



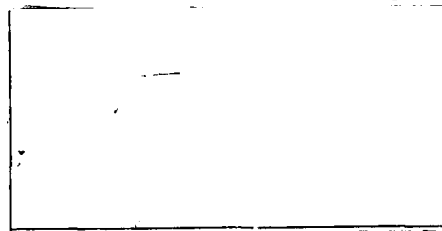
การสังเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมคโครนอเมอร์ที่มีหมู่ไวโนลอยู่  
ที่ปลายสายโซ่

นางสาว นิด รุ่งเรืองพรพงศ์  
นาย นิพนธ์ ต้นไพบูลย์กุล  
นางสาว ศิวะพร พรณัฐวุฒิกุล

ร/น  
๑๕๖๕ ก  
๑๕๓๗

เลขหมู่.....  
เลขทะเบียน.....  
วัน,เดือน,ปี.....

b.12556889



โครงการนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต  
ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

**Synthesis , Analysis and Characterisation of Vinyl Entity Macromonomer**

**Ms. Nid        Rungraungpornpong**

**Mr. Nipon     Tanpaiboonkul**

**Ms. Sivaporn   pornnuttavuttikul**

**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**

**1994**



โครงการพิเศษเรื่อง	การสังเคราะห์ วิเคราะห์ และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของมอนอเมอร์ที่มีหมู่ไวนิลอยู่ที่ปลายสายโซ่	
นักศึกษา	นางสาวนิต	รุ่งเรืองพรพงศ์
	นายนิพนธ์	ตันไพบุลย์กุล
	นางสาวศิวะพร	พรณัฐวุฒิกุล
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร. อนุชา	เอื้อเพิ่มเกียรติ
	ผศ.ดร. มาลีณี	ชัยสุภกิจสินธุ์
ภาควิชา	เคมี	
ปีการศึกษา	พ.ศ. 2537	

### บทคัดย่อ

แมคโครมอนอเมอร์หรือแมคโครเมอร์คือ โอลิโกเมอร์หรือพอลิเมอร์ที่มีหมู่ทำหน้าที่เฉพาะที่ว่องไวสามารถ เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันอยู่ที่ปลายสายโซ่สามารถใช้ประโยชน์เพื่อเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์ที่สามารถควบคุมจำนวนโซ่สาขาและความยาวของสายโซ่สาขา ซึ่งเป็นวิธีที่ได้เปรียบกว่าวิธีอื่น โครงการพิเศษนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์ วิเคราะห์ และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ไวนิลอยู่ที่ปลายสายโซ่ รายละเอียดดังนี้

การศึกษาส่วนที่ 1 ได้ศึกษาวิธีการและสภาวะการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ไวนิลอยู่ที่ปลายสายโซ่โดยวิธีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีจากสารตั้งต้น 3 ประเภท คือ พอลิবিටະໂຄືນ พอลิพรอพิลีน ไกลคอล และโอโอ-บิส(2-อะมิโนพรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล ทำปฏิกิริยากับอะคริโลอิล คลอไรด์ โดยศึกษาทั้งหมด 4 สภาวะ คือ 7 16 24 และ 36 ชั่วโมง ซึ่งใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิด คือ กรดซัลฟูริก 98 % และโซเดียมไฮดรอกไซด์ 33% จากการศึกษาพบว่าสภาวะการสังเคราะห์ที่ดีที่สุดคือ เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง โดยที่ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาไม่แสดงผลที่แตกต่างกัน

การศึกษาส่วนที่ 2 ได้ศึกษาถึงโครงสร้างทางเคมีของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ พบว่า จากการวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง FTIR Spectrophotometer พบหมู่ทำหน้าที่เฉพาะสำคัญคือหมู่คาร์บอนิลที่เลขคลื่น 1730  $\text{cm}^{-1}$  และพันธะคู่ที่เลขคลื่น 1650  $\text{cm}^{-1}$  จากการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีโดยใช้เครื่อง H-NMR C13-NMR พบตำแหน่งของโปรตอนและ

คาร์บอนที่สำคัญคือ  $\delta_H$  5.8-6.1 ppm (โปรตอนที่พบในหมู่เมธิลีนชนิดไม่อิ่มตัว) และ 6.3-6.6 ppm (โปรตอนที่พบในหมู่มีไทด์)  $\delta_C$  116-122 ppm 129 ppm (คาร์บอนที่พบในหมู่มีไทด์) 125 130-133 ppm (คาร์บอนที่พบในหมู่พันธะคู่ โดยจะเกิดแถบ 2 แถบขึ้นคู่กัน) และ 162-170 ppm (คาร์บอนที่พบในหมู่คาร์บอนิล) นอกจากนี้พบว่าแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ในแต่ละสภาวะมีอุณหภูมิกลาสทรานซิชันใกล้เคียงกัน



## กิติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ ดร.อนุชา เอื้อเพิ่มเกียรติ ที่กรุณาให้คำปรึกษาและช่วยเหลือในการดำเนินงานโครงการพิเศษนี้มาตลอด ผศ.ดร. ชีรวัดน์ มงคลอัครวัฒน์ ผศ.ดร. สุนิตย์ สุขสำราญ ผศ.ดร. มาลินี ชัยศุกกิจสินธุ์ คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษที่ช่วยกรุณาแก้ไขข้อผิดพลาดเพื่อให้รายงานฉบับนี้ถูกต้องยิ่งขึ้น คณาจารย์ในภาคเคมีทุกท่านที่ได้ให้คำปรึกษาระหว่างดำเนินงานโครงการพิเศษ

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ศูนย์โลหะและวัสดุแห่งชาติ และพี่สุรีพร ตรีพัฒนา สุวรรณ เจ้าหน้าที่ภาควิชาพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดลที่ความช่วยเหลือในการดำเนินโครงการพิเศษนี้

ขอขอบคุณกองทัพอากาศที่เอื้อเพื่อสารเคมี

สุดท้ายขอกราบขอบพระคุณบิดามารดา รุ่นพี่ รุ่นน้อง เจ้าหน้าที่ภาคเคมีทุกท่าน และเพื่อน ๆ ที่คอยช่วยเหลือให้กำลังใจและสนับสนุนในทุก ๆ ด้านตลอดมา

นอกเหนือจากบุคคลที่กล่าวมาแล้วยังมีบุคคลที่คอยให้ความช่วยเหลือจนโครงการพิเศษนี้สำเร็จลงได้ ทางคณะผู้จัดทำต้องขอขอบคุณไว้ ณ โอกาสนี้ด้วย

นางสาวนิค รุ่งเรืองพรพงศ์

นายนิพนธ์ ต้นไพบูลย์กุล

นางสาวศิวะพร พรณัฐภูมิกุล

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ค
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ณ
สารบัญรูป.....	ด
คำย่อที่ใช้ในโครงการพิเศษ.....	ต
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 โครงการพิเศษ.....	3
1.2 วัตถุประสงค์.....	3
1.3 ขอบเขตการศึกษา.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักเกณฑ์ที่เกี่ยวข้อง.....	4
ส่วนที่1 การสังเคราะห์แมคโครมอโนเมอร์	
2.1 ประวัติการสังเคราะห์แมคโครมอโนเมอร์.....	5
2.2 วิธีการริเริ่มปฏิกิริยา.....	6
2.2.1 ปฏิกิริยาเกิดผ่านตัวกลางประเภทไอออนลบ.....	6
2.2.2 ปฏิกิริยาเกิดผ่านตัวกลางประเภทไอออนบวก.....	9
2.3 วิธีการลดความว่องไวที่ปลายสายโซ่ของปฏิกิริยา.....	16
2.3.1 ปฏิกิริยาเกิดผ่านตัวกลางประเภทไอออนลบ.....	16
2.3.2 ปฏิกิริยาเกิดผ่านตัวกลางประเภทไอออนบวก.....	20
2.3.3 ปฏิกิริยาเกิดผ่านตัวกลางประเภทอนุมูลอิสระ.....	22
2.4 การเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางเคมี.....	28
ส่วนที่2 การสังเคราะห์กราฟท์โคพอลิเมอร์	
2.5 วิธีการเตรียมผ่านสายโซ่หลัก.....	31
2.6 วิธีการเตรียมสายโซ่สาขา.....	36
2.7 วิธีการเตรียมผ่านแมคโครมอโนเมอร์.....	38

## สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 การทดลอง-----	41
3.1 สารเคมีและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง-----	41
3.2 วิธีการทดลอง-----	43
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์-----	50
4.1 การวิเคราะห์และการตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด	
พอลิবিวตะ ไดอีน แมค โครมอนอเมอร์-----	50
4.1.1 เทคนิคฟูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR)-----	50
4.1.2 เทคนิครามานสเปกโตรสโคปี-----	53
4.1.3 เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์(NMR)-----	55
4.1.4 เทคนิคเจลเพอร์มิเอชันโครมาโตกราฟี (GPC)-----	59
4.1.5 เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง แคลอริมิเตอร์(DSC)-----	60
4.1.6 เทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก แอานาไลเซอร์(TGA)-----	62
4.2 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด	
พอลิพรอพิลีน ไกลคอล-----	62
4.2.1 เทคนิคฟูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR)-----	63
4.2.2 เทคนิครามานสเปกโตรสโคปี-----	66
4.2.3 เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์(NMR)-----	68
4.2.4 เทคนิคเจลเพอร์มิเอชันโครมาโตกราฟี (GPC)-----	72
4.2.5 เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง แคลอริมิเตอร์(DSC)-----	73
4.2.6 เทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก แอานาไลเซอร์(TGA)-----	75
4.3 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ เอ็น เอ็น- อะครีโลอิด	
โอ โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล ) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล-----	76
4.3.1 เทคนิคฟูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR)-----	76
4.3.2 เทคนิครามานสเปกโตรสโคปี-----	78
4.3.3 เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์(NMR)-----	80
4.3.4 เทคนิคเจลเพอร์มิเอชันโครมาโตกราฟี (GPC)-----	84
4.3.5 เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง แคลอริมิเตอร์(DSC)-----	85
4.3.6 เทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก แอานาไลเซอร์(TGA)-----	88

## สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
บทที่ 5	สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ-----91
ส่วนที่ 1	สรุปผลการทดลอง
5.1	การศึกษาการสังเคราะห์แมคโครมोनอเมอร์ที่มีหมู่ไวนิล อยู่ที่ปลายสายโซ่-----91
5.2	การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมคโครมोनอเมอร์ ที่มีหมู่ไวนิลอยู่ที่ปลายสายโซ่ที่สังเคราะห์ได้-----91
ส่วนที่ 2	ข้อเสนอแนะ
5.3	การทำให้แมคโครมोनอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ปราศจากน้ำ-----93
5.4	การหาเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นเป็นแมคโครมोनอเมอร์ ที่มีหมู่ไวนิลอยู่ที่ปลายสายโซ่-----93
5.5	การทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของแมคโครมोनอเมอร์กับ สไตรีนมอนอเมอร์-----93
ภาคผนวก ก	-----96
ภาคผนวก ข	-----119
ภาคผนวก ค	-----138
ภาคผนวก ง	-----185
ภาคผนวก จ	-----210
ภาคผนวก ฉ	-----226
ภาคผนวก ช	-----236
เอกสารอ้างอิง	-----241

## สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1	แสดงการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์โดยผ่านหมู่ที่ว่องไว ประเภทอียอนลบ-----	14
ตารางที่ 2.2	แสดงการสังเคราะห์พอลิเตตระไฮโดรฟิวแรนแมคโครมอนอเมอร์ โดยผ่านหมู่ที่ว่องไวประเภทอียอนบวก-----	15
ตารางที่ 2.3	แสดงการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์โดยผ่านหมู่ที่ว่องไว ประเภทอียอนลบด้วยวิธี End-capping-----	24
ตารางที่ 2.4	แสดงแมคโครมอนอเมอร์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยผ่านตัวกลาง ประเภทอียอนลบ-----	26
ตารางที่ 2.5	แสดงแมคโครมอนอเมอร์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยผ่านตัวกลาง ประเภทอียอนบวก-----	27
ตารางที่ 2.6	แสดงแมคโครมอนอเมอร์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยผ่านตัวกลาง ประเภทอนุอิสร-----	28
ตารางที่ 4.1	แสดงเลขคลื่น เปอร์เซนต์การผ่านของแสงและชนิดของการสั่นหลัก ที่สำคัญที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิวิว- ตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	51
ตารางที่ 4.2	แสดงเลขคลื่น และความเข้มของแสงที่ดูดกลืนและชนิดของการสั่น หลักที่สำคัญที่พบในรามานสเปกตรัมของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิวิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	53
ตารางที่ 4.3	แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ชนิดคาร์บอน-13 ที่พบใน $C^{13}$ -NMR สเปกตรัมของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิวิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์เวลา การสังเคราะห์ 36 ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	55
ตารางที่ 4.4	แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ชนิดโปรตรอน ที่พบในH-NMR สเปกตรัม ของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิวิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์เวลาการสัง เคราะห์ 36 ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	57
ตารางที่ 4.5	แสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิวิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์-----	59

## สารบัญตาราง(ต่อ)

		หน้า
ตารางที่ 4.6	แสดงค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชันของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิবিวตะไคอิน แมคโครมอนอเมอร์ ในสภาวะต่างๆ กัน-----	60
ตารางที่ 4.7	แสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ $\alpha,\omega$ - อะคริโลอิด พอลิবিวตะไคอิน แมคโครมอนอเมอร์ ช่วงอุณหภูมิที่เกิดการ สลายตัว และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สลายตัวไปในแต่ละช่วงอุณหภูมิ-----	62
ตารางที่ 4.8	แสดงเลขคลื่น เปอร์เซนต์การผ่านของแสงและชนิดของการสั่นหลัก ที่สำคัญที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมงและกรดซัลฟูริก 98% เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	64
ตารางที่ 4.9	แสดงเลขคลื่น และความเข้มของแสงที่ดูดกลืนและชนิดของการสั่น หลักที่สำคัญที่พบในรามานสเปกตรัมของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมงและกรดซัลฟูริก 98% เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	66
ตารางที่ 4.10	แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ชนิดคาร์บอน-13 ที่พบใน C13-NMR สเปกตรัมของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมงและกรดซัลฟูริก 98% เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	68
ตารางที่ 4.11	แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ชนิดโปรตรอน ที่พบใน H-NMR สเปกตรัม ของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ เวลาการสัง เคราะห์ 36 ชั่วโมงและกรดซัลฟูริก 98% เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	70
ตารางที่ 4.12	แสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์-----	72
ตารางที่ 4.13	แสดงค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชันของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ ในสภาวะต่างๆ กัน-----	73
ตารางที่ 4.14	แสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ $\alpha,\omega$ - อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ ช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัว และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สลายตัวไปใน แต่ละช่วงอุณหภูมิ-----	75

## สารบัญตาราง(ต่อ)

หน้า

ตารางที่ 4.15	แสดงเลขคลื่น เปรอร์เซนด์การผ่านของแสงและชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะคริไลดิล-ไอ โอ-บิส-(2 อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	76
ตารางที่4.16	แสดงเลขคลื่น ความเข้มของแสงที่ดูดกลืนและชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในรามานสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะคริไลดิล ไอ โอ-บิส-(2 อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	78
ตารางที่4.17	แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ชนิดคาร์บอน-13 ที่พบในC13-NMR สเปกตรัมของเอ็น เอ็น-อะคริไลดิล ไอ โอ-บิส-(2 อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์เวลาการสังเคราะห์36 ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	80
ตารางที่4.18	แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ชนิดโปรตรอน ที่พบในH-NMR สเปกตรัมของเอ็น เอ็น-อะคริไลดิล ไอ โอ-บิส-(2 อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล เวลาการสังเคราะห์36 ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	82
ตารางที่4.19	แสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของ เอ็น เอ็น-อะคริไลดิล ไอ โอ-บิส-(2 อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์-----	84
ตารางที่4.20	แสดงค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชันของเอ็น เอ็น-อะคริไลดิล ไอ โอ-บิส-(2 อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีนไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ ในสถานะต่างๆ กัน-----	86
ตารางที่4.21	แสดงความสัมพันธ์ระหว่างสถานะที่ใช้ในการสังเคราะห์เอ็น เอ็น-อะคริไลดิล ไอ โอ-บิส-(2 อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีนไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ ช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัว และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สลายตัวไปในแต่ละช่วงอุณหภูมิ-----	89

## สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 2.20	แผนผังแสดงการสังเคราะห์พอลิเอทิลีน แมคโครมอโนเมอร์ โดยวิธีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมี-----	29
รูปที่ 4.1	แสดงฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอโนเมอร์เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	52
รูปที่ 4.2	แสดงรามานสเปกตรัมของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิดพอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอโนเมอร์เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	54
รูปที่ 4.3	แสดงนิวเคลียร์ แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกตรัมชนิดคาร์บอน 13 ของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิดพอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอโนเมอร์เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	56
รูปที่ 4.4	แสดงนิวเคลียร์ แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกตรัมชนิดโปรตรอนของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิดพอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอโนเมอร์เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	58
รูปที่ 4.5	กราฟแสดงการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอโนเมอร์เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	59
รูปที่ 4.6	กราฟแสดงค่าอุณหภูมิกลาสทรานสิชันของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอโนเมอร์เวลาการสังเคราะห์ 7 ชั่วโมง-----	61
รูปที่ 4.7	แสดงฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอโนเมอร์เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และกรดซัลฟูริก 98% เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	65
รูปที่ 4.8	แสดงรามานสเปกตรัมของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอโนเมอร์เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมงและกรดซัลฟูริก 98% เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	67
รูปที่ 4.9	แสดงนิวเคลียร์ แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกตรัมชนิดคาร์บอน 13 ของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอโนเมอร์เวลาการ สังเคราะห์ 36 ชั่วโมงและกรดซัลฟูริก 98% เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	69

## สารบัญรูป(ต่อ)

หน้า

รูปที่4.10	แสดงนิวเคลียร์ แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกตรัมชนิดโปรตรอนของ $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอโนเมอร์เวลาการสังเคราะห์36 ชั่วโมงและกรดซัลฟูริก 98%เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	71
รูปที่4.11	กราฟแสดงการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของ $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอโนเมอร์-----	72
รูปที่4.12	กราฟแสดงค่าอุณหภูมิกลาสทรานสิชันของ $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอโนเมอร์เวลาการสังเคราะห์ 7 ชั่วโมง-----	74
รูปที่4.13	แสดงฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของเอ็น เอ็น-อะครีโลอิด โอ โอ-บิส-(2 อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอโนเมอร์ เวลาการสังเคราะห์24ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	77
รูปที่4.14	แสดงรามานสเปกตรัมของเอ็น เอ็น-อะครีโลอิด โอ โอ-บิส-(2 อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอโนเมอร์ เวลาการ24 ชั่วโมง และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	79
รูปที่4.15	แสดงนิวเคลียร์ แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกตรัมชนิดคาร์บอน 13ของ โอ โอ-บิส -(2 อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอโนเมอร์ เวลาการสังเคราะห์24ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	81
รูปที่4.16	แสดงนิวเคลียร์ แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกตรัมชนิดโปรตรอนของ โอ โอ-บิส -(2 อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอโนเมอร์ เวลาการสังเคราะห์24ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา-----	83
รูปที่4.17	กราฟแสดงการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของโอ โอ-บิส -(2 อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอโนเมอร์-----	85
รูปที่4.18	กราฟแสดงค่าอุณหภูมิกลาสทรานสิชันของ โอ โอ-บิส -(2 อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอโนเมอร์ เวลาการสังเคราะห์ 7 ชั่วโมง-----	87

## คำย่อที่ใช้ในโครงการพิเศษ

FTIR	: ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์
H-NMR	: นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ชนิดตรวจสอบโปรตรอน
C13-NMR	: นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ชนิดตรวจสอบคาร์บอน
GPC	: เจลเพอร์มิเอชันโครมาโตกราฟี
DSC	: ดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง แคลอริมิเตอร์
TGA	: เทอร์โมกราวิเมตริก แอนนาไลเซอร์
Tg	: อุณหภูมิกลาสทรานสิชัน
°C	: องศาเซลเซียส
AIBN	: เอโซบิสไอโซบิวไทโรไนไตรล์ (azo bis-isobutyronitrile)
ชม.	: ชั่วโมง
$\delta_H$	: ตำแหน่งของโปรตรอนที่พบใน H-NMR สเปกตรัม
$\delta_C$	: ตำแหน่งของคาร์บอนที่พบใน C13-NMR สเปกตรัม
Mn	: มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวนโมเลกุล
Mv	: มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยความหนืดของสารละลาย
Mw	: มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักโมเลกุล
Mz	: มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยการกระเจิงของแสง
P	: การกระจายน้ำหนักโมเลกุล

