเคราะห์ได้ มีอะตอมไฮโดรเจนทั้งหมด 6 ชนิด ดังนี้

1. ไฮโดรเจนอะตอมที่อยู่ในหมู่เมทิล
2. ไฮโดรเจนอะตอมที่อยู่ในหมู่เมทิลีนชนิดอิมตัว

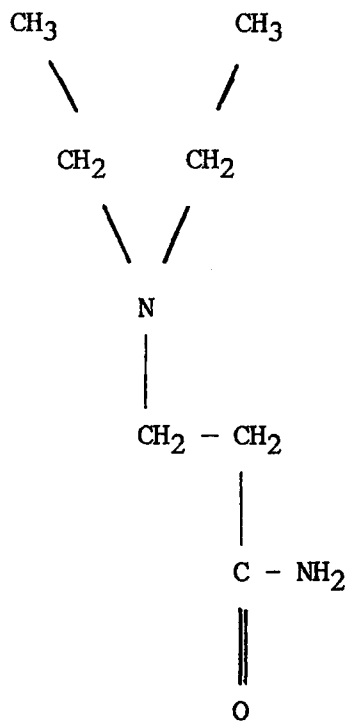
DR. ANUCHA CDCL3



รูป 4.7 แสดง $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์
วิธีที่ 3 (External Standard : CDCl_3 , ตัวทำละลาย : CDCl_3 , จำนวนสแกน
16 ครั้ง)

3. ไซโตรเจนอะตอมที่อยู่ในหมู่เมทิลีนที่อยู่ระหว่างอะตอมไนโตรเจน
4. ไซโตรเจนอะตอมที่อยู่ในหมู่เมทิลีนชนิดไม่อิ่มตัว
5. ไซโตรเจนอะตอมที่อยู่ในหมู่มีโทด
6. ไซโตรเจนอะตอมที่อยู่ในหมู่เอไมด์

ซึ่งอะตอมไนโตรเจนทั้ง 6 ชนิด พบในเอ็น-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ แต่จากอัตราส่วนของอินทิกรัลซึ่งเท่ากับ 12 : 12 : 2 : 1 : 2 (CH_3 : CH_2 : $-\text{N}-\text{CH}_2-\text{N}-$: $\text{CH}_2=$: $=\text{CH}-$) มีค่ามากกว่าที่ควรจะพบใน เอ็น - (ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ซึ่งเท่ากับ 6 : 4 : 2 : 1 : 2 แสดงว่ามอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ไม่บริสุทธิ์ มีสิ่งเจือปน โดยสิ่งเจือปนนี้อาจเป็นเบตา-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาการเติมของไคเอทิลเอมีนลงบนหมู่เอทิลีนของอะคริลาไมด์



เบตา-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์

จากการวิเคราะห์วิเคราะห์เอ็น-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิค NMR ด้วยอาศัยหลักการเกิดเรโซแนนซ์ของอะตอมคาร์บอน-13 ได้สเปกตรัมดังรูป 4.8 พบว่าสัญญาณเกิดที่ตำแหน่งต่างๆ แสดงดังตาราง 4.5