# บทที่ 1

## บทนำ

ปัจจุบันนี้พบว่า กระบวนการอุตสาหกรรมมีความต้องการพอลิเมอร์ที่มีคุณสมบัติแตกต่างกันมากมาย ซึ่งคุณสมบัติของพอลิเมอร์ที่ต้องการเหล่านี้ไม่สามารถเตรียมได้จากมอนอเมอร์ชนิดเดียว จึงต้องเตรียมพอลิเมอร์จากมอนอเมอร์หลาย ๆ ชนิดประกอบเข้าด้วยกันเรียก พอลิเมอร์ชนิดนี้ว่า โคพอลิเมอร์ ซึ่งถ้าแบ่งประเภทของโคพอลิเมอร์ตามโครงสร้างจะแบ่งออกได้เป็นหลายประเภทซึ่งในที่นี้เรากล่าวถึง กราฟท์โคพอลิเมอร์ซึ่งมีประโยชน์ต่อทางอุตสาหกรรมมากมายเช่น อุตสาหกรรมกระดาษ

อุตสาหกรรมพลาสติกอุตสาหกรรมเท็กไทล์ เป็นต้น การนำกราฟท์โคพอลิเมอร์ไปใช้นั้นควรคำนึงถึงคุณสมบัติดังนี้ คือ ความยาวของสายโซ่สาขา และการกระจายของโซ่สาขาบนโซ่หลักนั้นควรสม่ำเสมอ การกระจายของน้ำหนักโมเลกุลของกราฟท์โคพอลิเมอร์ควรจะแคบ เป็นต้น คุณลักษณะของกราฟท์โคพอลิเมอร์ต่าง ๆ ที่กล่าวไปแล้วนั้นขึ้นอยู่กับวิธีการสังเคราะห์ซึ่งมีอยู่หลายวิธี โดยที่แต่ละวิธีนั้นมีข้อดีและข้อเสียที่แตกต่างกันไป ดังนั้นเราจะต้องเลือกวิธีที่เหมาะสมที่สุด เพื่อเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์ให้มีคุณสมบัติตามต้องการในสมัยก่อนการเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์โดยมากแล้วเตรียมผ่านขบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันแบบอนุโมลติสระอย่างเคียวเท่านั้น เนื่องจากวิธีการเตรียมไม่ยุ่งยาก ราคาค่อนข้างถูก และควบคุมสภาวะได้ง่าย แต่การเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์โดยผ่านวิธีนี้ จะเกิดข้อเสียหลายอย่างดังนี้

1. ตรวจสอบคุณลักษณะได้ค่อนข้างยาก
2. โอกาสเกิดโฮโมพอลิเมอร์มีมาก
3. การแยกเฟสเกิดขึ้นได้มากในขณะที่ทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันทำให้ประสิทธิภาพการเกิดกราฟท์โคพอลิเมอร์มีน้อยลง

การสังเคราะห์กราฟท์โคพอลิเมอร์โดยผ่านขบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันแบบอนุโมลติสระโดยไม่มี การควบคุมสภาวะใดๆ เลย ทำให้ประสิทธิภาพการเกิดกราฟท์โคพอลิเมอร์น้อยมากตามที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น จึงมีการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์ กราฟท์โคพอลิเมอร์ขึ้นมาใหม่ [1] ดังนี้

1. การสังเคราะห์กราฟท์โคพอลิเมอร์ผ่านสายโซ่หลักที่ว่องไว  
(Selective Generation of Backbone Initiation Site or Grafting form)
2. การสังเคราะห์กราฟท์โคพอลิเมอร์ผ่านสายโซ่สาขาที่ว่องไว  
(Coupling Procedure or Grafting onto)
3. การสังเคราะห์กราฟท์โคพอลิเมอร์ผ่าน แมคโครมอนอเมอร์  
(Macromonomer Procedure)

จากวิธีการสังเคราะห์ที่กล่าวมาแล้วข้างต้น พบว่า แต่ละวิธีนั้นมีข้อดีและข้อเสียที่แตกต่างกันไปโดยพบว่าวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 นั้น จะมีข้อเสียมากกว่าวิธีที่ 3 มาก เช่น กราฟท์โคพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยผ่านวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 นี้จะให้กราฟท์โคพอลิเมอร์ที่มีการกระจายตัวของโซ่สาขามบนสายโซ่หลักและความยาวของสายโซ่สาขา ไม่สม่ำเสมอ เป็นต้น ดังนั้นจึงมีการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์กราฟท์โคพอลิเมอร์โดยผ่านแมคโครมอนอเมอร์ ซึ่งจะให้กราฟท์โคพอลิเมอร์ที่มีคุณสมบัติที่ดีกว่าวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2

การสังเคราะห์กราฟท์โคพอลิเมอร์ผ่านแมคโครมอนอเมอร์สามารถทำได้โดยการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์จากนั้นนำมาทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันกับมอนอเมอร์ร่วม โดยปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันที่เกิดขึ้นนั้นสามารถเกิดผ่านตัวกลางประเภทใดก็ได้ ซึ่งการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์สามารถเตรียมได้หลายวิธีดังนี้

1. การสังเคราะห์ผ่านขั้นเริ่มต้นของปฏิกิริยา (Initiation Method)
2. การสังเคราะห์ผ่านสารลดความว่องไว (End-Capping Method)
3. การสังเคราะห์ผ่านขบวนการปรับปรุงคุณสมบัติทางเคมี (Chemical Modification Method)

การสังเคราะห์ แมคโครมอนอเมอร์ โดยวิธีที่ 3 นั้น เป็นวิธีที่สะดวก และให้ประสิทธิภาพที่ดีที่สุด เนื่องจาก ทั้งสองวิธีแรกนั้นมีโอกาสเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงมาก และต้องทำการควบคุมความแรงของพอลิเมอร์ที่มีความว่องไวให้ดี โดยต้องป้องกันไม่ให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของพอลิเมอร์เอง

## โครงการพิเศษ

โครงการพิเศษนี้ได้ทำการสังเคราะห์ วิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมคโครมอโนเมอร์ที่มีหมู่ไวนิลอยู่ที่ปลายสายโซ่ โดยสังเคราะห์ผ่านขบวนการปรับปรุงคุณสมบัติทางเคมีของพอลิเมอร์ การศึกษาแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ

ส่วนที่ 1 การศึกษาถึงวิธีการสังเคราะห์ แมคโครมอโนเมอร์ที่มีหมู่ไวนิลอยู่ที่ปลายสายโซ่ ดังนี้  $\alpha,\omega$ -อะคริลอิลพอลิปีวาทะไดอิน  $\alpha,\omega$ -อะคริลอิลพอลิพรอพิลีน ไกลคอล และ เอ็น เอ็น-อะคริลอิล-ไอ โอ-บิส-(2 อะมิโนพรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล

ส่วนที่ 2 การวิเคราะห์และ ตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ แมคโครมอโนเมอร์ที่มีหมู่ไวนิล ปลายสายโซ่ ที่สังเคราะห์ได้

### วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาการออกแบบ การสังเคราะห์ วิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมคโครมอโนเมอร์ ที่มีหมู่ไวนิลอยู่ที่ปลายสายโซ่
2. เพื่อศึกษาพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ ที่มีผลกระทบต่อเตรียมแมคโครมอโนเมอร์ที่มีหมู่ไวนิลอยู่ที่ปลายสายโซ่
3. เพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์ และ สภาวะต่างๆ ที่มีผลต่อการเตรียมมอนอเมอร์ที่มีหมู่ไวนิลอยู่ที่ปลายสายโซ่ตามต้องการได้
4. เพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์และสภาวะต่างๆ ที่มีผลต่อการเตรียมแมคโครมอโนเมอร์

### ขอบเขตการศึกษา

1. การสังเคราะห์มอนอเมอร์ที่มีหมู่ไวนิลอยู่ที่ปลายเพื่อนำมาใช้สังเคราะห์แมคโครมอโนเมอร์ที่มีหมู่ไวนิลที่ปลายสายโซ่ตามต้องการ
2. การสังเคราะห์แมคโครมอโนเมอร์ที่มีหมู่ไวนิลอยู่ที่ปลายสายโซ่ โดยวิธีการปรับปรุงทางเคมีจากพอลิเมอร์ที่มีหมู่ฟังก์ชันอยู่ที่ปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล และหมู่เอมีนด้วยมอนอเมอร์ที่เตรียมได้จากข้อ 1
3. ตรวจสอบคุณลักษณะต่างๆ ของแมคโครมอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ โดยการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมี โดยใช้เครื่องฟูเรียรทรานซ์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR) เครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์(FT-Raman) และ เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (NMR)

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและหลักเกณฑ์ที่เกี่ยวข้อง

#### ส่วนที่ 1 การสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์

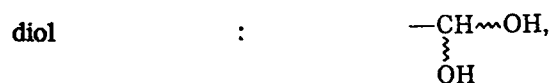
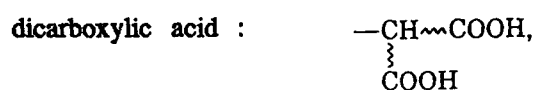
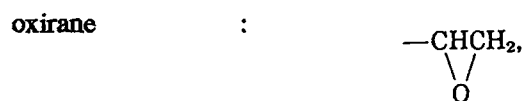
1. วิธีการริเริ่มปฏิกิริยา ( Initiaton Method )
2. วิธีการลดความว่องไวที่ปลายสายโซ่ของปฏิกิริยา ( End-Capping Method )
3. วิธีการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางเคมี ( Chemical Modificatiom Method )

#### ส่วนที่ 2 การเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์

1. วิธีการเตรียมผ่านสายโซ่หลัก ( Grafting Form Method )
2. วิธีการเตรียมผ่านสายโซ่สาขา ( Grafting Onto Method )
3. วิธีการเตรียมผ่านแมคโครมอนอเมอร์ ( Macromonomer Method )

#### ส่วนที่ 1 การสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์

แมคโครมอนอเมอร์หรือแมคโครโมเลกุล [1,2] คือ โพลิเมอร์หรือโอลิโกเมอร์ที่มีหมู่ทำหน้าที่เฉพาะที่สามารถเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันอยู่ที่ปลายสายโซ่ ซึ่งหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะนี้อาจจะมีดังนี้

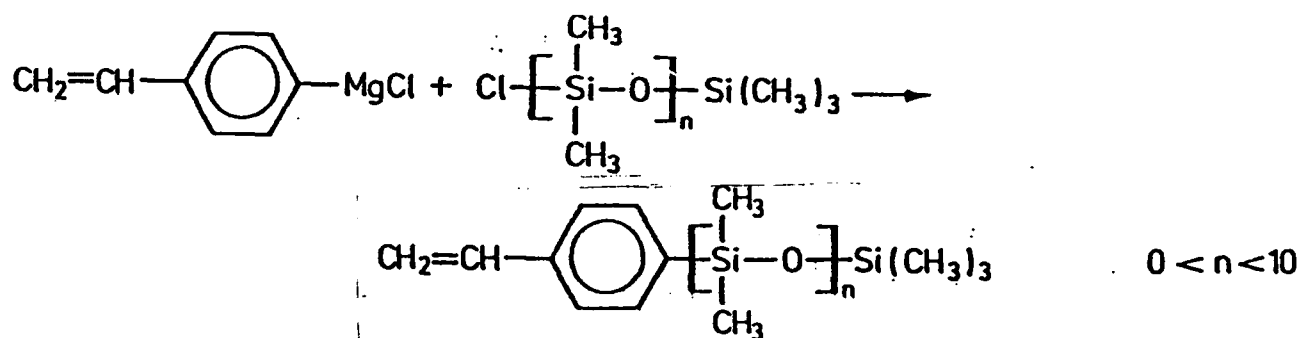


### ประวัติการสังเคราะห์แมโครมอนอเมอร์

การสังเคราะห์แมโครมอนอเมอร์ในสมัยแรกนั้นนิยมสังเคราะห์แมโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ฟังก์ชันอยู่ที่ปลายสายโซ่โดย Greber ได้ทดลองเตรียมแมโครมอนอเมอร์ดังต่อไปนี้ [3]

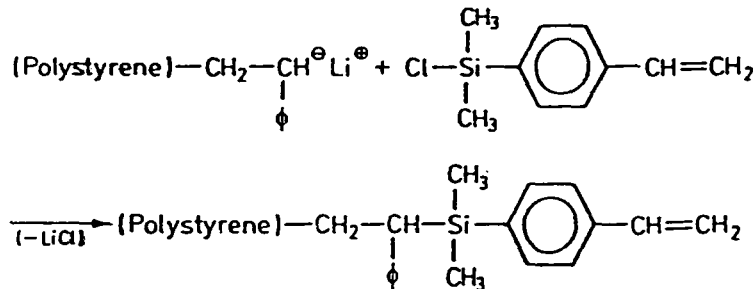
#### 1. พอลิไดเมทิลไซลอกเซนแมโครมอนอเมอร์ (Polydimethylsiloxane macromonomer)

แมโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ปลายสายโซ่คือหมู่พารา-ไวนิลฟีนิล(p-vinylphenyl-group) โดยเตรียมจากปฏิกิริยาระหว่าง สไตรีนแมกนีเซียมคลอไรด์กับ ω-คลอโรไดเมทิลไซลอกเซนโอลิโกเมอร์ (ω-chlorodimethylsiloxane Oligomer) ดังสมการต่อไปนี้



รูปที่ 2.1 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ พอลิเมทิลไซลอกเซน แมโครมอนอเมอร์

2. แมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ไม่อิ่มตัวอยู่ที่ปลายโซ่ ( $\omega$ -unsaturated macromonomer) โดยเตรียมผ่านหมู่ว่องไว (Reactive Species) ประเภทไอออนลบ [4]



รูปที่ 2.2 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์โอเมกา-ไวนิลฟีนิลไดเมทิลคลอโรซิลเลนพอลิสไตรีน แมคโครมอนอเมอร์ ( $\omega$ -vinylphenyldimethylchlorosilane macromonomer)

เตรียมจากโอเมกา-คาร์แบนไอออนพอลิสไตรีน( $\omega$ -carbaionic polystyrene) ทำปฏิกิริยากับ พารา-ไวนิลฟีนิลไดเมทิลคลอโรซิลเลน (p-vinylphenyldimethyl chlorosilane)

ต่อมาได้มีการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์โดยผ่านหมู่ว่องไวประเภทไอออนบวก ไอออนลบ และอนุมูลอิสระ ซึ่งสามารถจำแนกออกได้ 3 วิธีใหญ่ๆ

การสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์แบ่งออกเป็น 3 วิธี คือ [5]

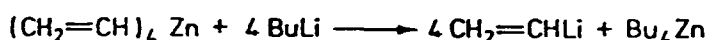
1.วิธีการริเริ่มปฏิกิริยา ( Initiation method)

วิธีนี้หมู่ทำหน้าที่เฉพาะที่อยู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ได้มาจากสารตัวริเริ่มปฏิกิริยาในขั้นเริ่มต้นของปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน

1.1 การสังเคราะห์โดยผ่านตัวริเริ่มปฏิกิริยาประเภท ไอออนลบ

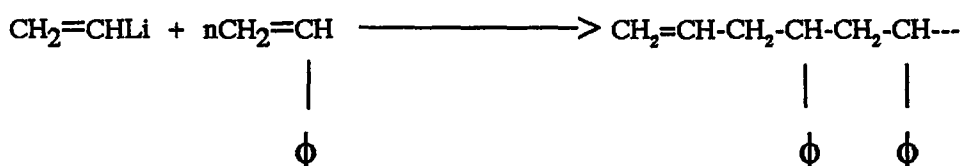
: การสังเคราะห์วิธีนี้จะใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยา(initiator) ประเภท unsaturated metalorganic initiator หลังจากผ่านขั้นตอนเริ่มต้นของปฏิกิริยาแล้วจะเกิดขั้นตอนการแผ่ขยายสายโซ่พอลิเมอร์แบบลูกโซ่ต่อไป แต่มีข้อแม้ว่าหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะของตัวริเริ่มปฏิกิริยานั้นต้องไม่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันเอง

Waak ได้เสนอการสังเคราะห์ผ่านตัวกลางประจุลบโดยใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ unsaturated lithiumorganic compound หรือชื่อทั่วไปคือ ไวนิลลิเทียม (viny-lithium) ซึ่งสามารถเตรียมได้โดยการทำปฏิกิริยาระหว่างเตตระไวนิล ซิงค์ (tetra vinyl zinc) และบิวทิลลิเทียม (butyllithium) [6] ดังนี้



รูปที่ 2.3 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไวนิล ลิเทียม

Waak ได้ใช้ไวนิลลิเทียม เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของสไตรีนและมอนอเมอร์อื่นๆ ซึ่งหลังจากเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแล้วจะได้ แมคโครมอนอเมอร์ที่มีพันธะคู่อยู่ที่ปลายสายโซ่ ( allylic double bond )

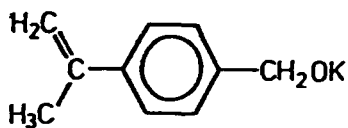


รูปที่ 2.4 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไวนิลเทอร์มินเนตพอลิสไตรีน

นอกจากนี้แล้วพบว่ายังสามารถใช้สารประกอบโลหะอินทรีย์ตัวอื่นได้ เช่น แอลลิลลิเทียม (allyl lithium), โครทิลลิเทียม (crotyl lithium) ซึ่งสารตัวริเริ่มปฏิกิริยาบริเวณส่วนที่เป็นหมู่ที่สามารถเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันนี้ต้องไม่ว่องไวต่อปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแต่ถ้าส่วนของตัวริเริ่มปฏิกิริยานี้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแล้วจะไม่ได้แมคโครมอนอเมอร์ตามที่ต้องการ ในขณะที่เคียวกันจะกลายเป็นการสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างสาขาแทน

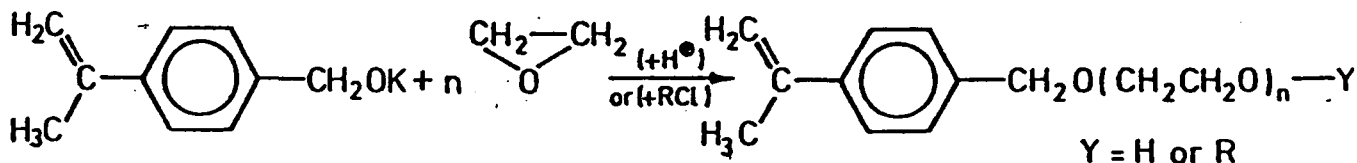
การเตรียมแมคโครมอนอเมอร์ผ่านปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของสารประเภทออกซิเรน (oxirane) เช่น พอลิเอทิลีน ออกไซด์ แมคโครมอนอเมอร์ (polyethylene oxide) สามารถใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยาประเภทอัลคอกไซด์ (alkoxide) ได้ดี เนื่องจากว่าโดยทั่วไปแล้วสารประเภทอัลคอกไซด์นี้ไม่ทำปฏิกิริยากับพันธะคู่ ดังนั้นการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันโดยผ่านการเปิดวงของสารประเภทออกซิเรนนี้สามารถเกิดได้โดยใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ สารประกอบแอลกอฮอล์ไม่อิ่มตัว (unsaturated alcoholate) เช่น โปแตสเซียมพารา-ไอโซโพรพิล เบนซิลเลต (potassium p-isopropenyl benzylate) ดังนั้นการเตรียมพอลิเอทิลีน ออกไซด์ แมคโครมอนอเมอร์ โดยมีหมู่ที่อยู่ปลายสายโซ่คือแอลฟา-เมทิลสไตริล (α-methylstyryl) สามารถเตรียมได้โดยการทำปฏิกิริยาระหว่าง เอทิลีน ออกไซด์ และตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ โปแตสเซียม พารา-ไอโซโพรพิล เบนซิลเลต ( Potassium p-isopropenyl Benzylate )

ตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ



Potassium p-isopropenyl Benzylate

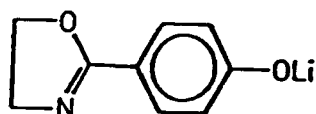
จากนั้นเกิดปฏิกิริยาลดความว่องไวของสายโซ่พอลิเมอร์ด้วยการเติม โปรตอน(protonation) หรือเติมหมู่ฮัลด์จลจากสารประเภท ฮัลด์คิลเฮไลด์ (alkyl halide ) เป็นต้น ดังสมการ



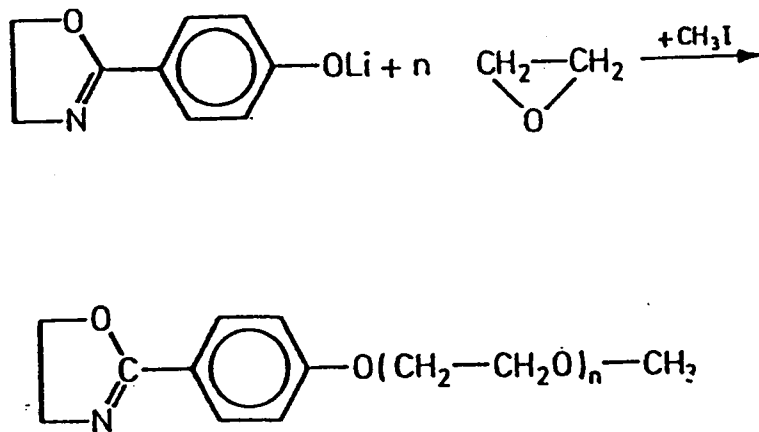
รูปที่2.5 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ไอเมกา-พาราไอโซโพรพีนิลเบนซิลพอลิเอทรีนออกไซด์ แมคโครมอนอเมอร์ (ω-(p-isopropyl benzyl) polyethylene oxide)

นอกจากนี้แล้ว Saegusa[7]ได้เสนอการสังเคราะห์พอลิเอทรีนออกไซด์ แมคโครมอนอเมอร์โดยมีหมู่ที่ปลายสายโซ่คือเฮเทอโรโรไซเคิล(heterocycle) โดยการทำให้ปฏิกิริยาระหว่างเอทรีนออกไซด์และตัวริเริ่มปฏิกิริยาหลังจากเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแล้วจะเกิดปฏิกิริยาลดความว่องไวของสายโซ่พอลิเมอร์ด้วยการเติมหมู่ฮัลด์จลจากสารเมทิลไอโอไดด์ (methyl iodide) ดังสมการ

ตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ



2-p-hydroxyphenyl - oxazoline

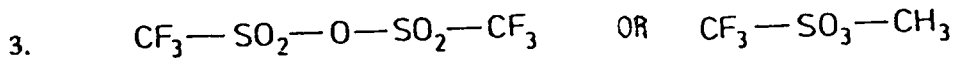
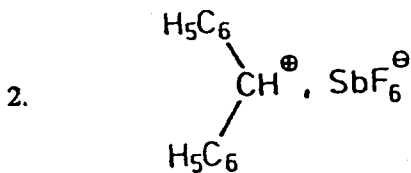
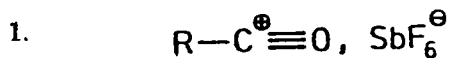


รูปที่ 2.6 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ โอมิกา-(พารา-เฮเทอร์โรไซเคิลพอลิเอทิลีนออกไซด์) แมคโครมอนอเมอร์ (ω-(p-heterocycle) polyethylene oxide)

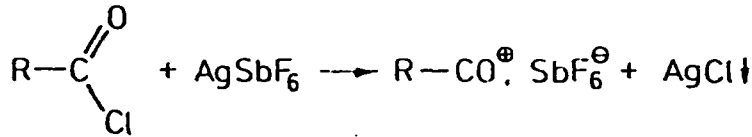
1.2 การสังเคราะห์เกิดผ่านตัวริเริ่มปฏิกิริยาประเภท ไอออนบวก

: การสังเคราะห์ประเภทนี้จะคล้ายกับหัวข้อ 1.1 ตามที่ได้กล่าวมาแล้ว แต่แตกต่างกันตรงที่การเกิดปฏิกิริยาผ่านตัวริเริ่มปฏิกิริยาประเภทนี้ส่วนใหญ่จะเป็นปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันโดยผ่านการเปิดวงของมอนอเมอร์ประเภทเฮเทอร์โรไซเคิล

ประเภทของตัวริเริ่มปฏิกิริยา [๕] ได้แก่



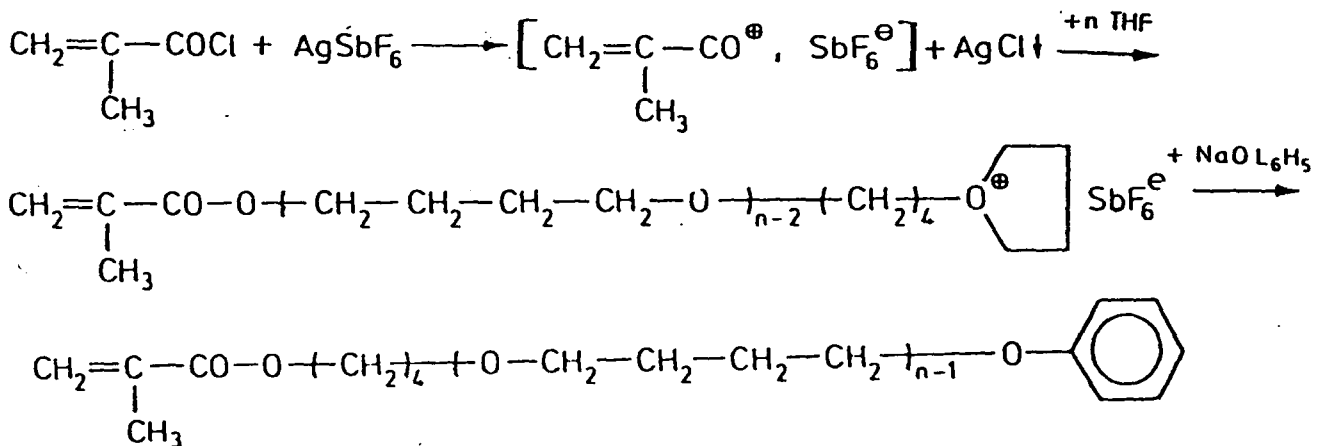
ตัวอย่างแสดงการเตรียมตัวริเริ่มปฏิกิริยา



ตัวอย่างแสดงการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์โดยผ่านริเริ่มปฏิกิริยาประเภทไอออนบวก

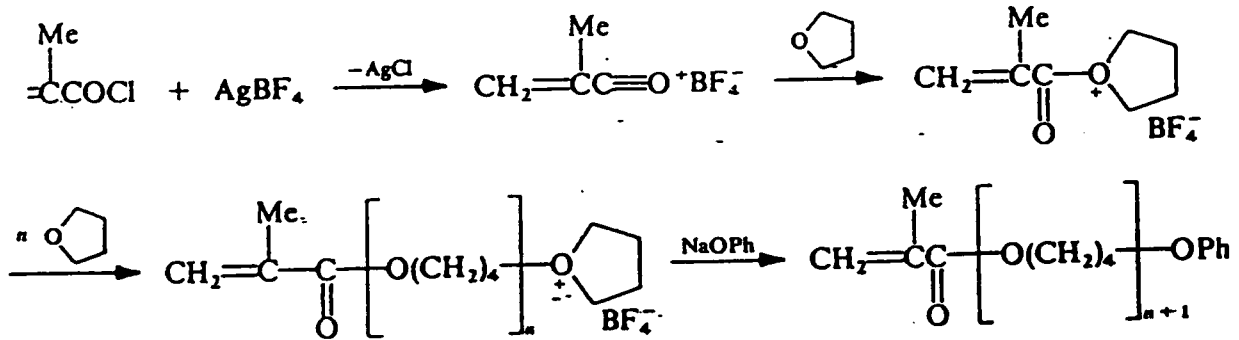
1. การสังเคราะห์ ไอเมกา-เมทาอะคริไลด์ พอลิเตตระไฮโดรฟูราน โพลีเตตระไฮโดรฟูราน แมคโครมอนอเมอร์

(*l*-methacryloyl polytetrahydrofuran) [5]



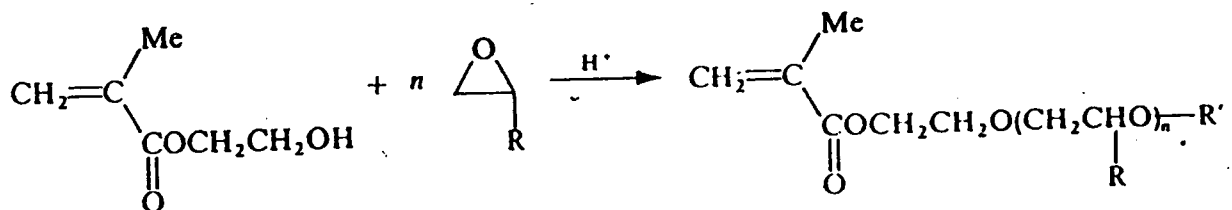
รูปที่ 2.6 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไอเมกา-เมทาอะคริไลด์เตตระไฮโดรฟูรานโดยใช้ ซิลเวอร์ เฮกซะฟลูออโรแอนติโมเนต (Silver Hexafluoroantimonate) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา

หรืออาจสังเคราะห์ผ่านตัวริเริ่มโดยใช้ ซิลเวอร์ บอโรเตตระฟลูออไรด์ (Silver Borotetrafluoride) ดังสมการ



รูปที่ 2.7 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ไอเมกา-เมทาอะคริไลต์ พอลิเตตระไฮโดรฟิวแรนโดยใช้ ซิลเวอร์ บอโรเตตระฟลูออไรด์ เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา

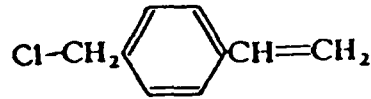
2. การสังเคราะห์ไอเมกา-เมทาอะคริไลต์ พอลิพรอพิลีน ออกไซด์ แมคโครมอนอเมอร์ (ω-methacryloyl polypropylene oxide)



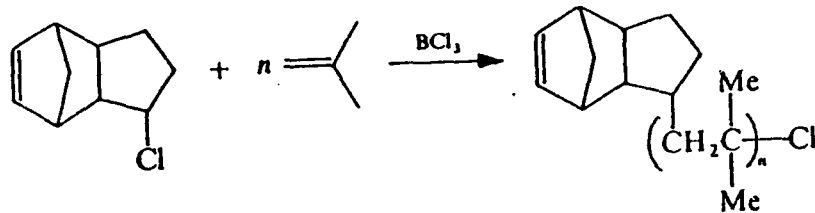
รูปที่ 2.8 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไอเมกา-เมทาอะคริไลต์พอลิพรอพิลีน ออกไซด์ หรือมีชื่อทางการค้าว่า เบลนเมอร์ (Blendmer)

3. การสังเคราะห์ไอโซบิวทิลีน แมคโครมอนอเมอร์(isobutylene macromonomer) โดยใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยาคือพารา-ไวนิลเบนซิลคลอไรด์ (p- vinylbenzyl chloride)หรือไดไซโคลเพนตะไดอินนิลคลอไรด์ (dicyclopentadienyl chloride)

3.1 ตัวริเริ่มปฏิกิริยาคือ

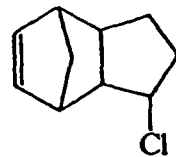


p-vinyl benzyl chloride

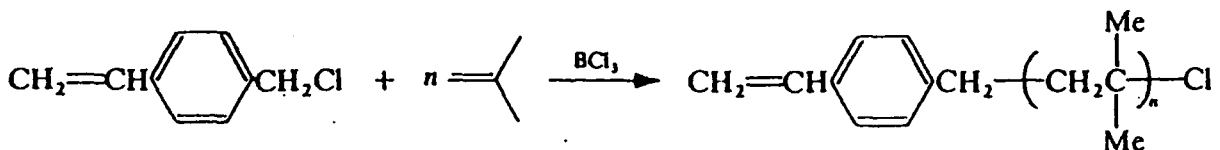


รูปที่ 2.8 แสดงสมการปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไอเมกาพารา-ไวนิลเบนซิลพอลิไอโซบิวทิลีน (ω-p-vinyl benzyl polyisobutylene macromonomer )

3.2 ตัวริเริ่มปฏิกิริยาคือ

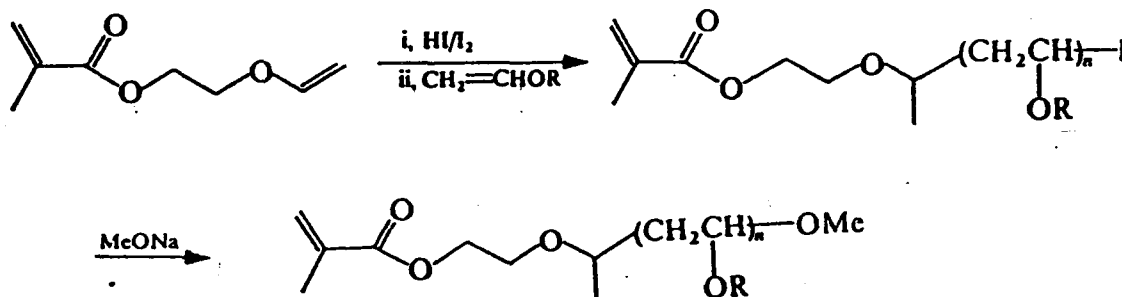


dicyclopentadienyl chloride



รูปที่ 2.9 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไอเมกา-ไดไซโคลเพนตะไดอินนิลพอลิไอโซบิวทิลีน แมคโครมอนอเมอร์ (ω-dicyclopentadienylpolyisobutene macromonomer)

4. Higashimura และ Sawamoto[5] ได้ศึกษาถึงการสังเคราะห์ไวเนล อีเทอร์ แมคโครมอนอเมอร์ vinyl ether macromonomer



รูปที่ 2.10 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไวเนล อีเทอร์ แมคโครมอนอเมอร์





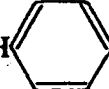
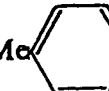

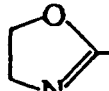
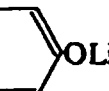
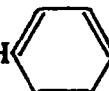
การสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์โดยวิธีใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยา (initiation) มีข้อสังเกตคือ

1. ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่ใช้ในปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันทั้งสองกรณีคือ ผ่านตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่เป็นไอออนบวก และ ไอออนลบ จะต้องมีหมู่ทำหน้าที่เฉพาะที่อยู่ปลายสายโซ่ไม่ว่องไวต่อปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน ซึ่งมีหมู่ทำหน้าที่เฉพาะนี้จะต้องแสดงลักษณะของแมคโครมอนอเมอร์
2. หลังจากที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแล้วพบว่า ปลายสายโซ่จะเกิดลักษณะประจวบหรือประจุลบลอยซึ่งเรียกว่าลิวอิงพอลิเมอร์ (living polymer) ดังนั้นจึงต้องเติมสารว่องไวให้เหมาะสมเพื่อเตรียมแมคโครมอนอเมอร์ ที่มีมวลโมเลกุลเหมาะสม

ข้อจำกัดของวิธี initiation คือ

1. เลือกชนิดของตัวริเริ่มปฏิกิริยาให้เหมาะสม โดยที่หมู่ทำหน้าที่เฉพาะของตัวริเริ่มปฏิกิริยานั้นต้องไม่ว่องไวต่อปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน
2. ควบคุมปริมาณของมอนอเมอร์และตัวริเริ่มปฏิกิริยาให้สัมพันธ์กันเพื่อควบคุมความยาวของสายโซ่พอลิเมอร์และปริมาณหมู่ทำหน้าที่เฉพาะตามต้องการ

ตารางที่ 2.1 แสดงการสังเคราะห์แมโครมอนอเมอร์โดยผ่านหมู่ที่ว่องไว ประเภทไอออนลบ [2,7]

Monomer	Synthesized by initiation from	Synthesized by termination with
Styrene	$\text{CH}_2=\text{CHLi}^{\text{a,b}}$	$\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{Br}^{\text{c}}$
	$\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{Li}^{\text{b}}$	$\text{CH}_2=\text{C}(\text{Me})\text{COCl}^{\text{e}}$
		 , $\text{CH}_2=\text{C}(\text{Me})\text{COCl}^{\text{f,g}}$
		
		$\text{CH}_2=\text{CHOCH}_2\text{CH}_2\text{Cl}^{\text{e}}$
		 , $\text{CH}_2=\text{CHSi}(\text{Me}_2)\text{CH}_2\text{Cl}^{\text{h}}$
Methyl methacrylate	$\text{CH}_2=\text{CH}$  $\text{MgCl}$	$\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{Br}^{\text{j}}$
		$\text{CH}_2=\text{CH}$  $\text{CH}_2\text{Br}^{\text{j}}$
		$\text{CH}_2=\text{CMe}$  $\text{CH}_2\text{Br}^{\text{k}}$
		$\text{CH}_2=\text{CH}$  $\text{CH}_2\text{OK}^{\text{c}}$
		  $\text{OLi}^{\text{d}}$
Ethylene oxide		$\text{CH}_2=\text{C}(\text{Me})\text{COCl}^{\text{l,m}}$
		$\text{CH}_2=\text{CH}$  $\text{CH}_2\text{Cl}^{\text{n}}$

ตารางที่ 2.1 (ต่อ)

Monomer	Synthesized by initiation from	Synthesized by termination with
2-Vinyl pyridine	$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{C}_5\text{H}_4-\text{MgCl}$	$\triangle$ , $\text{CH}_2=\text{C}(\text{Me})\text{COCl}^{\text{a}}$
		$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{Cl}^{\text{p}}$
		$\text{CH}_2=\text{C}(\text{Me})-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{Br}^{\text{q}}$
4-Vinyl pyridine		$\text{CH}_2=\text{C}(\text{Me})\text{COCl}^{\text{a}}$
Hexamethylcyclotrisiloxane		$\text{CH}_2=\text{CHSi}(\text{Me})_2\text{Cl}^{\text{r}}$ $\text{CH}_2=\text{C}(\text{Me})\text{CO}_2-(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{Me})_2\text{Cl}^{\text{s}}$
		$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{Si}(\text{Me})_2\text{Cl}^{\text{u}}$

ตารางที่ 2.2 แสดงการสังเคราะห์พอลิเตตระไฮโดรฟิวแรน แมโครมอนอเมอร์ โดยผ่านหมู่ที่  
ว่องไวประเภท ไอออนลบ

Synthesized by initiation from	Synthesized by end capping from
$\text{CH}_2=\text{C}(\text{Me})\text{C}\equiv\text{O}^+\text{SbF}_6^-^{\text{a}}$	$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{ONa}^{\text{d}}$
$\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH}=\text{CHCH}_2^+\text{PF}_6^-^{\text{b}}$	$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{ONa}^{\text{c}}$
$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2^+\text{PF}_6^-^{\text{b}}$	$\text{CH}_2=\text{C}(\text{Me})-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{OK}^{\text{f}}$
$\text{CH}_2=\text{CHCH}_2^+\text{BF}_4^-^{\text{c}}$	$\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{OLi}^{\text{e}}$

## 2. End-Capping

วิธีการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์โดยวิธีนี้จะได้หมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะที่อยู่ปลายสายโซ่มาจากสารที่ลดความว่องไว (deactivator) ของพอลิเมอร์ที่มีความว่องไว(living polymer) โดยเกิดในขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยา(termination)ของการเกิดพอลิเมอร์การเลือกใช้ชนิดของสารลดความว่องไวนี้จะขึ้นอยู่กับชนิดของพอลิเมอร์ที่มีความว่องไว นั้นว่าเป็นไอออนประเภทใดและความแรงของพอลิเมอร์ที่มีความว่องไว นั้นเอง

### 2.1 ปฏิกิริยาเกิดผ่านตัวกลางประเภท ไอออนลบ

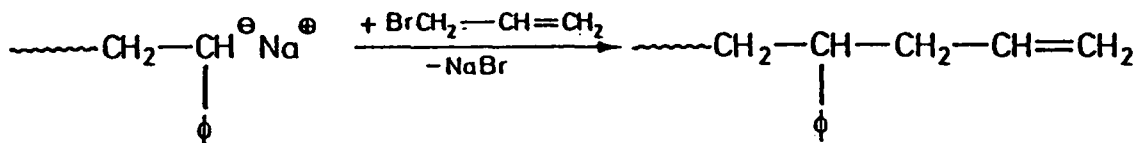
เมื่อปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันเกิดผ่านตัวกลางประเภทไอออนลบ พบว่าหลังจากที่เกิดผ่านขั้นตอนขั้นแผ่ขยายของสายโซ่(propagation)แล้วจะได้พอลิเมอร์ที่มีความว่องไวโดยมีปลายสายโซ่เป็นไอออนลบ ดังนั้นเราใช้สารลดความว่องไวประเภท หมู่ชอบอิเล็กตรอน(electrophile)ที่มีหมู่ทำหน้าที่เฉพาะเช่นหมู่ที่ชอบอิเล็กตรอนชนิดไม่อิ่มตัว(unsaturated electrophile) เช่น อร์แกนิกแฮไลด์(orgenic halide), หมู่เอสเทอร์ (ester) โดยที่สารลดความว่องไวที่ใช้ นั้นต้องไม่เกิดปฏิกิริยาข้างเคียงกับบริเวณหมู่ทำหน้าที่เฉพาะ อย่างไรก็ตาม การสังเคราะห์โดยวิธีนี้จะต้องเลือกตัวทำละลาย และไอออนคู่ประกบประเภทไอออนบวก( counter cations )ให้เหมาะสม

ตัวอย่าง ของการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์โดยวิธี End-Capping ผ่านตัวกลางประเภท ไอออนลบ

#### 1. สารลดความว่องไวได้แก่ organic halide [5]

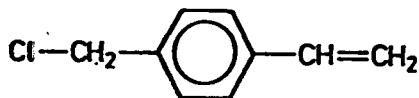
Allyl halide นี้จะไม่ว่องไวต่อปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน ดังนั้นจึงเหมาะในการนำมาเป็นตัวลดความว่องไวในที่นี้