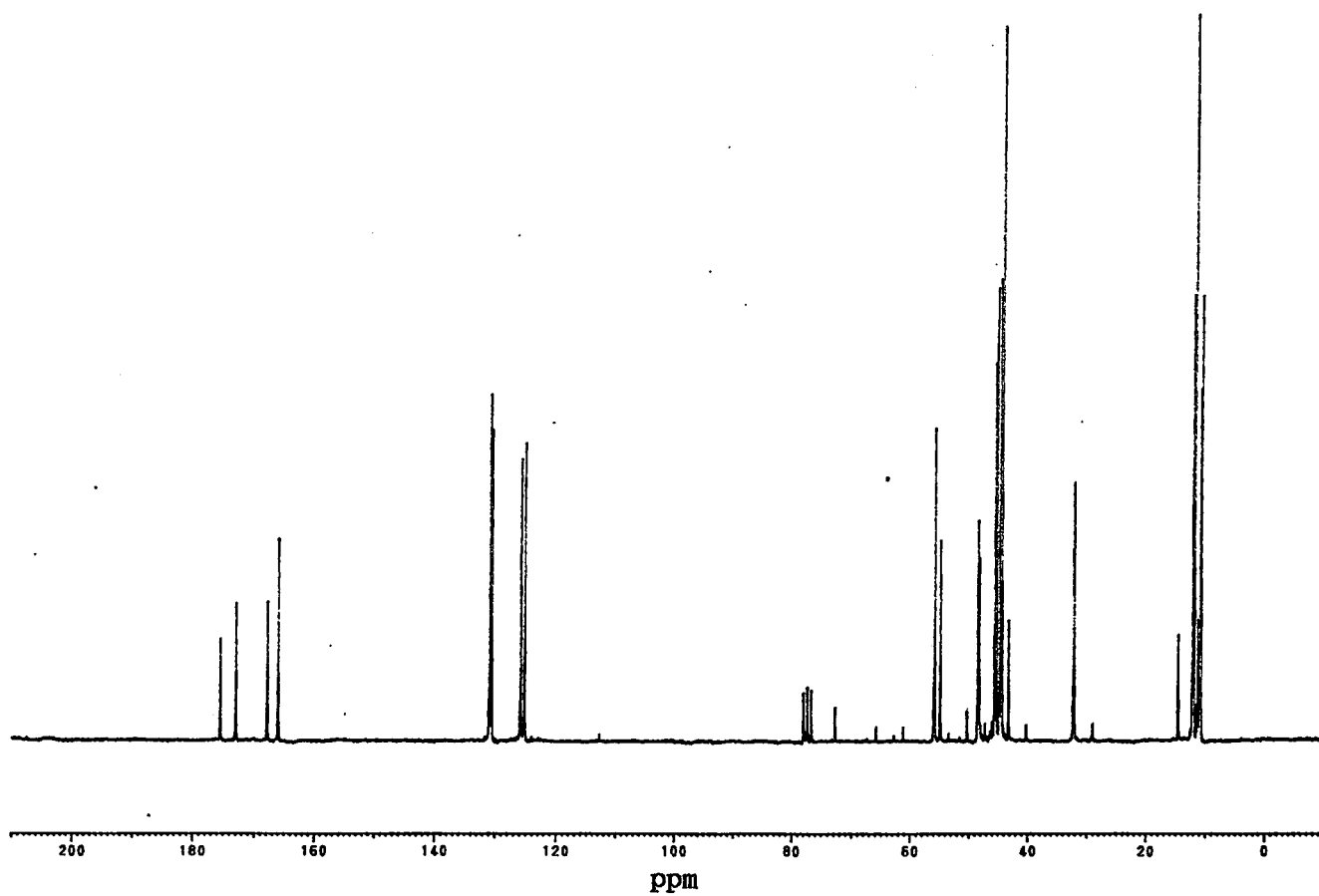
ตาราง 4.6 แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ ชนิดของไฮโดรเจน ความสูงของอินทกักรัลที่พบใน C^{13} -NMR สเปกตรัม

ความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ (ppm)	ชนิดของคาร์บอน	หมายเหตุ
11-13	CH_3-	พีคของ $CDCl_3$
30-50	$-CH_2-$	
77-79	-	
125-126	$CH_2=$	
131-132	$=CH-$	
155-176	$C=O$	

จากการวิเคราะห์ความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ของอะตอมคาร์บอน-13 พบว่ามอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ มีอะตอมคาร์บอนทั้งหมด 6 ชนิด ดังนี้

1. คาร์บอนอะตอมชนิดหมู่คาร์บอนิล
2. คาร์บอนอะตอมชนิดหมู่เมทิลีนชนิดไม่อิ่มตัว
3. คาร์บอนอะตอมชนิดหมู่มีโซ
4. คาร์บอนอะตอมชนิดหมู่เมทิล
5. คาร์บอนอะตอมชนิดหมู่เมทิลีนชนิดอิ่มตัว

อะตอมคาร์บอนทั้ง 5 ชนิดเป็นคาร์บอนอะตอมซึ่งพบในเอ็น-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ แต่จากลักษณะของสัญญาณ พบว่ามีจำนวนสัญญาณมากกว่าที่ควรจะมีในเอ็น-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ แสดงว่ามอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ไม่บริสุทธิ์ มีสิ่งเจือปน แต่อย่างไรก็ตามยังไม่สามารถสรุปสูตรโครงสร้างเคมีของสิ่งเจือปนได้อย่างแน่นอน



รูป 4.8 แสดง ¹³C-NMR สเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์
วิธีที่ 3 (ExternalStandard : CDCl₃ , ตัวทำละลาย : CDCl₃ , จำนวนสแกน
16 ครั้ง)

4.3.3 การตรวจสอบโดยเทคนิคอุลตราไวโอเลตสเปกโตรสโคปี

จากรูป 4.9 แสดง UV สเปกตรัมพบว่าเฮ็น-(ไบเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ซึ่งเจือจางด้วยอะซิโตนในอัตราที่มีความเข้มข้น 0.0065 ก./100 มล.

จะมีการดูดกลืนแสง UV ที่ความยาวคลื่น 399.5 นาโนเมตร (ดูรูป 4.10) โดยมีค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) เท่ากับ 0.0405 และที่ความยาวคลื่น 219 นาโนเมตรมีค่าการดูดกลืนแสง เท่ากับ 1.7216

คำนวณหาค่าโมลา แอมพอติวิตี (ϵ) จากสูตร

$$\epsilon = A / bc$$

เมื่อ ϵ = โมลา แอมพอติวิตี

A = ค่าการดูดกลืนแสง

b = ความหนาของสารละลาย (ซม.)

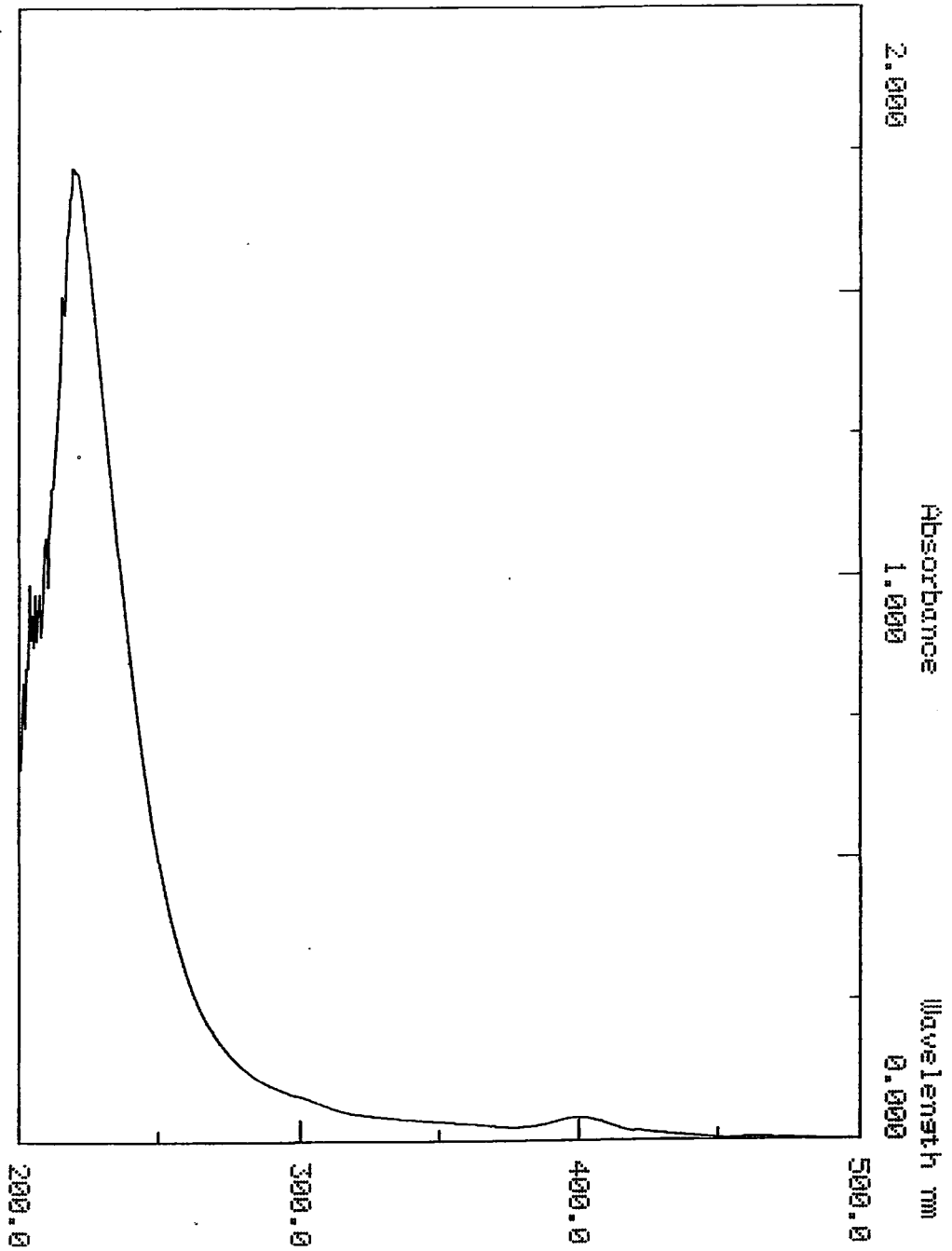
c = ความเข้มข้นของสารละลายในหน่วย โมลต่อลิตร