1.1 สารลดความไว คือ  $\text{BrCH}_2\text{—CH=CH}_2$   
Allyl Bromide

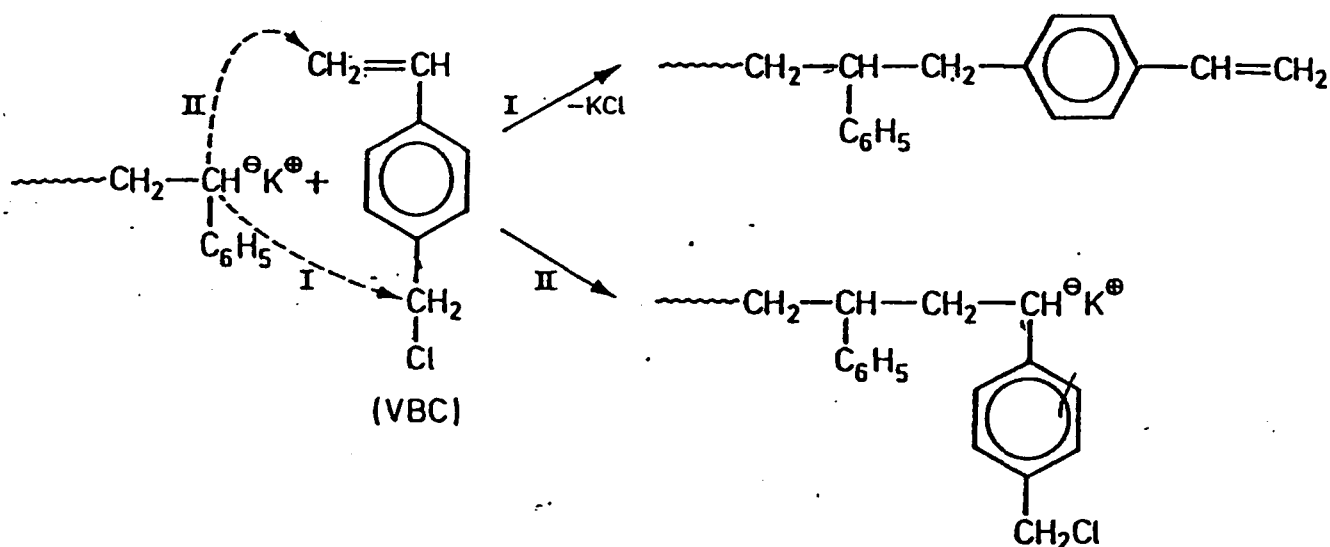


รูปที่ 2.11 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์โอเมกา-แอริลพอลิสไตรีน แมคโครมอนอเมอร์ ( ω-allyl polystyrene macromonomer )

1.2 สารลดความไว คือ เบนซิล คลอไรด์ ( Benzyl chloride )



p-vinylbenzyl chloride(VBC)



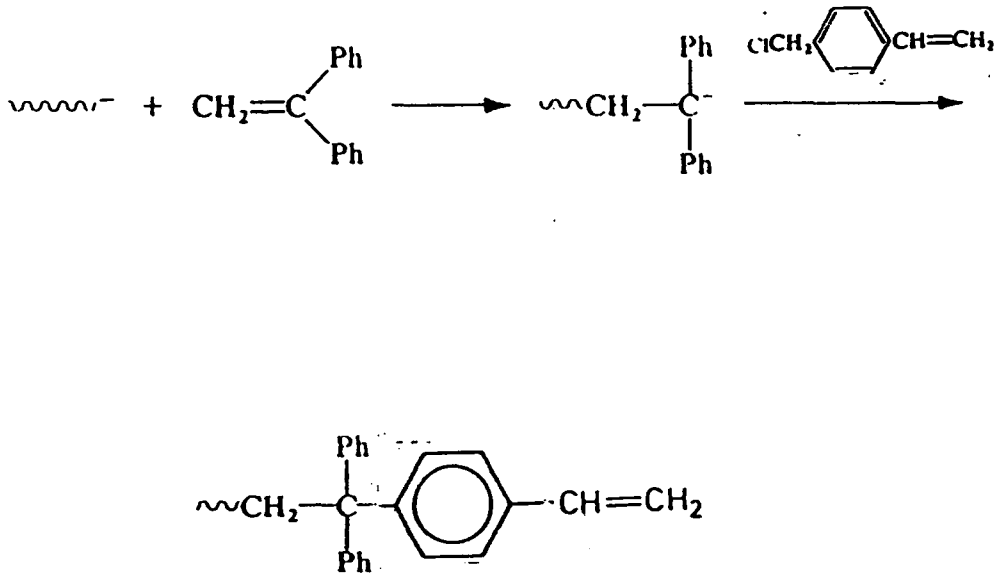
รูปที่ 2.12 แสดงการสังเคราะห์ไอเมกา-ไวนิลเบนซิลสไตรีน พอลิสไตรีน แมคโครมอนอเมอร์ และปฏิกิริยาข้างเคียงที่เกิดขึ้น

พบว่าถ้าใช้ VBC เป็นสารลดความว่องไวของ living polymer แล้วจะเกิดการแข่งขันของปฏิกิริยาเกิดขึ้นตามสมการข้างต้น สมการ (I) เป็นสมการในการเตรียมแมคโครมอนอเมอร์ที่ต้องการในขณะที่สมการ(II) เป็นสมการข้างเคียงที่ไม่ต้องการเพราะผลิตภัณฑ์ของปฏิกิริยา คือ พอลิเมอร์ที่ยังมีความไวอยู่

Asami [8] ได้ศึกษาปฏิกิริยาโดยใช้ VBC เป็นสารลดความไวของปฏิกิริยาเสนอว่าในการกำจัด ปฏิกิริยา ii) ซึ่งควรทำในภาวะดังต่อไปนี้

1. VBC:living polymer ในอัตราส่วน 10:1
2. solvent = tetra hydrofuran
3. ไอออนประจุตรงข้าม(counter ion)

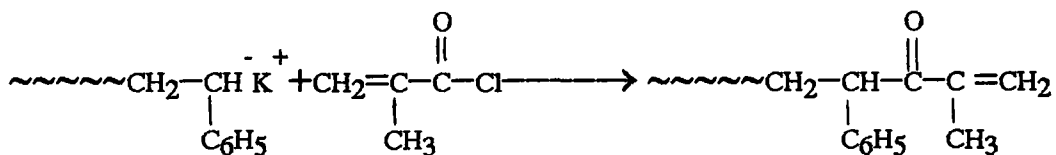
หรืออาจใช้สภาวะดังต่อไปนี้คือ เดิม 1,1-ไดฟีนิล เอทิลีน (1,1-diphenyl ethylene) เพื่อให้ลดความว่องไวด้านปลายที่ว่องไวของลิฟวิ่งพอลิเมอร์ (living polymer) ก่อนที่จะทำปฏิกิริยากับ VBC ซึ่งเมื่อความว่องไวของด้านที่ว่องไวลดลง โอกาสที่จะเกิดผ่านปฏิกิริยา (ii) จึงน้อยลงด้วยดังสมการ[7]



รูปที่ 2.12 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์โดยใช้ 1,1 ไดฟีนิลเอทิลีน เป็นสารลดความว่องไวด้านปลายที่ว่องไวของลิฟวิ่งพอลิเมอร์

2. สารลดความว่องไวประเภท อนุพันธ์ของกรด (Acid derivative)

2.1 เมทาอะคลิลอิลคลอไรด์ (Methacryloyl chloride) เหมาะใช้สำหรับเป็นสารลดความว่องไวของพอลิสไตรีนและพอลิเอทิลีน ออกไซด์ เช่นกัน



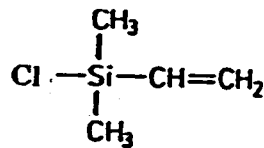
รูปที่ 2.13 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ โอเมกา-อะคลิลอิลพอลิสไตรีน แมคโครมอนอเมอร์ (ω-acryloyl polystyrene macromonomer)

### 3. สารลดความว่องไวประเภทไซเลน (Silane)

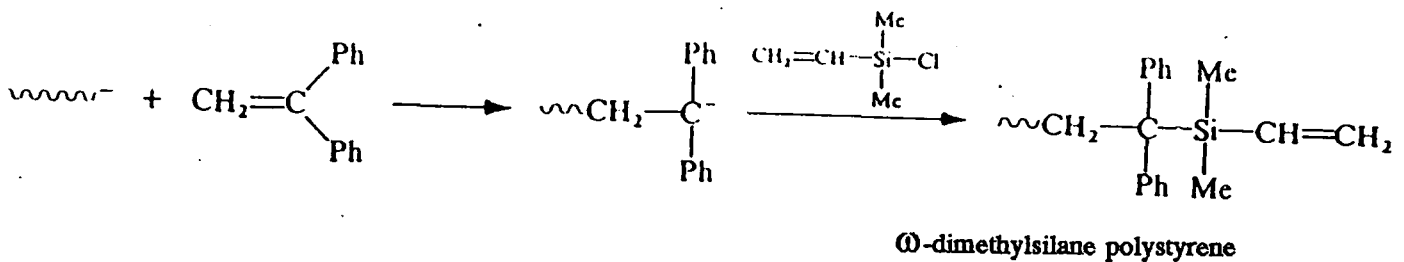
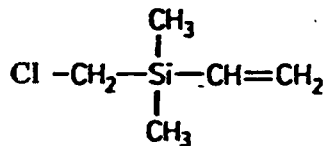
เนื่องจากหมู่ไวนิลไซลิล(vinylsilyl end group) นี้ว่องไวในการทำปฏิกิริยาโดย หมู่ที่ชอบนิวเคลียส(nucleophile)ว่องไวเช่นเดียวกันกับปริมาณหมู่ไวนิล(vinyl group) ดังนั้นเราจะไม่ได้แมโครมอนอเมอร์ ตามที่เราต้องการ เราจึงต้องลดความว่องไวของหมู่ปลายที่ชอบนิวเคลียส ที่ว่องไวด้วยสารประเภท 1,1ไดฟีนิลเอทธีน เช่นเดียวกับกรณีของ สารลดความว่องไวประเภท VBC ตามที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น

สารลดความว่องไวประเภทไซเลน ได้แก่

#### 3.1 คลอโรเมทิลไดเมทิลไวนิลไซเลน (Chloromethyldimethylvinylsilane) [5]



#### 3.2 คลอโรไดเมทิลไวนิลไซเลน( Chlorodimethylvinylsilane )



รูปที่ 2.14 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ โอเมกา-ไดเมทิลไซเลนพอลิสไตรีนแมโครมอนอเมอร์ (ω-dimethylsilane polystyrene macromonomer)

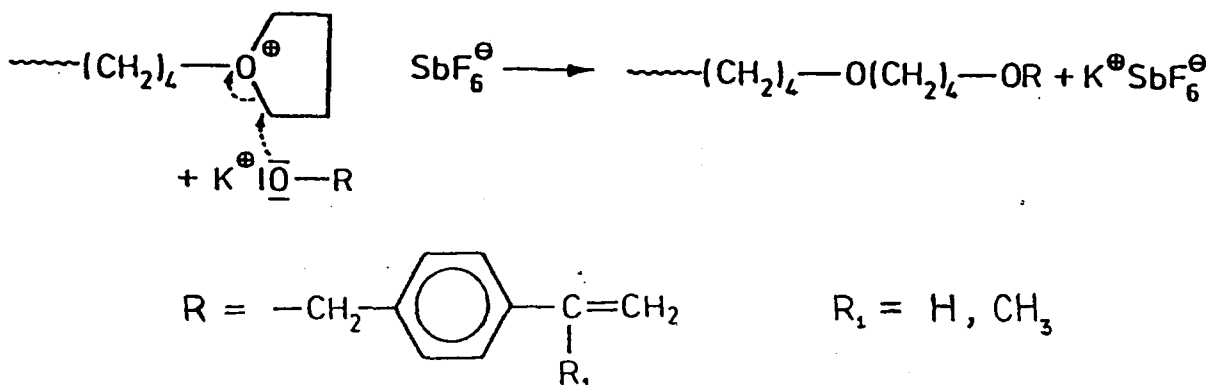
นอกจากนี้แล้วสามารถเตรียม โอเมกา-เมทิลไซเลนหรือ โอเมกา-ไดเมทิลเอทิลพอลิสไตรีน (ω-dimethylsilane or ω-methyldimethylsilane polystyrene ) โดยไม่ต้องใช้ 1,1 ไดฟีนิลเอทิลีน เป็นสารลดความว่องไวของ สไตริลคาร์เบนไอออน(styryl carbanion) เพื่อป้องกันปฏิกิริยาข้างเคียง ซึ่งสามารถเตรียมได้โดยใช้สภาวะที่อุณหภูมิคือน้อยกว่า 75 องศาเซลเซียส

## 2.2 ปฏิกิริยาเกิดผ่านหมู่ที่ว่องไวประเภท ไอออนบวก

เมื่อปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันเกิดผ่านขั้นตอนการแผ่ขยายแล้วเราจะได้พอลิเมอร์ที่มีความว่องไว(living polymer)โดยที่ปลายสายโซ่เป็นไอออนบวก ดังนั้นสารที่ลดความว่องไวของ ไอออนบวกนี้คือสารประเภทชอบนิวเคลียส( nucleophile )

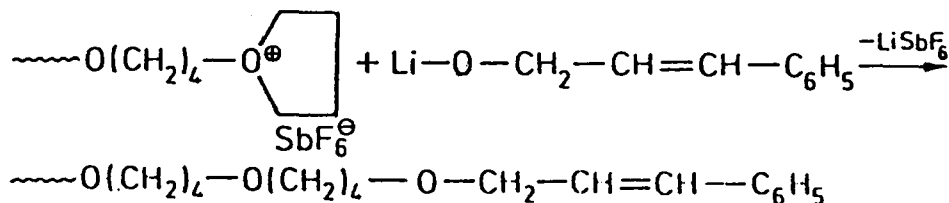
ตัวอย่าง สารลดความว่องไวประเภทชอบนิวเคลียสชนิดไม่อิ่มตัว(unsaturated nucleophile deactivator) สำหรับการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์ผ่านหมู่ที่ว่องไวประเภท ไอออนบวก

1. การสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ทำหน้าที่เฉพาะคือพารา-ไวนิล(หรือ พาราไอโซพรอฟีนิล) เบนซิลเลต (p-vinyl (or p-isopropenyl) benzylates) [7]



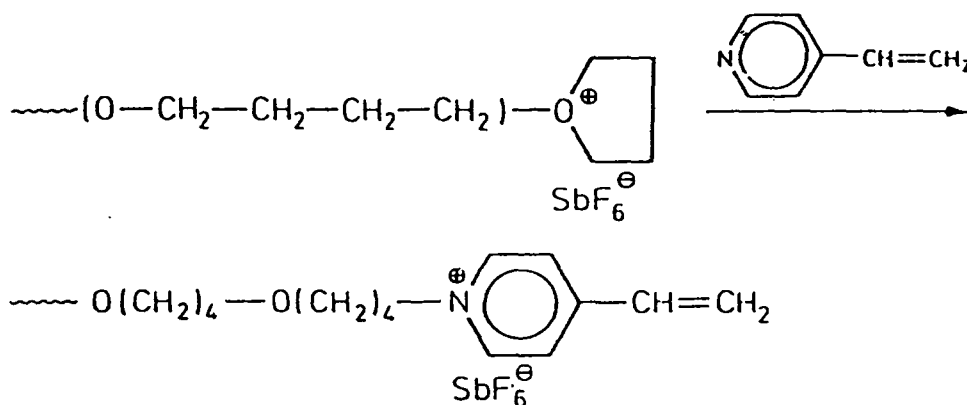
รูปที่ 2.15 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ พารา-ไวนิล(หรือ พารา-ไอโซพรอฟีนิล) เบนซิลเลต พอลิเตตระไฮโดรฟูแรน แมคโครมอนอเมอร์ (p-vinyl(or p-isopropenyl) benzylate polytetra hydrofuran)

2. การสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์โดยใช้เกลือลิเทียมของซินนามิล แอกอฮอล์ (Lithium salt of Cinnamyl alcohol)



รูปที่ 2.16 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ โอเมกา-ซินนามิลพอลิเตตระไฮดรอฟราน โครฟีวเรนแมคโครมอนอเมอร์ (Ω-Cinnamyl polytetrahydrofuran macromonomer)

3. สารลดความว่องไว คือ พารา-ไวนิลพิริดีน (p-vinylpyridine)



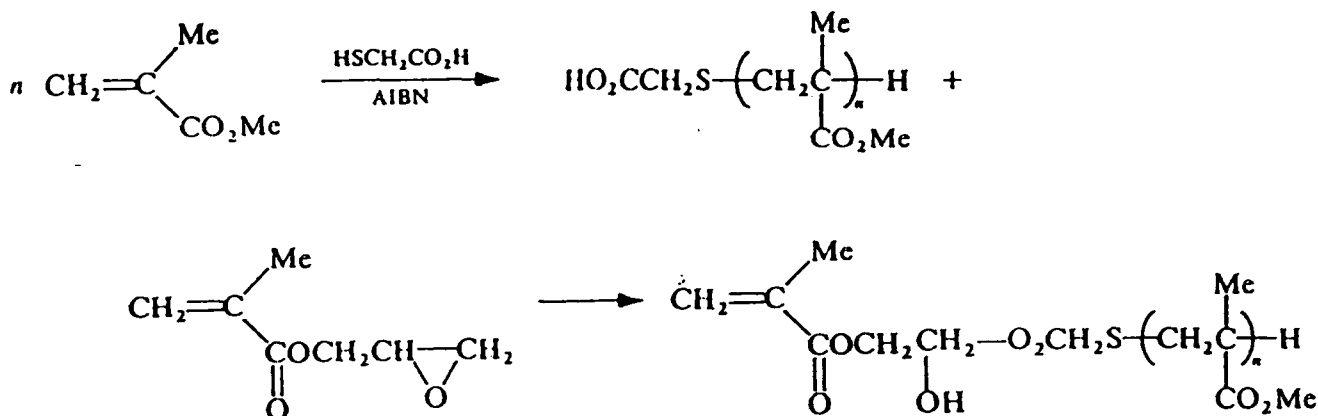
รูปที่ 2.17 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ โอเมกา-(พารา-ไวนิลพิริดีน) พอลิเตตระไฮดรอฟราน แมคโครมอนอเมอร์ (Ω-(p-vinylpyridine) polytetrahydrofuran macromonomer)

2.8 ปฏิกิริยาเกิดผ่านตัวกลางประเภท อนุมูลอิสระ (free radical)

การสังเคราะห์แมคโครมอโนเมอร์ผ่านตัวกลางอนุมูลอิสระนี้จะเกิดผ่าน 2 ขั้นตอน คือ chain transfer และ end-capping ตามลำดับ สำหรับปฏิกิริยาเกิดผ่านตัวกลางประเภทนี้ไม่เกิด end-capping เหมือนกับการเกิดผ่านตัวกลางประเภท ไอออนบวก ไอออนลบ เนื่องจาก โอกาสที่เกิดอนุมูลอิสระเกิด การรวมตัวแบบ 2 โมเลกุล (bimolecular termination) นั้นสูง ทำให้ได้แมคโครมอโนเมอร์ ที่มีหมู่แสดงลักษณะเฉพาะตามต้องการ

ตัวอย่างแสดงการสังเคราะห์แมคโครมอโนเมอร์ผ่านตัวกลางประเภท อนุมูลอิสระ [9]

สารที่ย้ายสายโซ่ (chain transfer agent) คือกรดไทโกลคลอลิก(Thioglycolic acid) และตัวริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันพอลิเมอริค เมทาไคลเรต (poly(methyl methacrylate)) คือ AIBN ซึ่งหลังจากที่สิ้นสุดปฏิกิริยาแล้วจะได้ ω-carboxyl prepolymer จากนั้นนำ prepolymer ที่ได้มาทำปฏิกิริยา end-capping กับ glycidyl methacrylate ดังสมการ



รูปที่ 2.18 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์โอเมกา-ไกลซิดิลเมทาไคลเรต พอลิเมอริค เมทาไคลเรต แมคโครมอโนเมอร์

ข้อสังเกต

1. หมู่แสดงลักษณะเฉพาะของแมคโครมอโนเมอร์ที่สังเคราะห์มาจากสารลดความว่องไวของปลายสายโซ่พอลิเมอร์ที่ว่องไวโดยที่ถ้าปฏิกิริยาเกิดผ่านตัวกลางไอออนลบ สารลดความว่องไวปลายสายโซ่ เป็น สารประเภทชอบอิเล็กตรอนชนิดไม่อิ่มตัว(unsaturated electrophile)

2. ถ้าปฏิกิริยาเกิดผ่านตัวกลางประเภท ไอออนบวกสารลดความว่องไวปลายสายโซ่ เป็นสารประกอบ ประเภทชอบนิวเคลียสชนิดไม่อิ่มตัว( unsaturated nucleophile )