ที่ความยาวคลื่น 399.5 นาโนเมตรพบว่าค่าโมลา แอมพอติวิตีเท่ากับ 4131.84

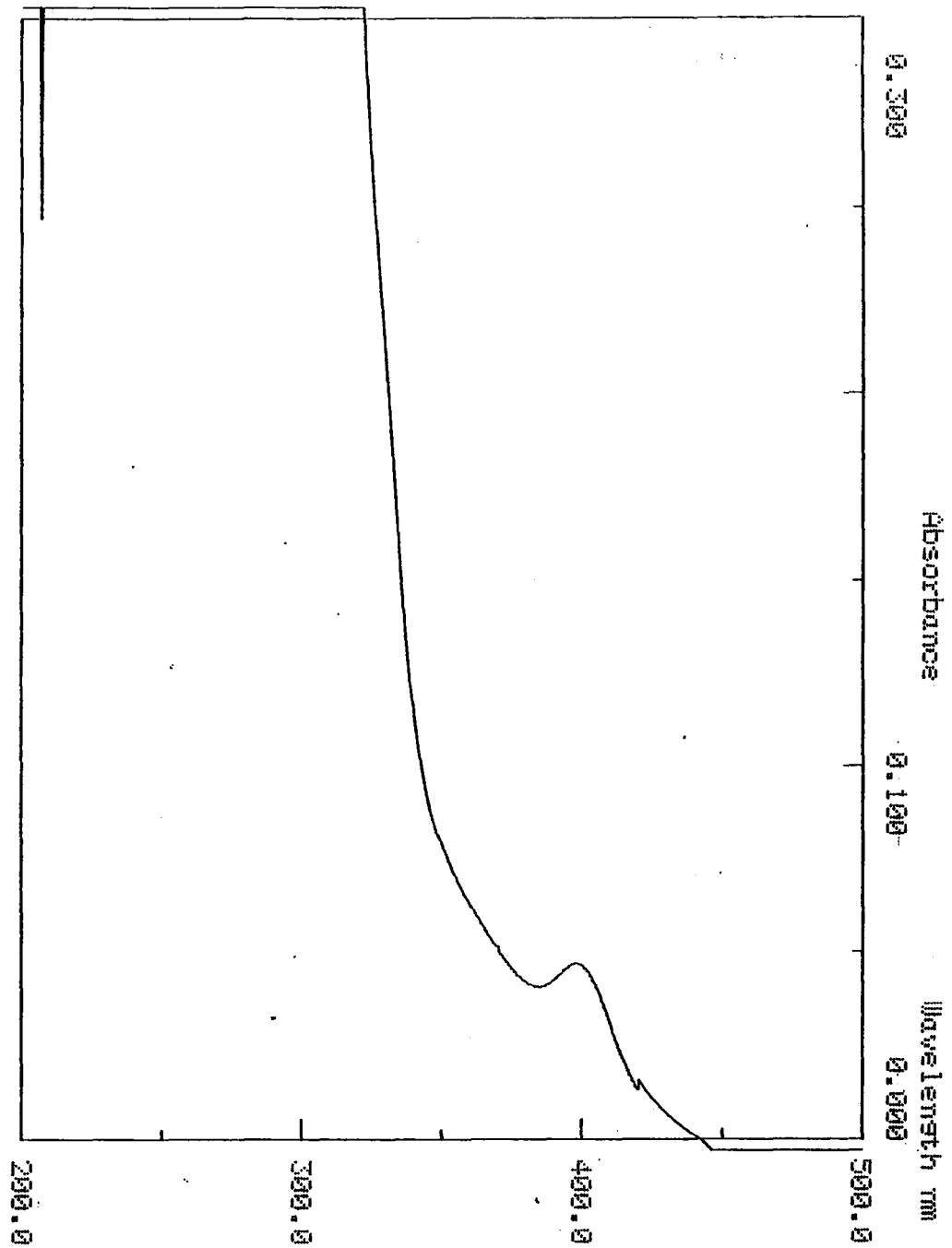
ที่ความยาวคลื่น 219.0 นาโนเมตรพบว่าค่าโมลา แอมพอติวิตีเท่ากับ 97.2

ตาราง 4.7 แสดงชนิดของการทรานซิชัน ความยาวคลื่น และโมลา แอมพอติวิตีที่พบใน UV สเปกตรัม

ชนิดของการทรานซิชัน	ความยาวคลื่นตามทฤษฎี	ความยาวคลื่นที่วัดได้	ค่า ϵ ตามทฤษฎี	ค่า ϵ ที่วัดได้
$n \rightarrow \pi^*$	มากกว่า 300	399.5	10-100	97.2
$\pi \rightarrow \pi^*$	200-250	219.5	1,000-10,000	4131.84



รูป 4.9 แสดง UV สเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 3
(ตัวทำละลาย : อะซิโตไนไตรท์)



รูป 4.10 แสดง UV สเปกตรัมของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 3
(เพิ่มความเข้มข้นของสารตัวอย่าง, ตัวทำละลาย: อะซิโตไนไตรท์)

เนื่องจากเอ็น-(โตะเอทีลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ประกอบด้วยระบบ
ไพ และอิเล็กตรอนไม่ก่อกันระจึงมีการทรานซิชัน 2 แบบที่เกิดจากการดูดกลืนแสง UV ได้แก่
 $n \rightarrow \pi^*$ และ $\pi \rightarrow \pi^*$ ซึ่งสเปคตรัม UV ของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ปรากฏทรานซิชัน 2 แบบ
ตามทฤษฎี

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

ส่วนที่ 1 สรุปผลการทดลอง

โครงการพิเศษนี้เป็นการศึกษา การสังเคราะห์ วิเคราะห์ และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของไวตามินเอเมอร์ที่ในโตรเจนอะตอมอยู่ในโมเลกุล สรุปผลการศึกษาได้ดังนี้

5.1 การสังเคราะห์ เอ็น-(โคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์

วิธีการสังเคราะห์ เอ็น-(โคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่ได้ผลดีที่สุดจากวิธีที่ใช้ในการสังเคราะห์ทั้งหมด ได้แก่ วิธีที่ใช้อะคริลาไมด์ โคเอทิลเอมีน และพาราฟอร์มาลดีไฮด์เป็นสารตั้งต้น คาร์บอนเตตระคลอไรด์เป็นตัวทำละลายทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และนำมาทำให้บริสุทธิ์โดยการกลั่นแบบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 130 °C

5.2 การวิเคราะห์และตรวจสอบเอ็น-(โคเอทิลอะมิโนเมทิล)อะคริลาไมด์ที่สังเคราะห์ได้

ก. ปริมาณมอนอเมอร์ที่เกิดขึ้นประมาณ 57.6 % เนื่องจากการเกิดผลิตภัณฑ์พลอยได้และการสลายตัวเนื่องจากการกลั่นแบบสูญญากาศ จึงทำให้ปริมาณมอนอเมอร์ที่เกิดขึ้นได้ปริมาณน้อย

ข. การวิเคราะห์หาหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะจากสเปกตรัมของมอนอเมอร์ โดยใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ สามารถเห็นชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญคือ หมู่อะมิโนของอะคริลาไมด์ที่เลขคลื่น 3295.53 cm^{-1} หมู่คาร์บอนิล(เอไมด์ I) ที่เลขคลื่น 1660.21 cm^{-1} สี่ัญญาณเอไมด์ II ที่เลขคลื่น 1547.80 cm^{-1} และ 1205.01 cm^{-1}

ค. การวิเคราะห์จากสเปกตรัมของมอนอเมอร์ โดยใช้เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ พบ δ_H (CDC_{13}) 6.68-8.45 [1H,m(maxima ที่ 6.68,7.12,7.12,7.25,7.67,8.45)] , 5.84-5.87 [6H,m(maxima ที่ 5.84,5.86,5.87)] , 5.13-5.23 [4H,m(maxima ที่ 5.13,5.14,5.17,5.19,5.20,5.23)] , 3.79 - 3.86 [2H , m(maxima ที่ 3.79,3.82,3.83,3.86)] , 1.89-2.62 [1H,