#### ข้อจำกัด

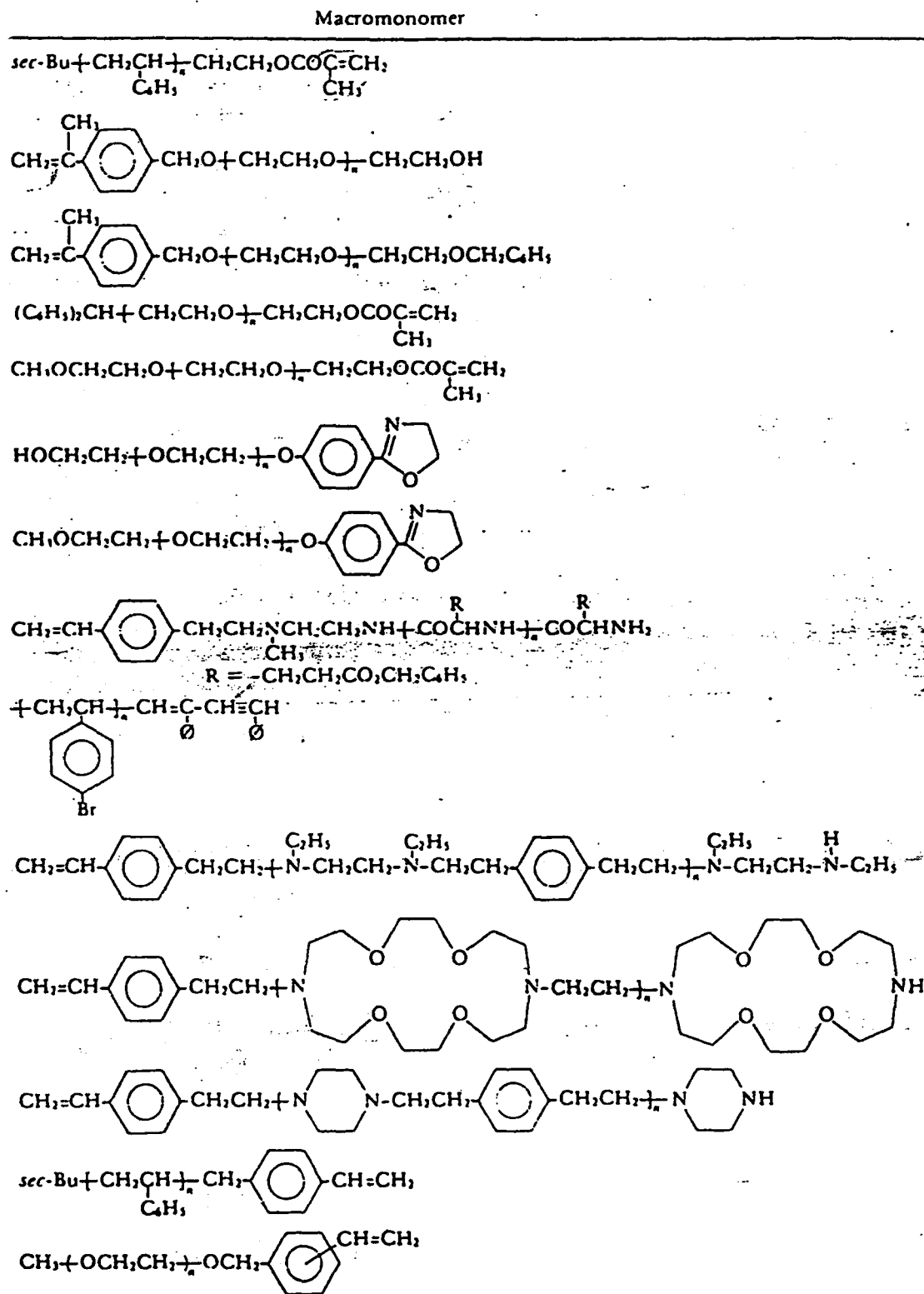
1. สารลดความว่องไวที่ใช้ในขบวนการนี้ต้องพิจารณาให้เหมาะสมกับมอนอเมอร์แต่ละประเภท โดยที่หมู่ทำหน้าที่เฉพาะของสารลดความว่องไวนี้ต้องไม่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันกับปลายสายโซ่ที่ว่องไว
2. พิจารณารูปของตัวทำละลาย และไอออนประจุตรงข้ามที่ประกอบอยู่ที่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ (counter ion) ให้เหมาะสมกับชนิดของพอลิเมอร์ เนื่องจากว่าถ้าตัวทำละลายและไอออนประจุตรงข้ามนี้มีความแรงเกินไปจะเกิดพันธะที่แข็งแรงกับปลายสายโซ่ที่ว่องไวแทนดังนั้นจะไม่ได้ แมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ทำหน้าที่เฉพาะตามต้องการ
3. จำนวนหมู่ฟังก์ชันของแมคโครมอนอเมอร์ขึ้นอยู่กับอัตราเร็วของขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยา โดยเฉพาะในกรณีของพอลิเมอร์ที่มีความว่องไวเป็นไอออนลบนั้นถ้าเลือกสารลดความว่องไวที่มีความแรงไม่พอทำให้ขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยาจะไม่เกิดขึ้นดังนั้นควรเลือกใช้สารลดความว่องไวที่มีความแรงที่เหมาะสมที่สามารถหยุดความว่องไวที่ปลายโซ่นั้นได้

ตารางที่ 2.3 แสดงการสังเคราะห์แมโครมอนอเมอร์โดยผ่านตัวกลางประเภทไอออนลบ ด้วยวิธี End-capping [10]

Monomer	Deactivator	Product
Styrene	$\text{BrCH}_2\text{---CH=CH}_2$	$\text{---CH}_2\text{---CH(C}_6\text{H}_5\text{)---CH}_2\text{---CH=CH}_2$
Styrene	$\text{BrCH}_2\text{---CH=CH}_2$	$\text{---CH}_2\text{---CH(C}_6\text{H}_5\text{)---CH}_2\text{---CH=CH}_2$
MMA	$\text{BrCH}_2\text{---CH=CH}_2$	$\text{---CH}_2\text{---C(CH}_3\text{)(COO-CH}_3\text{)---CH}_2\text{---CH=CH}_2$
Styrene	$\text{Cl---CO---C(CH}_3\text{)=CH}_2$	$\text{---CH}_2\text{---CH(C}_6\text{H}_5\text{)---CO---C(CH}_3\text{)=CH}_2$
Styrene	$\text{CH}_2\text{---CH}_2\text{---O---CO---C(CH}_3\text{)=CH}_2$	$\text{---CH}_2\text{---CH(C}_6\text{H}_5\text{)---CH}_2\text{---CH}_2\text{---O---CO---C(CH}_3\text{)=CH}_2$
Oxirane	$\text{Cl---CO---C(CH}_3\text{)=CH}_2$	$\text{---CH}_2\text{---CH}_2\text{---O---CO---C(CH}_3\text{)=CH}_2$
Styrene	$\text{Cl---CH}_2\text{---Si(CH}_3\text{)}_2\text{---C(CH}_3\text{)=CH}_2$	$\text{---CH}_2\text{---CH(C}_6\text{H}_5\text{)---CH}_2\text{---Si(CH}_3\text{)}_2\text{---C(CH}_3\text{)=CH}_2$
Styrene	$\text{Cl---Si(CH}_3\text{)}_2\text{---HC=CH}_2$	$\text{---CH}_2\text{---CH(C}_6\text{H}_5\text{)---Si(CH}_3\text{)}_2\text{---CH=CH}_2$

Monomer	Deactivator	Product
Styrene	$\text{Cl}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{C}(\text{H}(\text{R}))=\text{CH}_2$	$\sim\text{CH}_2-\underset{\text{C}_6\text{H}_5}{\text{CH}}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}=\text{CH}_2$
Styrene	$\text{CH}_2-\text{CH}_2 / \text{O} \quad \text{ClCH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}=\text{CH}_2$	$\sim\text{CH}_2-\underset{\text{C}_6\text{H}_5}{\text{CH}}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}=\text{CH}_2$
MMA	$\text{BrCH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}=\text{CH}_2$ (I)	$\sim\text{CH}_2-\underset{\text{COOMe}}{\overset{\text{CH}_3}{\text{C}}}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}=\text{CH}_2$
D <sub>3</sub>	$\text{Cl}-\underset{\text{CH}_3}{\overset{\text{CH}_3}{\text{Si}}}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}=\text{CH}_2$	$\sim\text{PDMS}-\underset{\text{CH}_3}{\overset{\text{CH}_3}{\text{Si}}}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}=\text{CH}_2$
	$\text{Cl}-\underset{\text{CH}_3}{\overset{\text{CH}_3}{\text{Si}}}-(\text{CH}_2)_3\text{O}-(\text{CH}_2)_2\text{O}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\underset{\text{CH}_3}{\text{C}}=\text{CH}_2$	$\sim\text{PDMS}-\underset{\text{CH}_3}{\overset{\text{CH}_3}{\text{Si}}}-(\text{CH}_2)_3\text{O}-(\text{CH}_2)_2\text{O}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\underset{\text{CH}_3}{\text{C}}=\text{CH}_2$

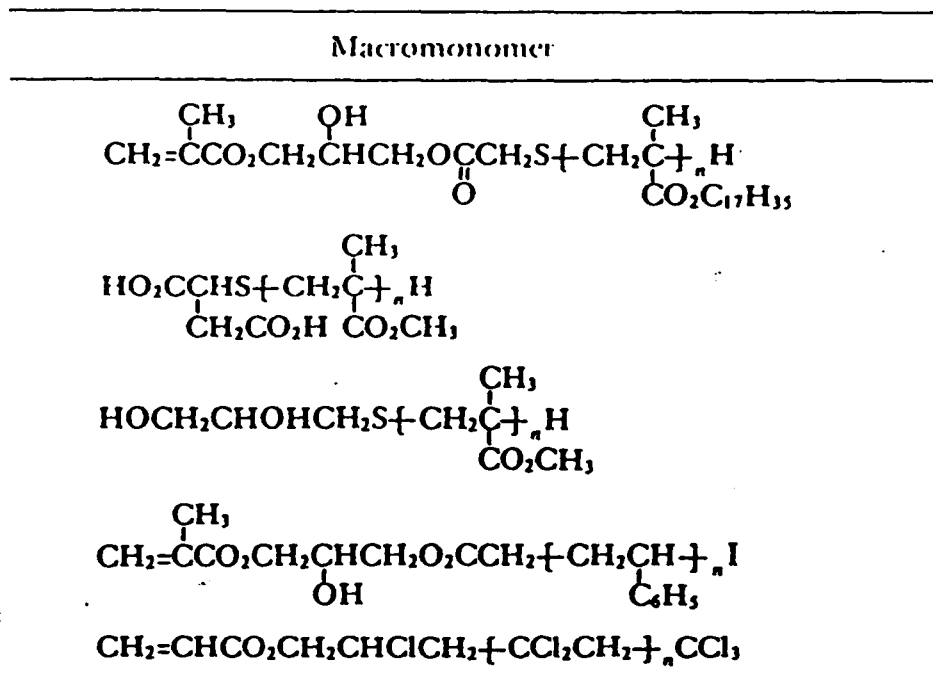
ตาราง 2.4 แสดงแมโครมอนอเมอร์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยผ่านตัวกลางประเภท ไอออนลบ



ตาราง 2.5 แสดงแมโครมอนอเมอร์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยผ่านตัวกลางประเภท ไอออนบวก

Macromonomer
$\text{Et} \left[ \text{O}(\text{CH}_2)_4 \right]_n \text{O} \left[ \text{CH}_2 \right]_4 \text{O} \text{---} \langle \text{C}_6\text{H}_4 \rangle \text{---} \text{CH}=\text{CH}_2$
$\text{Et} \left[ \text{O}(\text{CH}_2)_4 \right]_n \text{O} \left[ \text{CH}_2 \right]_4 \text{O} \text{CO} \underset{\text{CH}_3}{\text{C}}=\text{CH}_2$
$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO} \left[ \text{O}(\text{CH}_2)_4 \right]_n \text{O} \left[ \text{CH}_2 \right]_4 \text{OCH}_2 \text{---} \langle \text{C}_6\text{H}_4 \rangle \text{---} \underset{\text{CH}_3}{\text{C}}=\text{CH}_2$
$\text{Et} \left[ \text{O}(\text{CH}_2)_4 \right]_n \text{O} \left[ \text{CH}_2 \right]_4 \text{OCH}_2 \text{---} \langle \text{C}_6\text{H}_4 \rangle \text{---} \text{CH}=\text{CH}_2$
$\text{CH}_2=\underset{\text{CH}_3}{\text{C}} \text{---} \text{CO} \left[ \text{O}(\text{CH}_2)_4 \right]_n \text{O}(\text{CH}_2)_4 \text{OC}_6\text{H}_5$
$\text{CH}_3 \left[ \text{N} \underset{\text{C}(\text{CH}_3)_3}{\text{CH}_2\text{CH}_2} \right]_n \text{N} \underset{\text{C}(\text{CH}_3)_3}{\text{CH}_2\text{CH}_2} \text{O} \text{C} \underset{\text{CH}_3}{\text{C}}=\text{CH}_2$
$\text{C}_6\text{H}_5 \text{---} \underset{\text{CH}_3}{\text{C}} \left( \text{CH}_3 \right) \text{---} \text{CH}_2 \underset{\text{CH}_3}{\text{C}} \left( \text{CH}_3 \right) \text{---} \text{CH}_2 \underset{\text{CH}_3}{\text{C}} \left( \text{CH}_3 \right) \text{---} \text{O} \text{C} \underset{\text{CH}_3}{\text{C}}=\text{CH}_2$
$\text{CH}_2=\underset{\text{CH}_3}{\text{C}} \text{C} \text{CO} \underset{\text{CH}_3}{\text{C}} \text{H} \text{CH}_2 \text{CH}_2 \text{---} \text{CH}_2 \underset{\text{CH}_3}{\text{C}} \left( \text{CH}_3 \right) \text{---} \text{CH}_2 \underset{\text{CH}_3}{\text{C}} \left( \text{CH}_3 \right) \text{---} \text{Cl}$
$\text{CH}_2=\text{CH} \text{---} \langle \text{C}_6\text{H}_4 \rangle \text{---} \underset{\text{CH}_3}{\text{C}} \left( \text{CH}_3 \right) \text{---} \text{CH}_2 \text{---} \underset{\text{CH}_3}{\text{C}} \left( \text{CH}_3 \right) \text{---} \text{C}(\text{CH}_3)_3$

ตาราง 2.6 แสดงแมโครมอนอเมอร์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยผ่านตัวกลางประเภท อนุพลีเอสเตอร์

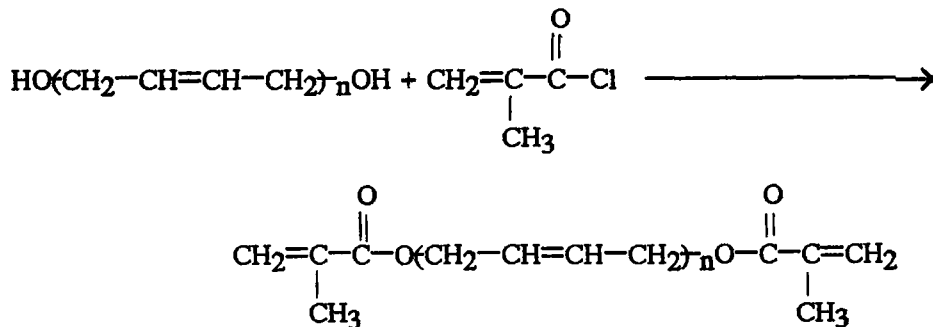


### 3. Chemical Modification

การสังเคราะห์แมโครมอนอเมอร์โดยวิธีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีของพอลิเมอร์ที่มีหมู่ทำหน้าที่เฉพาะใดๆที่ปลายสายโซ่ให้เป็นหมู่ทำหน้าที่เฉพาะที่ต้องการดั่งนั้น

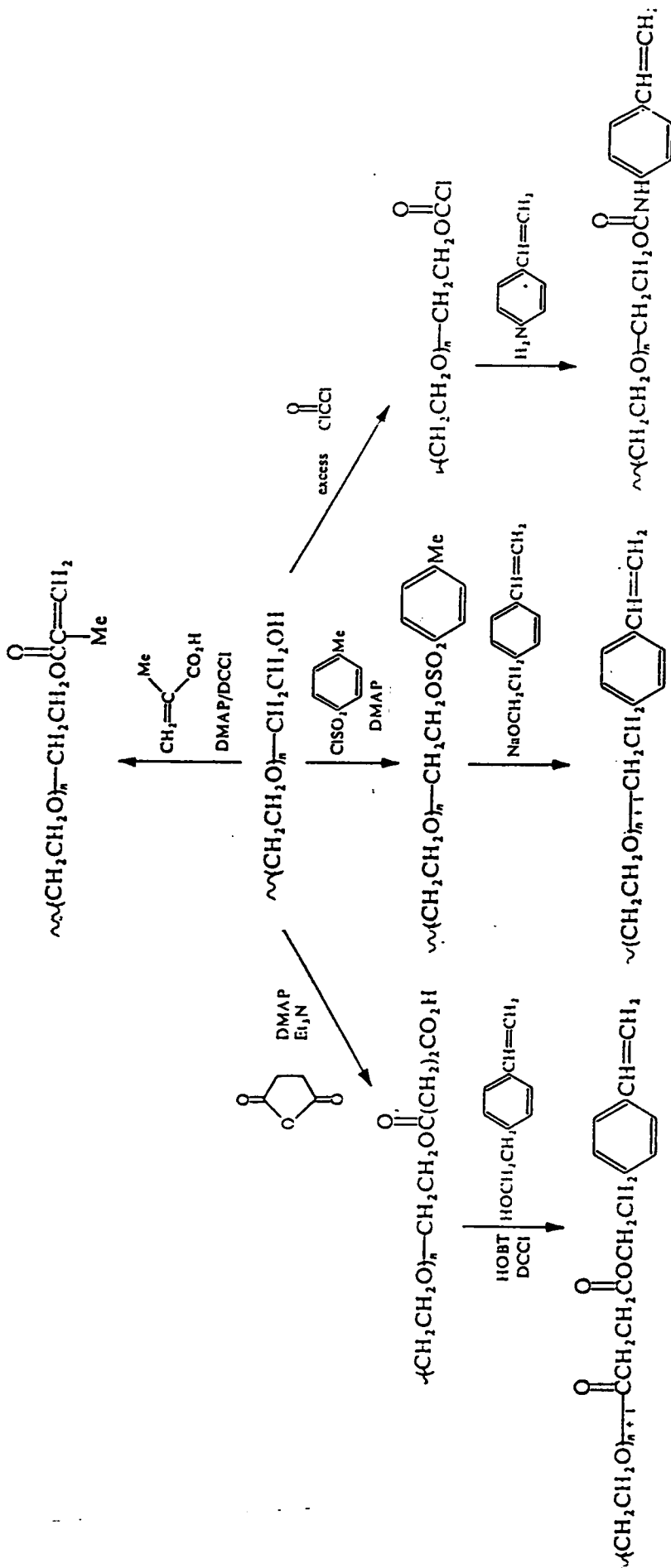
จะต้องเลือกชนิดของสารที่มีหมู่ทำหน้าที่เฉพาะให้มีความไวเหมาะสมกับพอลิเมอร์แต่ละชนิดดังตัวอย่างต่อไปนี้

1. การสังเคราะห์แมโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ทำหน้าที่เฉพาะคือ ไดเมทาอะคริไลด (dimethacryloyl)



OC, ω-dimethacryloyl poly(1,4-butadiene)

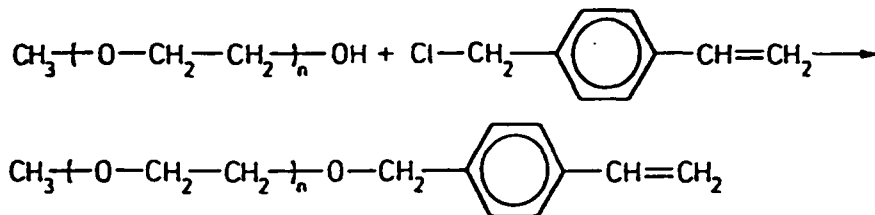
รูปที่ 2.19 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ OC, ω-ไดเมทาอะคริไลดพอลิ (1,4 บิวตะไดอิน)



DMAP = dimethylaminopyridine; HOBT = 1-hydroxybenzotriazole; DCCl = dicyclohexylcarbodiimide

รูปที่ 2.20 แผนผังแสดงการสังเคราะห์ พอลิเอทีลีนเมดโครมอนอเมอร์ โดยวิธีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมี

3. การสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ทำหน้าที่เฉพาะคือ พารา-ไวนิลเบนซิล (p- vinyl benzyl) [7]



รูปที่ 2.21 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์โอเมกา-พารา-ไวนิลเบนซิล พอลิเอทรีนไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ (ω-p-vinylzyl macromonomer)

ข้อดี

1. โอกาสที่จะเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงที่หมู่ทำหน้าที่เฉพาะปลายสายโซ่น้อยกว่าวิธีที่ 1
2. สามารถเตรียมแมคโครมอนอเมอร์ได้ตามความต้องการ
3. ประสิทธิภาพการเกิดแมคโครมอนอเมอร์นี้จะสูงกว่าวิธีอื่นๆ
4. สะดวกและรวดเร็วเนื่องจากไม่ต้องเสียเวลาในการเตรียมแมคโครมอนอเมอร์ให้ได้ความยาวของสายโซ่ตามต้องการ

ข้อเสีย

1. พอลิเมอร์ที่ใช้ควรมีความบริสุทธิ์สูง
2. ชนิดของพอลิเมอร์ที่มีหมู่ทำหน้าที่เฉพาะมีน้อย

จากวิธีการเตรียมแมคโครมอนอเมอร์ที่กล่าวมาแล้วข้างต้นทั้ง 3 วิธีพบว่าวิธีการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของพอลิเมอร์(chemical modification)เป็นวิธีที่สะดวกและให้ประสิทธิภาพดีที่สุด เนื่องจากทั้งสองวิธีแรกนั้นมีโอกาสเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงได้มากและต้องทำการควบคุมความแรงของพอลิเมอร์ที่มีความว่องไวให้คี่อกทั้งจะต้องเลือกตัวริเริ่มปฏิกิริยาหรือสารลดความว่องไวของพอลิเมอร์ที่ว่องไวให้เหมาะสมถ้าไม่สามารถแก้ไขได้จะทำให้แมคโครมอนอเมอร์ที่ได้มีปริมาณน้อย

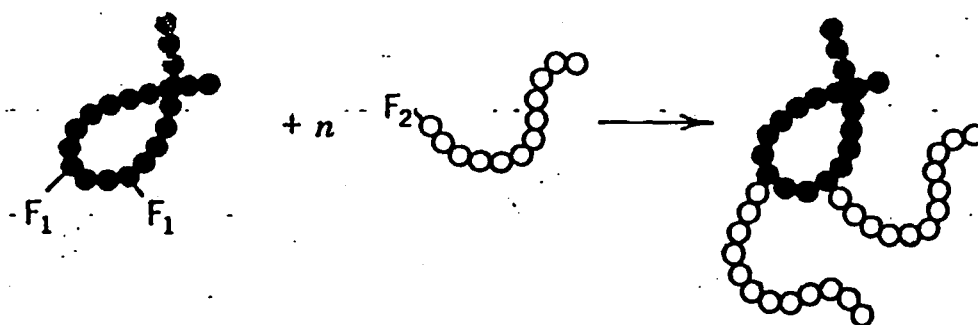
## ส่วนที่ 2 การสังเคราะห์กราฟท์โคพอลิเมอร์

กราฟท์โคพอลิเมอร์ คือโคพอลิเมอร์ซึ่งประกอบด้วยสายโซ่หลักเป็น โสโมพอลิเมอร์และมีกิ่งสาขาแยกเป็นพอลิเมอร์อีกชนิดหนึ่ง โดยกราฟท์โคพอลิเมอร์เกิดจากการมีจุดว่องไวเกิดขึ้นที่ในสายโซ่หลักไม่ใช่ออยู่ที่ปลายโซ่แล้วเติมมอนอเมอร์อีกชนิดหนึ่งลงไป

วิธีการสังเคราะห์กราฟท์โคพอลิเมอร์ แบ่งได้เป็น 3 วิธีใหญ่ๆคือ

### 1. Selective Generation of Backbone Initiation Site (Grafting form)

ขั้นตอน : เตรียมให้ส่วนที่ทำหน้าที่เป็นหมู่ทำหน้าที่เฉพาะของสายโซ่หลักเกิดเป็นหมู่ที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาโดยผ่านตัวกลางที่เป็น ไอออนบวก ไอออนลบ หรือ อนุมูลอิสระโดยใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยาชนิดต่างจากนั้นจึงใส่โคมอนอเมอร์ชนิดที่สามารถเกิดปฏิกิริยากับหมู่ที่ว่องไวของสายโซ่หลักได้ ดังตัวอย่างต่อไปนี้

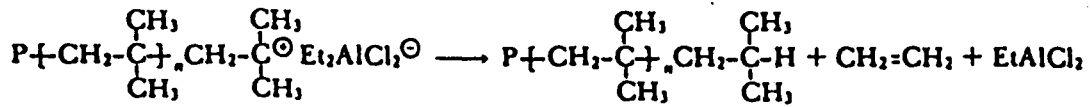


- = โคพอลิเมอร์โซ่สาขา
- = พอลิเมอร์สายโซ่หลักที่มีส่วนที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยา
- $F_2$  = ปลายที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาของโซ่สาขาโคพอลิเมอร์
- $F_1$  = ส่วนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาของสายโซ่หลัก

รูปที่ 2.22 รูปแสดงสมการการสังเคราะห์กราฟท์โคพอลิเมอร์ผ่านวิธี Selective Generation of Backbone Initiation (Grafting form)

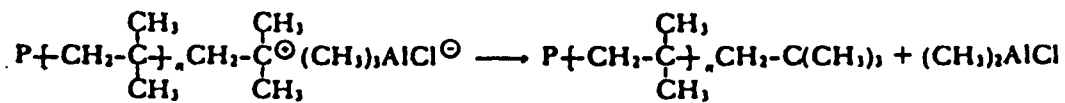


1) Hydration



รูปที่ 2.25 แสดงปฏิกิริยา ไฮเดรชัน (Hydration)

2) Alkylation



รูปที่ 2.26 แสดงปฏิกิริยา อัลคิลเลชัน (Alkylation)

1.3. เกิดผ่านอนุมูลอิสระ

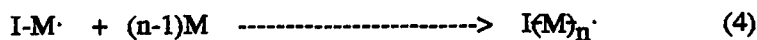
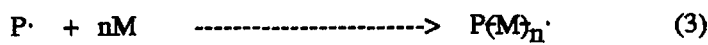
กลไกสามารถเกิดผ่านอนุมูลอิสระ

ขั้นเริ่มต้น (Initiation)

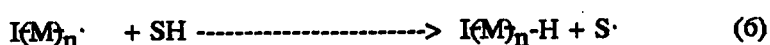
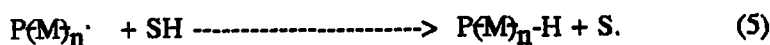
$h\nu$  หรือ I.



ขั้นแพร่ขยาย (Propagation)

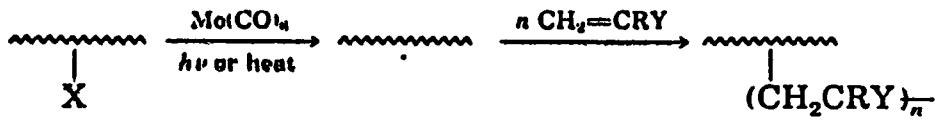


ขั้นย้ายสายโซ่ (Chain Transfer)



ตัวอย่างปฏิกิริยาที่เกิดผ่าน Free radical

3.1

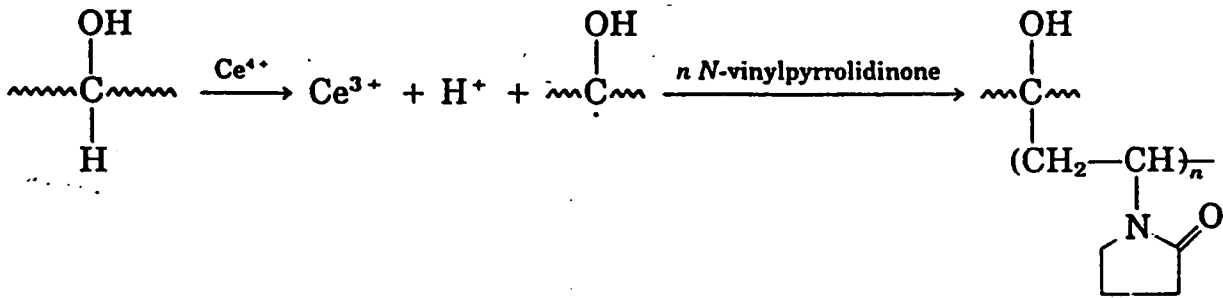


X= halogen

R= alkyl group

รูปที่ 2.28 แสดงการเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์โดยใช้ เฮกซะคาร์บอนิล โมลิบดีนัม เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา

3.2

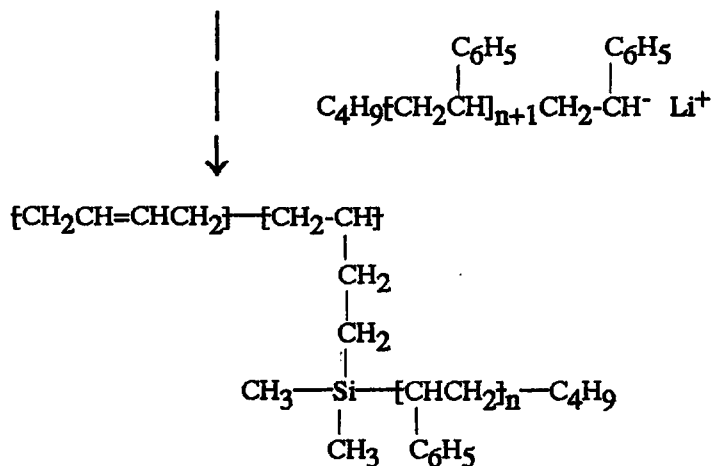


รูปที่ 2.29 แสดงการเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์ของ เอ็น-ไวนิลไพโรลิดิโนน

ข้อดี

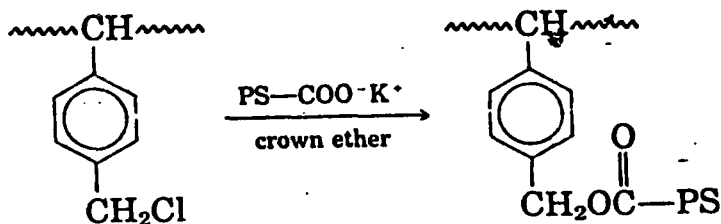
- 1.การแยกเฟสระหว่างเฟสของสายโซ่หลักและเฟสของโซ่สาขานั้นเกิดขึ้นน้อย
- 2.สะดวกและรวดเร็วเนื่องจากไม่ต้องเตรียมสายโซ่สาขาก่อนที่จะใส่ลงไปทำปฏิกิริยากับสายโซ่หลัก





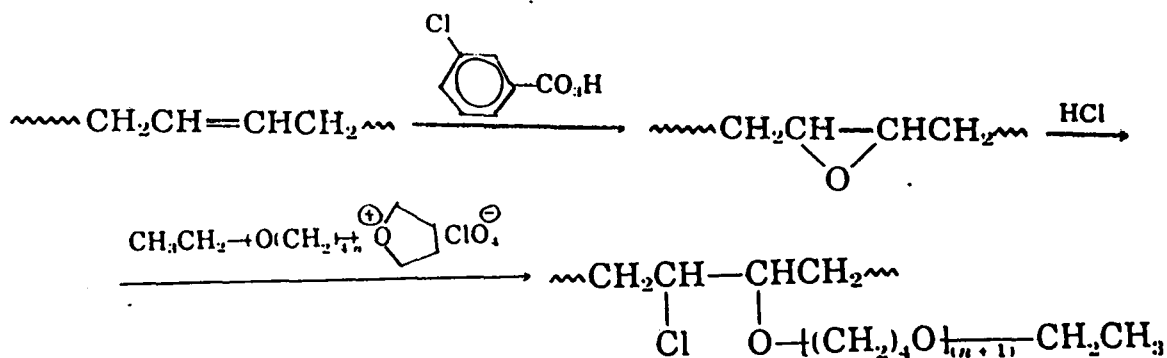
รูปที่ 2.30 แสดงการเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์โดยผ่านโซ่สาขาไอออนลบ

1.2



รูปที่ 2.31 แสดงการเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์ที่มีโซ่สาขาเป็นพอลิสไตรีน

2. การเตรียมโซ่สาขาผ่านไอออนบวก



รูปที่ 2.32 แสดงการเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์ที่มีโซ่สาขาเป็นพอลิเตตระไฮโดรไพแรน

**ข้อดี**

1. ความยาวของสายโซ่สาขาสามารถเตรียมได้ตามความต้องการและมีความยาวแน่นอนอย่างสม่ำเสมอ
2. โอกาสที่จะเกิดไฮโปพอลิเมอร์นั้นมีน้อยกว่า เทคนิค Grafting form

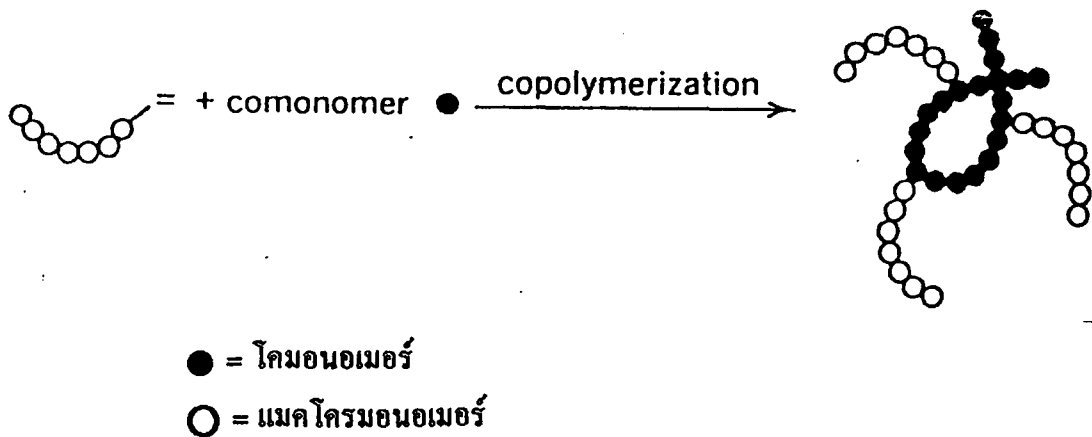
**ข้อเสีย**

1. ในกรณีที่ต้องการเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์ที่มีขนาดของสายโซ่สาขายาวมากจะเกิดปัญหาการแยกเฟสระหว่างสายโซ่หลักและสายโซ่สาขาทำให้โอกาสการเกิดกราฟท์โคพอลิเมอร์นั้นน้อยลง
2. ถ้าสายโซ่หลักมีหมู่ฟังก์ชันที่ไม่ว่องไวพอที่จะเกิดกราฟท์โคพอลิเมอร์กับสายโซ่สาขาได้ก็จะทำให้การเกิดกราฟท์โคพอลิเมอร์น้อยลงเช่นกัน
3. เทคนิคนี้ไม่สามารถเตรียมผ่านอนุตติสรระได้ เพราะทำให้เกิดพอลิเมอร์ไรเซชันกับตัวเอง(homopolymer)

จากเทคนิคทั้ง2วิธีที่กล่าวมาแล้วข้างต้นพบว่าแต่ละวิธีนั้นจะเกิดข้อเสียที่เป็นอุปสรรคต่อการเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์ที่มีคุณลักษณะตามที่ต้องการแตกต่างกันออกไป ดังนั้นจึงได้มีการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์กราฟท์โคพอลิเมอร์อีกวิธีหนึ่งซึ่งจะได้กราฟท์โคพอลิเมอร์ที่สามารถควบคุมคุณสมบัติได้ตามต้องการดีกว่า 2 วิธีแรก

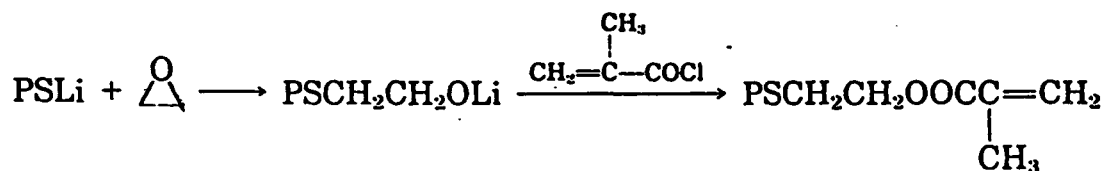
**8. Macromonomer procedure**

แมคโครมอนอเมอร์โดยทั่วไปที่มีหมู่ไวซิลที่ปลายสายโซ่เมื่อนำแมคโครมอนอเมอร์ที่เตรียมได้สามารถทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ร่วมที่ต้องการจะได้กราฟท์โคพอลิเมอร์ ตัวอย่างการเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์



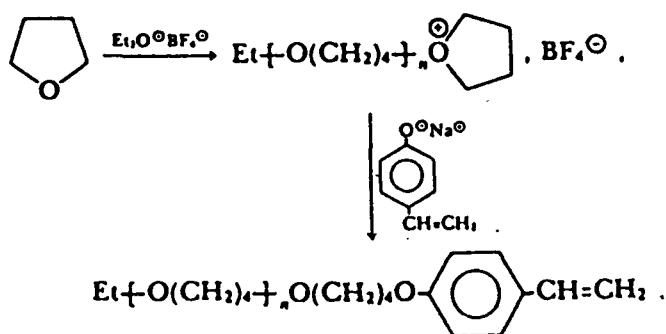
รูปที่2.33 แสดงสมการการสังเคราะห์กราฟท์โคพอลิเมอร์ผ่านวิธีแมคโครมอนอเมอร์

3.1.เตรียมโซ่สาขาแมคโครมอนอเมอร์ผ่านไอออนลบ



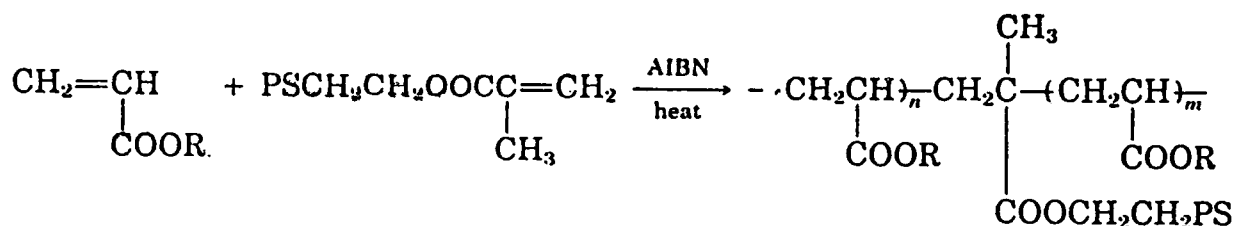
รูปที่ 2.34 แสดงการเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์ที่เตรียมผ่าน ไอออนลบ

3.2.เตรียมโซ่สาขาแมคโครมอนอเมอร์ผ่านไอออนบวก



รูปที่ 2.35 แสดงการเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์ที่เตรียมผ่าน ไอออนบวก

3.3.เตรียมโซ่สาขาแมคโครมอนอเมอร์ผ่านอนุมูลอิสระ



รูปที่ 2.36 แสดงการเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์ที่เตรียมผ่านอนุมูลอิสระ

หมายเหตุ การสังเคราะห์ แมคโครมอนอเมอร์ โดยผ่านตัวกลางทั้งสามชนิดจะกล่าวรายละเอียดอีกภายหลัง

### ข้อดี

1. โอกาสที่จะเกิดโฮโมพอลิเมอร์นั้นมีน้อยกว่าวิธี Grafting form
2. สามารถควบคุมความยาวของสายโซ่สาขาได้ตามความต้องการ
3. เพื่อป้องกันการเกิดการแยกเฟสของสายโซ่หลักและสายโซ่สาขา ต้องควบคุมความยาวของโซ่สาขาไม่ให้มากเกินไปเทคนิคนี้เราสามารถควบคุมได้ง่ายกว่าวิธี Grafting onto

### ข้อเสีย

1. ในกรณีที่ต้องการเตรียมโซ่สาขาที่มีความยาวมากเกินไปนั้นยังไม่สามารถเตรียมผ่านเทคนิคนี้ได้เช่นกัน
2. ต้องใช้เวลาในการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์
3. ต้องแน่ใจว่าแมคโครมอนอเมอร์ที่นำมาใช้สังเคราะห์นั้นมีความบริสุทธิ์สูงจากเทคนิคการเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์ที่กล่าวมาแล้งข้างต้นทั้ง 3 วิธีพบว่าวิธีเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์ผ่านแมคโครมอนอเมอร์นั้น เป็นวิธีที่ดีที่สุด

ดังนั้น โครงการพิเศษนี้ให้ความสนใจในการสังเคราะห์ แมคโครมอนอเมอร์ โดยหวังว่าจะสามารถนำมาเตรียมกราฟท์โคพอลิเมอร์ที่เป็นประโยชน์ต่อไปได้