δ (maxima ที่ 1.89, 1.92, 1.95, 1.98, 2.00, 2.05, 2.08, 2.10, 2.12, 2.13, 2.14, 2.15, 2.16, 2.19, 2.20, 2.24, 2.25, 2.28, 2.31, 2.62)] , 0.52 – 0.71 [2H, m (maxima ที่ 0.52, 0.56, 0.57, 0.58, 0.61, 0.62, 0.64, 0.66, 0.67, 0.68, 0.69, 0.71)] ; δ_C (CDCl₃) [166.13, 167.90, 173.06, 175.56(C=O)] , [130.67, 130.97(CH₂, =CH-)] , [125.33, 125.94(CH₂=CH-)] , [32.32, 32.38, 43.36, 44.51, 44.68, 45.50, 45.78, 48.39, 48.63, 55.00, 56.00(HN-CH₂-N)] , [10.92, 11.07, 11.40, 11.53, 11.70, 12.07, 12.30, 14.68(CH₃-CH₂)] โดยคาดว่าผลิตภัณฑ์หลักที่ผลอยได้ชนิดหนึ่งได้แก่ เบต้า-(ไคเอทิลอะมิโน) อะคริลาไมด์ ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยาการเติมไคเอทิลเอมีนลงบนหมู่เอทิลีนบนอะคริลาไมด์เป็นเชิงซ้อน

ง. การวิเคราะห์จากสเปกตรัมของมอนอเมอร์ โดยยี่ห้อเครื่องอุตสาหกรรมไอโวลูตสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ พบทรานซิชันแบบ $n \rightarrow \pi^*$ ที่ความยาวคลื่น 399.5 นาโนเมตร ($\epsilon_{\max} = 97.2$) และทรานซิชันแบบ $\pi \rightarrow \pi^*$ ที่ความยาวคลื่น 219 นาโนเมตร ($\epsilon_{\max} = 4131.84$)

ส่วนที่ 2 ข้อเสนอแนะ

เป็นการเสนอแนะสำหรับผู้สนใจจากทางการศึกษานเรื่องต่างๆ ดังต่อไปนี้

5.3 การหาวิธีการทำให้มอนอเมอร์ที่เตรียมได้บริสุทธิ์

ในโครงการพิเศษนี้ไม่สามารถหาวิธีการทำให้ เอ็น-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ที่เตรียมได้บริสุทธิ์ จึงไม่สามารถตรวจสอบคุณสมบัติเฉพาะของมอนอเมอร์ได้ไม่เพียงพอ จึงควรหาวิธีการทำให้มอนอเมอร์ที่เตรียมได้บริสุทธิ์ เช่น โดยการกลั่นลำดับส่วน (Fractionation Distillation) โดยเทคนิคโครมาโตกราฟีแบบคอลัมน์ (Column Chromatography)

5.4 การศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อปฏิกิริยาแมนนิระหว่างอะคริลาไมด์ ไคเอทิลเอมีน และ พาราฟอร์มัลดีไฮด์

ในโครงการพิเศษนี้เตรียม เอ็น(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล)อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ จากอะคริลาไมด์ ไคเอทิลเอมีน และ พาราฟอร์มัลดีไฮด์ เพียงอัตราส่วนเดียว จึงควรศึกษาถึงอัตราส่วนระหว่าง อะคริลาไมด์ ไคเอทิลเอมีน และ พาราฟอร์มัลดีไฮด์ ที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์มอนอเมอร์

5.5 การศึกษาถึงสภาวะต่างๆที่มีผลต่อปฏิกิริยาแมนนิ

ในโครงการพิเศษนี้เตรียม เอ็น-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล)อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ จากสภาวะการทดลองเพียงสภาวะเดียว จึงควรศึกษาถึงสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์มอนอเมอร์เพิ่มเติม เช่น อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา

5.6 การศึกษาถึงการทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์เชนซ์ของมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้

ในโครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาถึงวิธีการเตรียม เอ็น-(ไคเอทิลอะมิโนเมทิล) อะคริลาไมด์ มอนอเมอร์ ซึ่งสามารถใช้เตรียมพอลิเมอร์ที่มีสมบัติดูดยึดน้ำได้ จึงควรศึกษาถึงวิธีการเตรียมพอลิเมอร์จากมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ และทำการตรวจสอบคุณสมบัติเฉพาะ