### บทที่ 3

#### การทดลอง

สารเคมีและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี	เกรด	บริษัทผู้ผลิต
1. $\alpha, \omega$ ไฮดรอกซีเทอร์มิเนเตด พอลิบิวตะไดอิน	การค้า	ได้รับการอนุเคราะห์จาก กองทัพอากาศ
2. พอลิเอเทอร์พอลิโออล	วิเคราะห์	ไทยพอลิยูรีเทนอินดัสทรี
3. เจฟฟามีน D-400	วิเคราะห์	Fluka Chemical
4. เบนโซอิลคลอไรด์	วิเคราะห์	Fluka Chemical
5. กรดอะคริลิก	วิเคราะห์	Fluka Chemical
6. ไฮโดรควิโนน	การค้า	MERCK
7. คลอโรฟอร์ม	การค้า	MERCK
8. น้ำกลั่น	การค้า	องค์การเบตเตอร์รี่
9. โซเดียมไฮดรอกไซด์	วิเคราะห์	J.T.Baker Inc.
10. โซเดียมซัลเฟตแอน ไฮดรัส	วิเคราะห์	Fluka Chemical
11. อะซิโตน	การค้า	MERCK
12. กรดซัลฟูริก 98%	วิเคราะห์	J.T.Baker Inc
13. น้ำแข็งแห้ง(dryice)	การค้า	บริษัทผลิตภัณฑ์อากาศจำกัด
14. เมทิลลีนคลอไรด์	วิเคราะห์	J.T.Baker Inc.
15. สไตรีนมอนอเมอร์	การค้า	Fluka Chemical

### เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. ชุดกลั่นสุญญากาศ ประกอบด้วย เทอร์โมมิเตอร์ ป้อนน้ำ ขวดก้นกลม คอนเดนเซอร์ และเครื่องทำความเย็น
2. ชุดกลั่นธรรมดา ประกอบด้วย เทอร์โมมิเตอร์ ขวดก้นกลม ขวดสามคอ คอนเดนเซอร์ Distillation adapter , Receiving adapter , เครื่องทำความเย็น
3. เครื่องกรองสุญญากาศ รุ่น A-3S บริษัท Tokyorikakai จำกัด
4. เครื่องปั่นกวนเชิงกล รุ่น RW 20 DZM บริษัท เบคไทย จำกัด
5. ใบพัดกวนรูปครึ่งวงกลม
6. เทอร์โมมิเตอร์ 0-100 องศาเซลเซียส และ 0-300 องศาเซลเซียส
7. อ่างน้ำ (Water bath) พร้อมเครื่องควบคุมอุณหภูมิ รุ่น Buchi 461 บริษัท Buchi จำกัด
8. เครื่องให้ความร้อน(Heating mantle) รุ่น CAT NO EM 1000/CE บริษัท Electrothermal
9. เครื่องให้ความร้อน(Hot plate) รุ่น IKAMAB บริษัท เบคไทย จำกัด
10. เทอร์โมมิเตอร์แบบมีข้อต่อ อุณหภูมิ 0-250 องศาเซลเซียส และ 0-360 องศาเซลเซียส
11. เครื่องชั่งทศนิยม 2 ตำแหน่ง รุ่น MCT Analysis บริษัท Sact vius จำกัด
12. หลอดฉีดยา(syring)
13. Dropping funnel
14. หม้อปฏิกิริยาขนาด 2000 มิลลิลิตร บริษัท PYREX จำกัด
15. เครื่องกวนแบบ Rotavapor รุ่น RE 120 บริษัท Buchi จำกัด
16. เครื่อง FTIR (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer) รุ่น System 2000 FT-IR บริษัท Perkin Elmer
17. เครื่อง NMR (Neuclear Magnetic Spectrometer) บริษัท Buker
18. เครื่อง Raman Spectrometer รุ่น System 2000 FT-Raman บริษัท Perkin Elmer
19. เครื่อง UV/VIS (Ultraviolet/Visible Spectrophotometer) รุ่น UV 7800 บริษัท Jasco จำกัด
20. เครื่อง Thermo Gravimetric Analyzer (TGA) รุ่น TGA-7 บริษัท Perkin Elmer
21. เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) รุ่น DSC-7 บริษัท Perkin Elmer
22. เครื่องแก้วต่างๆที่มีความจำเป็นในห้องปฏิบัติการ เช่น ปีกเกอร์ ขวดวัดปริมาตร กรวยแก้ว ขวดก้นกลม

### วิธีการทดลอง

#### 3.1 วิธีการสังเคราะห์อะคริไลดิลคลอไรด์มอนอเมอร์โดยวิธีการกลั่นแบบธรรมดา

##### ขั้นตอนที่ 1

ชั่งเบนโซอิลคลอไรด์ 281 กรัม(2 โมล)และกรดอะคริลิก 72 กรัม(1 โมล)ลงในขวดสามคอ ขนาด 500 มิลลิลิตรเติมไฮโดรควิโนน 2.1 กรัม(1.5% ของกรดอะคริลิก) เศษกระเบื้อง(boiling chip) 2-3 ชิ้น ทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิไม่เกิน 140 องศาเซลเซียส

##### ขั้นตอนที่ 2

เตรียมชุดกลั่นแบบธรรมดานำสารละลายที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 มากลั่นโดยควบคุมจุดเดือดของความเป็นไอให้อยู่ในช่วง 70-90 องศาเซลเซียส ใช้เวลากลั่น 5-6 ชั่วโมง จนสารละลายมีสีเข้มขึ้นและจุดเดือดลดลง

##### ขั้นตอนที่ 3

กลั่นอะคริไลดิลคลอไรด์มอนอเมอร์ให้บริสุทธิ์อีกครั้งโดยทิ้งสารที่มีจุดเดือดต่ำและเก็บสารที่มีจุดเดือดคงที่ในช่วง 76-78 องศาเซลเซียส

##### ขั้นตอนที่ 4

หาปริมาณอะคริไลดิลคลอไรด์มอนอเมอร์ที่เกิดขึ้น (% yield) โดยคำนวณจากจำนวนโมลของสารตั้งต้นคือเบนโซอิลคลอไรด์ และ กรดอะคริลิก คำนวณจำนวนโมลของอะคริไลดิลคลอไรด์มอนอเมอร์ที่กลั่นได้ในแต่ละครั้งหาปริมาณอะคริไลดิลคลอไรด์ได้จากสูตร

$$\% \text{ อะคริไลดิลคลอไรด์มอนอเมอร์ที่เกิดขึ้น} = A \cdot 100 / B$$

A = จำนวนโมลของอะคริไลดิลคลอไรด์มอนอเมอร์ที่กลั่นได้

B = จำนวนโมลของสารตั้งต้น

#### 3.2 วิธีการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ไวนิลที่ปลายสายโซ่

##### 3.2.1 การสังเคราะห์ $\alpha,\omega$ -อะคริไลดิลพอลิวิตะไดอิน

##### ขั้นตอนที่ 1

ทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบบัลค์ โดยชั่ง  $\alpha,\omega$ -ไฮดรอกซีเทอร์มินเตตพอลิวิตะไดอิน 280 กรัม ไฮโดรควิโนน 5.6 กรัม(2 %ของอะคริไลดิลคลอไรด์มอนอเมอร์)และกะตาลีสต์ 2-3 หยด ลงในขวดสามคอขนาด 500 มิลลิลิตรที่ห่อด้วยกระดาษอลูมิเนียมซึ่งอะคริไลดิลคลอไรด์มอนอเมอร์ 36.2 กรัม(2 เท่าของน้ำหนักสมมูล)ลงในDropping funnelทำการปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นเชิงกลโดยมีเทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิตลอดเวลา ค่อยๆหยดอะคริไลดิลคลอไรด์มอนอเมอร์ที่

ลดหาคความคุมอุณหภูมิให้ไม่เกิน 45 องศาเซลเซียสจนหมด ให้ความร้อนชุดปฏิริยาด้วยเครื่องให้ความร้อน(hot plate)ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เพื่อรักษาระดับอุณหภูมิคงที่ตลอดเวลา

ทำการทดลองทั้งหมด 4 ชุดการทดลองดังต่อไปนี้ ชุดที่ 1 เวลา 7 ชั่วโมง ไม่เติมคะตาลีส 1 การทดลอง ชุดที่ 2 3 4 เวลา 16 24 36 ชั่วโมง ชุดละ 2 การทดลองใช้กรดซัลฟูริก 98 % และโซเดียมไฮดรอกไซด์ในแต่ละชุดเป็นคะตาลีส รวมทั้งหมด 7 การทดลอง

### ขั้นตอนที่ 2

นำพอลิเมอร์ที่ได้มาทำการสกัดอะครีโลอิลคลอไรด์มอนอเมอร์ที่มากเกินไปลงในหม้อปฏิริยาขนาด 2000 มิลลิลิตร เติมน้ำเปล่า 500 ลบ.ซม. โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มอล 20 ลบ.ซม. ทำการปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นกวนเชิงกลให้พอลิเมอร์สัมผัสกับน้ำมากที่สุด เป็นเวลา 10 นาที ทำซ้ำหลายครั้งจนค่าความเป็น กรด-ด่าง มีค่า 6.5-7

### ขั้นตอนที่ 3

นำพอลิเมอร์ที่ได้มาทำการดูดความชื้นด้วยโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัสใช้แห้งแก้วกวนให้เข้ากันนำไปเก็บไว้ในที่มีคเป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อป้องกันการเกิดการสลายตัวด้วยแสง

### ขั้นตอนที่ 4

นำพอลิเมอร์จากขั้นตอนที่ 3ไปอบในตู้อบสูญญากาศ (vacuum oven) 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 ชั่วโมงและนำพอลิเมอร์ที่อบเก็บในตู้เย็นเพื่อที่จะนำไปทดสอบคุณลักษณะต่อไป

## 3.2.2 วิธีการสังเคราะห์ $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิลพอลิพรอพิลีน ไกลคอล

### ขั้นตอนที่1

ทำปฏิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบบัลค์โดยซัง $\alpha,\omega$ ไฮดรอกซีเทอร์มินเตดพอลิพรอพิลีน ไกลคอล 250 กรัมไฮโดรควิโนน5กรัม(2%ของอะครีโลอิลคลอไรด์มอนอเมอร์)และคะตาลีสต์ 2-3 หยดลงในขวดสามคอขนาด500มิลลิลิตรที่ห่อด้วยกระดาษอลูมิเนียม ซังอะครีโลอิลคลอไรด์มอนอเมอร์ 45.25 กรัม (2 เท่าของน้ำหนักสมมูล) ลงใน Dropping funnel ทำการปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นเชิงกล โดยมีเทอร์โมมิเตอร์วัดตลอดเวลาค่อยๆหยดอะครีโลอิลคลอไรด์มอนอเมอร์ที่ลดหาคความคุมอุณหภูมิให้ไม่เกิน 45 องศาเซลเซียสจนหมด ให้ความร้อนชุดปฏิริยาด้วยเครื่องให้ความร้อน(hot plate) ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เพื่อรักษาระดับอุณหภูมิให้คงที่ตลอดเวลา

ทำการทดลองทั้งหมด 4 ชุดการทดลองดังต่อไปนี้ ชุดที่ 1 เวลา 7 ชั่วโมง ไม่เติมคะตาลีส 1 การทดลอง ชุดที่ 2 3 4 เวลา 16 24 36 ชุดละ 2 การทดลอง เติมคะตาลีส กรดซัลฟูริก 98 % และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ในแต่ละชุด รวมทั้งหมด 7 การทดลอง

### ขั้นตอนที่ 2

นำพอลิเมอร์ที่ได้มาสกัดอะครีโลอิลคลอไรด์มอนอเมอร์ที่มากเกินไปลงในหม้อปฏิกริยา ขนาด 2000 มิลลิลิตร เติมน้ำเปล่า 500 ลบ.ซม.เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มอล 20 ลบ.ซม.ทำการปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นกวนเชิงกลให้พอลิเมอร์สัมผัสกับน้ำมากที่สุดเป็นเวลา 10 นาที ทำซ้ำหลายครั้งจนค่าความเป็นกรด-ด่าง มีค่า 6.5-7

### ขั้นตอนที่ 3

นำพอลิเมอร์ที่ได้ มาทำการดูดความชื้นด้วยโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัสใช้แห้งแก้วกวนให้ เข้ากันนำไปเก็บไว้ในที่มีดเป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อป้องกันการเกิดการสลายตัวด้วยแสง

### ขั้นตอนที่ 4

นำพอลิเมอร์จากขั้นตอนที่ 3 ไปอบในตู้อบสูญญากาศ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 ชั่วโมงและนำพอลิเมอร์ที่อบไปเก็บในตู้เย็นเพื่อที่จะนำไปทดสอบคุณลักษณะต่อไป

## 8.2.3 การสังเคราะห์ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิล-โอ โอ-บีส-(2-อะมิโนพอรอพิล)พอลิพอรอพิลีน ไกลคอล (เจฟฟามีน D400)

### ขั้นตอนที่ 1

ทำปฏิกริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบสารละลายโดยซังโดยซังโอ,โอ-บีส-(2-อะมิโนพอรอพิล)พอลิพอรอพิลีนไกลคอล(เจฟฟามีนD 400) 40 กรัมไฮโดรควิโนน 1 กรัม คลอโรฟอร์ม 120 กรัม (3 เท่าโดยน้ำหนักของสารตั้งต้น) และคะตาลีสต์ 2-3 หยดลงในขวดสามคอขนาด 500 มิลลิลิตรที่ห่อด้วยกระดาษอลูมิเนียมซังอะครีโลอิลคลอไรด์มอนอเมอร์ 67.85 กรัม (2 เท่าของน้ำหนักสมมูล)ลงใน Dropping funnel ทำการปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นกวนเชิงกลโดยมีเทอร์โมมิเตอร์ วัดตลอดเวลา ค่อยๆหยดอะครีโลอิลคลอไรด์มอนอเมอร์ ทีละหยดควบคุมอุณหภูมิไม่เกิน 45 องศาเซลเซียส จนหมดให้ความร้อนชุดปฏิกริยาด้วยเครื่องให้ความร้อน(hot plate)ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียสเพื่อรักษาระดับอุณหภูมิให้คงที่ตลอดเวลา

ทำการทั้งหมด 4 ชุดการทดลองดังต่อไปนี้ชุดที่ 1 2 3 4 เวลาการสังเคราะห์ 7 16 24 36 ชั่วโมง ตามลำดับชุดละ 2 การทดลองและเติมคะตาลีสต์คือ กรดซัลฟูริก 98 % และโซเดียมไฮดรอกไซด์ในแต่ละชุด รวมทั้งหมด 8 การทดลอง

### ขั้นตอนที่ 2

นำสารละลายที่ได้ไปกำจัดตัวทำละลายออกโดยใช้เครื่อง Evaporator ให้มากที่สุดได้เป็นพอลิเมอร์ที่หนักขึ้น

### ขั้นตอนที่ 3

นำพอลิเมอร์ที่ได้มาสกัดอะครีโลอิลคลอไรด์มอนอเมอร์ที่มากเกินไปโดยวิธีการสกัด Extraction เติมน้ำ 20 ลบ.ซม. และ โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มอล 10 ลบ.ซม. ทำการสกัดหลายครั้งจนค่าความเป็นกรด-ด่างมีค่า 6.5-7

### ขั้นตอนที่ 4

นำพอลิเมอร์ที่ได้มาดูดความชื้นด้วย โซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส ใช้แห้งแก้วกวนให้เข้ากันนำไปเก็บไว้ในที่มืดเป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อป้องกันการเกิดการสลายตัวด้วยแสง

### ขั้นตอนที่ 5

นำพอลิเมอร์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 4 ไปอบในตู้อบสูญญากาศ 40 องศาเซลเซียสเวลา 30 ชั่วโมงและนำพอลิเมอร์ที่อบไปเก็บในตู้เย็นเพื่อที่จะนำไปทดสอบคุณลักษณะต่อไป

## 3.2.4 การศึกษาอุณหภูมิและช่วงเวลาที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของแมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ไวนิลอยู่ที่ปลายสายโซ่กับสไตรีนโดยใช้เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์

### ขั้นตอนที่ 1 การเตรียมสไตรีนมอนอเมอร์ให้บริสุทธิ์โดยการกลั่นสูญญากาศ

นำสไตรีนมอนอเมอร์ที่มีตัวยับยั้งปฏิกิริยา 300 ลบ.ซม. มาทำการสกัดด้วยขี้ผึ้งออกด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 40 % 2 ครั้ง จากนั้นนำสไตรีนมอนอเมอร์ไปล้างด้วยน้ำกลั่นปรับค่าความเป็นกรด-ด่างจนกระทั่งเป็นกลางแล้วนำไปใส่ขวดสามคอขนาด 500 มิลลิลิตรที่ห่อด้วยกระดาษอลูมิเนียมจัดชุดกลั่นสูญญากาศให้ความร้อนด้วยเครื่องให้ความร้อน (heating mantle) จนกระทั่งเริ่มมีหยดสไตรีนมอนอเมอร์หยดออกมา ปรับความร้อนให้อัตราการไหลลงที่ ๓. อุณหภูมิของไอที่ 100 องศาเซลเซียสกลั่นจนของเหลวในขวดสามคอเริ่มหนืดและลดน้อยลงจึงนำสไตรีนที่เตรียมไว้มากลั่นต่อไปอีกจนได้ปริมาณตามต้องการ

### ขั้นตอนที่ 2 การเตรียมการตกผลึกใหม่ของ AIBN

เทอะซีโตนจำนวน 30 ลบ.ซม. ในบีกเกอร์ 500 มิลลิลิตร ละลาย AIBN ใช้แห้งแก้วคนจนสารละลายเริ่มอิมตัว นำสารละลายที่ได้ให้ความร้อนโดยเครื่องให้ความร้อน (hot plate) 50 องศาเซลเซียส จนกระทั่งสารละลายเริ่มอิมตัวอีกครั้ง นำสารละลายที่ได้ไปกรองขณะร้อนและรอให้เย็นจึงนำผลึก AIBN ที่ได้ใส่ขวดเก็บในตู้เย็น

ขั้นตอนที่ 3 วิธีการศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยา พอลิเมอร์ไรเซชันของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง3ชนิดกับสไตรีนมอนอเมอร์โดยใช้เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่ง แคลอริมิเตอร์

ก. ชั่งสไตรีนมอนอเมอร์ 6 กรัม AIBN 2% โดยน้ำหนักสไตรีนมอนอเมอร์ชั่ง  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิวิตะไดอิน 4 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ลบ.ซม. ด้วยเครื่องชั่งละเอียดจากนั้นทำการกวน สารละลายให้เข้ากันโดยให้ AIBN ละลายให้หมด ใช้หลอดฉีดยา (Syring) ฉีดสารละลายใส่แพนเพียงเล็กน้อย นำไปชั่งให้ได้น้ำหนักแน่นอนด้วยเครื่องชั่งละเอียด ทำการสแกนหาอุณหภูมิที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันโดยสังเกตจากค่า Heat flow ที่เป็นเอกโซเทอร์มิก(คายความร้อน)ที่มากที่สุดโดยใช้อัตราสแกน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

ข. ทำเหมือนข้อ ก. แต่เปลี่ยนจาก  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิวิตะไดอินเป็น  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิพรอพิลีนไกลคอล และเอ็น เอ็น-อะคริโลลิด-โอ โอ-บิส-(2-อะมิโนพรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล

### 3.3 การตรวจสอบคุณลักษณะของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้

#### 3.3.1 การตรวจสอบคุณลักษณะของอะคริโลลิดคลอไรด์มอนอเมอร์

การตรวจสอบโดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปกโตรสโคปี

ส่งอะคริโลลิดคลอไรด์มอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบคาร์บอน-13 NMR และโปรตอน H-NMR ด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer, NMR)ความถี่คลื่นวิทยุ 300 เมกกะเฮิร์ต ที่ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งใช้  $CDCl_3$  เป็น external standard ,TMS เป็นInternal reference ในการตรวจสอบ คาร์บอน-13 ความถี่เรโซแนนซ์อยู่ในช่วง 0-200 ppm และจำนวนสแกนขึ้นกับความเข้มข้นที่ใช้

3.3.2 การตรวจสอบคุณลักษณะ  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิวิตะไดอิน  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล และ เอ็น เอ็น-อะคริโลลิด-โอ โอ-บิส-(2-อะมิโนพรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล

ก. การหาหมู่ทำหน้าที่เฉพาะโดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

นำพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์(Fourier Transform Infrared Spectrophotometer , FTIR)

สารตัวอย่างเป็นของเหลว

ป้ายสารตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยลงบนผลึกโซเดียมคลอไรด์ทรงกลม (NaCl disc)จากนั้นนำไปตรวจสอบด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์เลขคลื่น  $600\text{ cm}^{-1}$  -  $4000\text{ cm}^{-1}$  จำนวนสแกน 16 ครั้ง แหล่งกำเนิดแสงชนิดหลอดทั้งสแตนด์เครื่องตรวจวัดชนิดดีวทีเรตไตร ไกลซีนซัลเฟต (Deuterate triglycine sulfate : DTGS)

ข. การหาหมุ่ทำหน้าที่เฉพาะโดยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปี

นำพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบด้วยเครื่องรามานสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Raman Spectrometer) จำนวนสแกน 20 ครั้ง

สารตัวอย่างเป็นของเหลว

เทสารตัวอย่างลงในหลอดทดลองขนาดเล็กจากนั้นนำไปตรวจสอบด้วยเครื่องรามานสเปกโตรโฟโตมิเตอร์เลขคลื่น  $600 \text{ cm}^{-1}$  -  $3600 \text{ cm}^{-1}$