ภาคผนวก

ภาคผนวก

คุณสมบัติของสารที่ใช้ในโรงงาน

1. อะครีลาไมด์ (acrylamide)

สูตรโมเลกุล ($\text{CH}_2\text{CHCOONH}_2$) น้ำหนักโมเลกุล 71.08 เป็นผลึกสีขาว คุณสมบัติตามมาตรฐานเป็นดังนี้

- ความบริสุทธิ์	มากกว่า 98 %
- ปริมาณเหล็ก	น้อยกว่า 8.0 มก. /ล.
- ปริมาณความชื้น	น้อยกว่า 1.0
- สี (colour APHA)	น้อยกว่า 30
- pH	4.0 - 6.0
- ปริมาณแอมโมเนียซัลเฟต	น้อยกว่า 0.1%

2. กรดอะคริลิก (acrylic acid)

สูตรโมเลกุล (CH_2CHCOOH) น้ำหนักโมเลกุล 72.06 เป็นของเหลวผลึกสีขาว คุณสมบัติตามมาตรฐานเป็นดังนี้

- ความบริสุทธิ์	มากกว่า 98 %
- ตัวหน่วงปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชัน	140 มก./ล.
- ปริมาณน้ำ (water content - Karl fischer)	0.5 max
- สี (colour APHA)	30 max

3. พาราฟอร์มัลดีไฮด์

เป็นพอลิเมอร์ที่มีพอร์มาลดีไฮด์เป็นมอนอเมอร์ มีสูตรโครงสร้าง $(\text{CH}_2\text{O})_n$ เป็นผลึกสีขาว มีกลิ่นของพอร์มาลดีไฮด์ สามารถละลายในน้ำ โดยจะละลายได้ดีในน้ำร้อน แต่ละลายได้น้อยในน้ำเย็น ไม่ละลายในแอลกอฮอล์และอีเทอร์

4. ไดเอทิลเอมีน

สูตรโมเลกุล $[(C_2H_5)_2NH]$ ประกอบด้วย C 65.68% H 15.16% N 19.15%

น้ำหนักโมเลกุล 73.14 จุดเดือด 55.5 °ซ จุดหลอมเหลว -50 °ซ ความหนาแน่นที่ 20°ซ เท่ากับ

0.7074 ความหนืดที่ 20 °ซ เท่ากับ 1.3864

เอกสารอ้างอิง

1. Rolf C.S.; Encyclopedia of Polymer science and Engineer ,
2 nd ed., PP.169-174, Vol. 1 , USA, 1989.
2. Nelson,L.N.;Encyclopedia of Polymer science and Engineer,
2 nd ed., PP. 730 - 779, Vol 17, USA, 1989.
3. Charles,L.M.;Water Soluble Polymer, 1 st ed., PP. 2 - 22
Plenum Press, New York, 1973.
4. N.M. Bikales ; Water Soluble Polymer , 1 st ed., PP. 27 ,
Plenum Press, New York, 1973.
5. Field,J.R. and Smalley,G.; "Flocculating Agent" US Pat
3,879,333 July 29,1975.
6. R.W.Jonh ; Encyclopedia of Polymer science and Engineer,
2 nd ed., PP. 489 - 504 , Vol 11, USA, 1989.
7. F.F. Blicke ; Organic Reaction , 6th ed., PP. 302 - 341,
Vol 7 , New York , 1957.
8. Edward, F.R. ; Comprehension Organic Synthesis , Vol 2 ,
2 nd ed., PP. 893 - 898 , Pergamon Press , 1993.
9. Charles, J.M. ; US.Pat 4,297,256 Oct. 27 ,1981.
10. M. Bartoli ; B. Sebille ; R. Audebert ; C. Quivoron; Die
Makromolekulare Chemie , PP. 2579 - 2593 , 1975.
11. KIRK-OTHMER Encyclopedia of Chemical Technology ,3 rd ed.,
PP. 489-516 , A Wiley-interscience publication , New York,
1980.
12. George,T.A.;Shreve's Chemical Industries,5 th ed. ,PP.
McGraw Hill Book Company, New York.
13. J.C. Randall ; Encyclopedia of Polymer science and
Engineer, 2 nd ed., PP. 824 - 832, Vol 9, USA, 1989.