ค. การตรวจสอบโดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปกโตรสโคปี

ส่งพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบ คาร์บอน-13 NMR และโปรตอน- NMR ด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปกโตรมิเตอร์ ( Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer NMR ) ความถี่คลื่นวิทยุ 300 เมกกะเฮิร์ต ที่ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยซึ่งใช้  $\text{CDCl}_3$  เป็น external standard TMS เป็น Internal reference ในการตรวจสอบคาร์บอน-13 ความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ อยู่ในช่วง 0-200 ppm

ง. การตรวจสอบค่า  $T_g$  โดยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (DSC)

สารตัวอย่างเป็นของเหลว

นำหลอดชนิดยานีดสารใส่แผ่นสำหรับเครื่อง DSC ซึ่งหาปริมาณสารที่แน่นอนและเนื่องมาจากสารตัวอย่างเป็นของเหลวการศึกษาค่า  $T_g$  จึงต้องทำที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง (Sub-ambient) โดยใช้ไนโตรเจนเหลว อัตราการสแกน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที อุณหภูมิเริ่มต้น -120 องศาเซลเซียส ถึง 50 องศาเซลเซียส ทำการทดสอบ 2 ครั้งต่อสารตัวอย่าง 1 ชนิด

จ. การตรวจสอบโดยเทคนิค Thermo Gravimetric Analysis (TGA)

สารตัวอย่างเป็นของเหลว

ซึ่งสารตัวอย่างใส่แผ่นให้แน่นอนด้วยเครื่องชั่งละเอียด นำสารตัวอย่างไปทดสอบด้วยเครื่อง TGA ที่อุณหภูมิเริ่มต้น 40 องศาเซลเซียส ถึง 700 องศาเซลเซียส โดยอัตราสแกน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที เพื่อศึกษาการสลายตัวของแมคโครมอนอเมอร์และเปอร์เซนดน้ำหนักที่สูญหาย

ฉ. การตรวจสอบการแจกแจงน้ำหนักโมเลกุลโดยเทคนิคเจลเพอร์มิเอชันโครมาโตกราฟี

สารตัวอย่างเป็นของเหลว

ละลายสารตัวอย่างด้วยสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran) ให้มีความเข้มข้นประมาณ 0.5 เปอร์เซ็นต์ บรรจุใส่หลอดทดลองขนาดเล็กที่ใช้สำหรับเครื่องโดยเฉพาะ จากนั้นนำไปทดสอบด้วยเครื่อง GPC ที่ภาควิชาเคมี สาขา พอลิเมอร์ มหาวิทยาลัยมหิดล เพื่อศึกษาการแจกแจงน้ำหนักโมเลกุลแบบต่าง ๆ ของแมคโครมอนอเมอร์

ข.การศึกษาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยเทคนิค DSC

สารตัวอย่างเป็นของเหลว

ใช้หลอดชนิดขาคีสารตัวอย่างลงในแพนสำหรับเครื่อง DSC ชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งละเอียดให้แน่นอน ทำการสแกนหาช่วงอุณหภูมิที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน ด้วยอัตราสแกน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิจารณ์

#### 4.1 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ $\alpha, \omega$ -อะครีโลลพอลิบิวตะไดอิน ( $\alpha, \omega$ acryloyl-polybutadiene)

การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมคโครมอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้นี้มี การศึกษาทั้งหมด 4 ช่วงเวลา คือ 7 16 24 และ 36 ชั่วโมง และในสภาวะที่มี 2 ตัวเร่ง ปฏิกริยา คือ กรดซัลฟูริกหรือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ การตรวจสอบคุณลักษณะของมอโนเมอร์ที่ สังเคราะห์สามารถใช้เทคนิคต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

- 4.1.1 ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)
- 4.1.2 รามานสเปกโตรสโคปี (Raman Spectroscopy)
- 4.1.3 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (Nuclear Magnetic Resonance)
- 4.1.4 เจลเพอร์มิเอชันโครมาโตกราฟี (Gel Permeation Chromatography)
- 4.1.5 เทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิส (Thermo Gravimetric Analysis)
- 4.1.6 ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter)

#### 4.1.1 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ $\alpha, \omega$ -อะครีโลล พอลิบิวตะไดอิน ( $\alpha, \omega$ -acryloylpolybutadiene) ที่สังเคราะห์ได้โดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรสโคปี

เมื่อนำแมคโครมอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอิน ฟราเรดสเปกโตรสโคปี พบว่าสารที่ได้จากการสังเคราะห์มีหมู่ที่ทำให้เกิดการสั่นหลักซึ่งสามารถ บ่งบอกถึงประเภทของหมู่ทำหน้าที่เฉพาะ (functional group) ของโมเลกุลได้

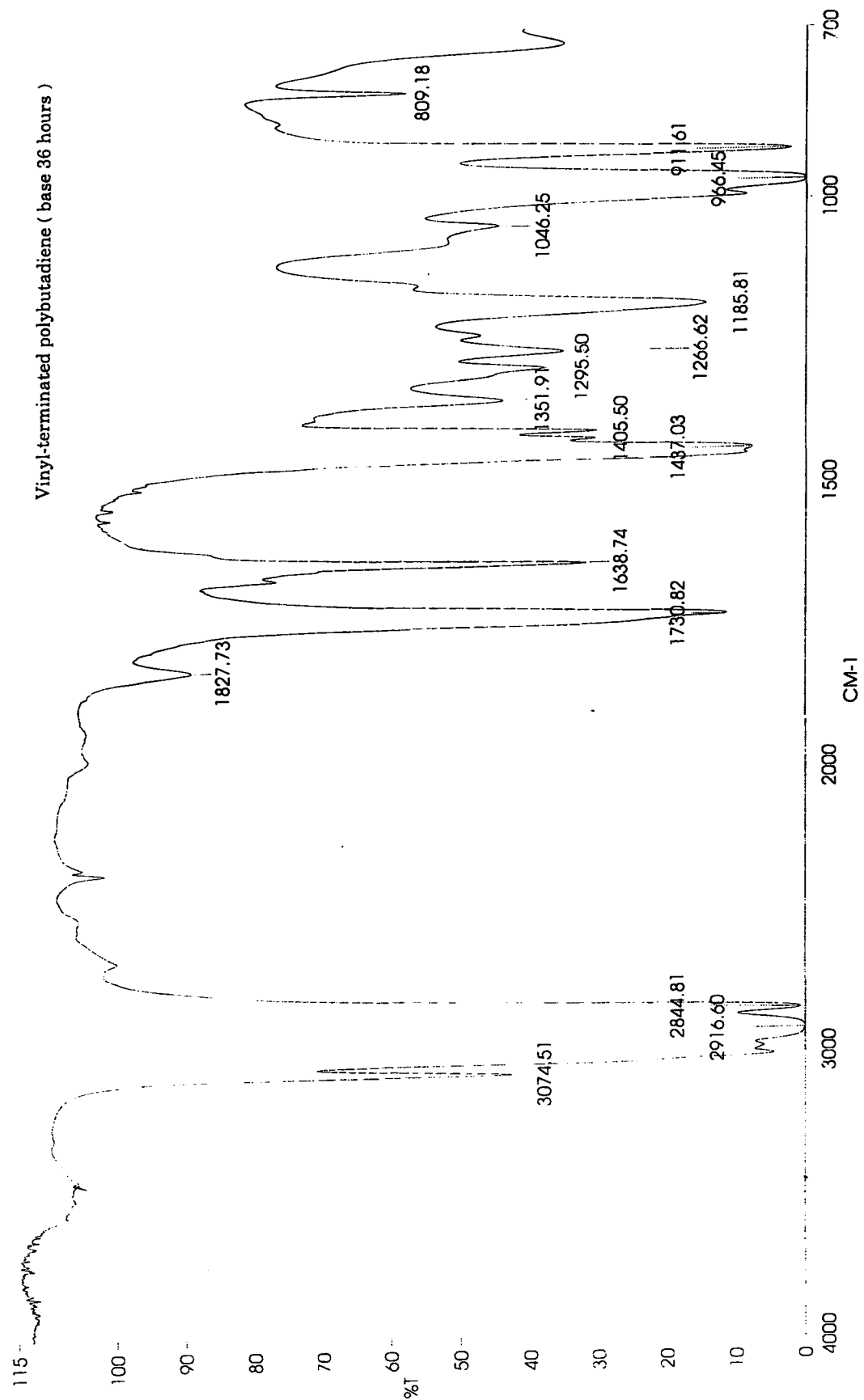
จากการพิจารณาสเปกตรัมของแมคโครมอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ในทุกสภาวะ การทดลองพบว่าเกิดการสั่นหลักคล้ายกันดังนั้นสามารถบอกได้ว่าทุกสภาวะการทดลองมีผลต่อ การเกิดโครงสร้างทางเคมีของแมคโครมอโนเมอร์เหมือนกันแต่มีผลมีปริมาณการเกิดต่างกัน ซึ่ง จากการวิเคราะห์ทำให้ทราบได้ว่าสภาวะการทดลองที่ดีที่สุดสำหรับการสังเคราะห์คือ เวลาที่ใช้ใน การทดลอง 36 ชั่วโมง ส่วนชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิดสามารถทำให้เกิดปฏิกิริยาได้ดีพอกัน

และพบว่าเปอร์เซ็นต์การผ่านของแสงลดน้อยลงเมื่อเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์เพิ่มมากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.1 และพบชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงเลขคลื่น,เปอร์เซ็นต์การผ่านของแสง และชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของ **๙,๑**-อะครีโลลิลพอลิবিวตะโคอินแมคโครมอนอเมอร์โดยมีสภาวะการทดลองคือ เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และ โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ความยาวคลื่น ( $\text{cm}^{-1}$ )	เปอร์เซ็นต์การผ่านของแสง	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
3450	106	O-H stretching	มีความเข้มข้น
3074	43	C-H unsat. stretching	น้อย
2916	0	C-H sat. stretching	
1730	11	C=O stretching	conjugated ester
1638	32	C=C stretching	
1437	7	C-H bending	
1351	43	C-H bending	
1185	14	C-O stretching	ติดกับหมู่
993	8	C-O stretching	carbonyl ของ ester

จากผลการวิเคราะห์สรุปได้ว่าพบการสั่นหลักที่สำคัญ เช่น C=O stretching (conjugated ester) ,C=C (stretching) เป็นต้น ซึ่งแถบ(band)เหล่านี้แสดงการสั่นหลักของโมเลกุลซึ่งเป็นส่วนประกอบโครงสร้างเคมีของแมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่อะครีโลลิลที่อยู่ปลายสายโซ่



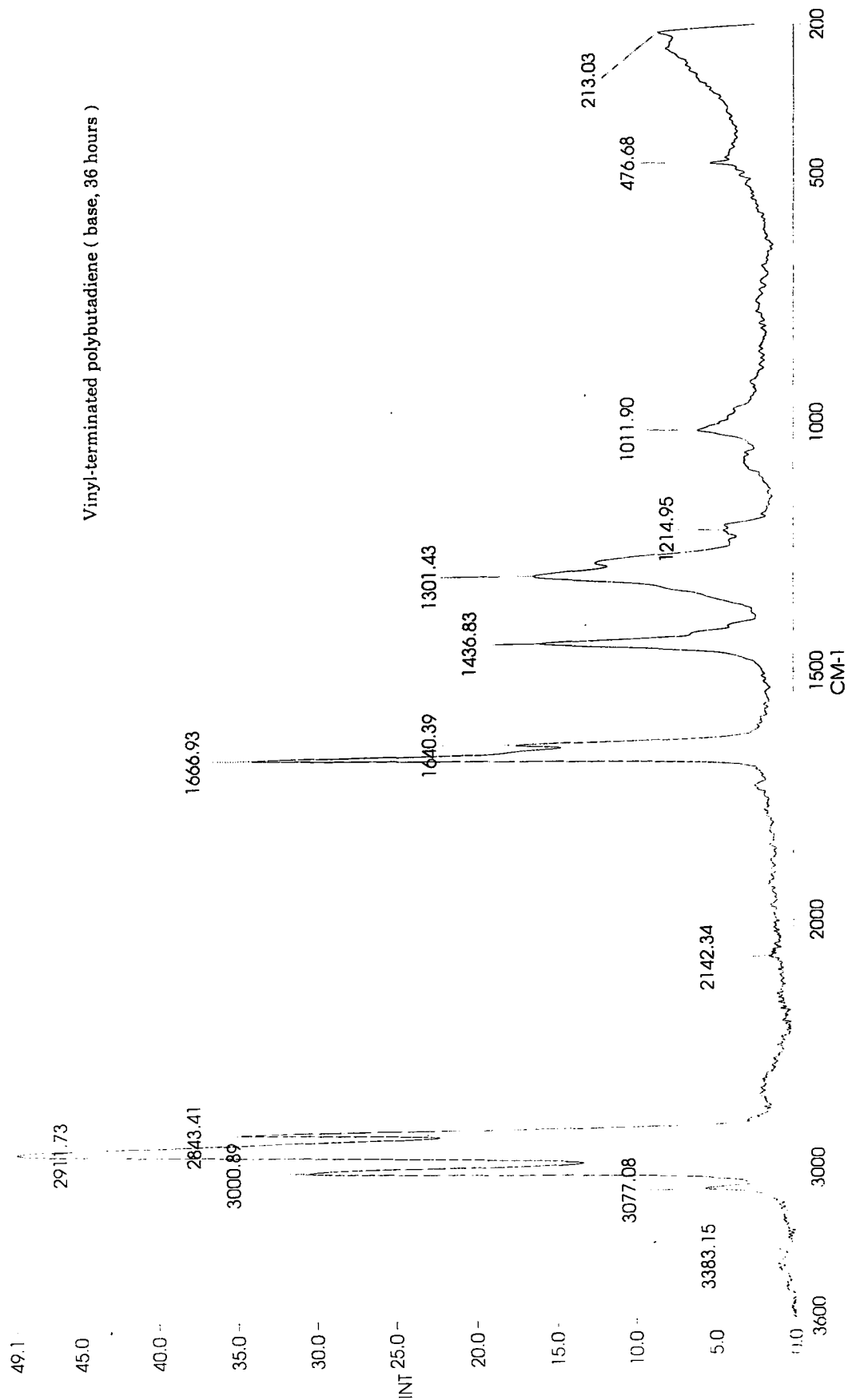
รูปที่ 4.1 แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลพอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ : เวลาที่ใช้ในการทดลอง 36 ชั่วโมง และโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ( เลขคลื่น 4000-600  $\text{cm}^{-1}$  จำนวนสแกน 16 ครั้ง ชนิดของสารตัวอย่าง: สารละลาย )

4.1.2 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลลพอลิบิวตะไดอิน ( $\alpha,\omega$ -acryloyl polybutadiene) โดยเทคนิครามานสเปกโทรสโคปี

โดยทั่วไปในการตรวจสอบหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะพบว่าเราสามารถตรวจสอบได้ด้วยเทคนิครามานสเปกโทรสโคปีได้เช่นกัน เนื่องจากว่าหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะบางหมู่ไม่สามารถเห็นชัดด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี แต่สามารถเห็นได้ชัดด้วยเทคนิคนี้ดังแสดงในรูปที่ 4.2 และพบการสั่นหลักที่สำคัญดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงเลขคลื่น,ความเข้มของแสงที่ดูดกลืนและชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลล พอลิบิวตะไดอิน เวลาที่ทำปฏิกิริยา 36 ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์

ความยาวคลื่น( $\text{cm.}^{-1}$ )	ความเข้มแสงที่ดูดกลืน	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
3077	6	C-H unsat.stretching	มีหลาย peak
3000	31	C-H sat.stretching	
1666	35	trans C=C	
1640	17	C=C stretching	
1436	16.5	C-H bending	



รูปที่ 4.2 แสดงรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลต์ พอลิบิวตะไดอีนแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ : เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (เลขคลื่น 3600-600  $\text{cm}^{-1}$  จำนวนสแกน 20 ครั้ง ชนิดของสารตัวอย่าง: สารละลาย)

#### 4.1.8 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ $\alpha,\omega$ -อะครีโลลพอลิบิวตะไดอิน

( $\alpha,\omega$ -acryloyl polybutadiene) โดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ทั้ง 2 ชนิด

จากการวิเคราะห์และตรวจสอบถึงลักษณะโดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ทั้ง 2 ชนิดสามารถบอกถึง โครงสร้างทางเคมีของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้

#### ก) การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ $\alpha,\omega$ -อะครีโลลพอลิบิวตะไดอิน

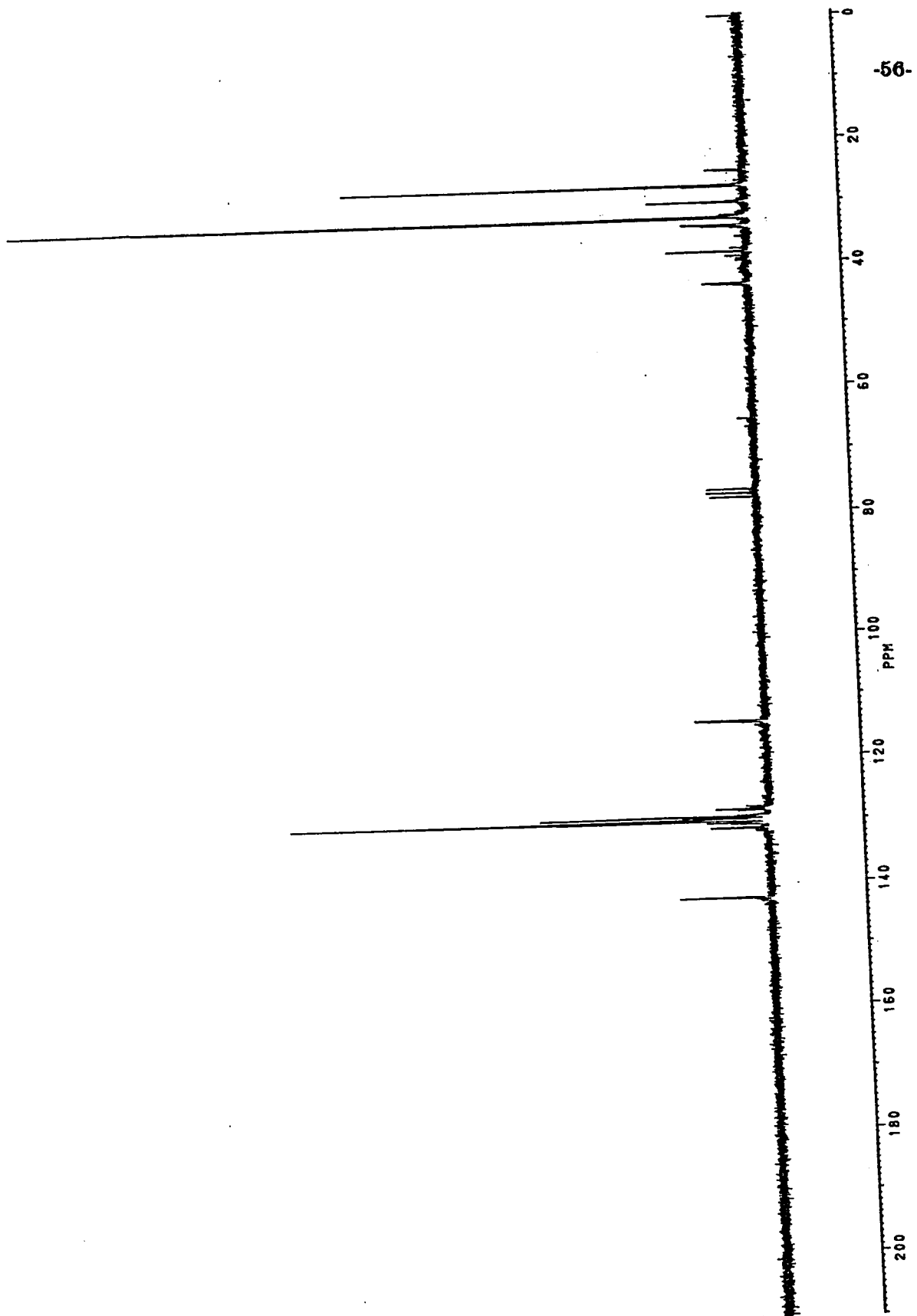
( $\alpha,\omega$ -acryloylpolybutadiene)แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ชนิดคาร์บอน 13 (  $C^{13}$ -NMR )

จากการวิเคราะห์โดยเทคนิคนี้สามารถบอกถึงลักษณะและตำแหน่งของคาร์บอนในโครงสร้างของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งทุกสภาวะการสังเคราะห์จะให้สเปกตรัมที่เหมือนกันดังตัวอย่างแสดงในรูปที่ 4.3 และผลการวิเคราะห์ในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ชนิดคาร์บอน-13 ที่พบใน  $C^{13}$ -NMR สเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลล พอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ (ppm)	ชนิดของคาร์บอน	หมายเหตุ
28-32	-CH <sub>2</sub> -	
77-79	-	CDCl <sub>3</sub>
130-135	-CH-	
142	=CH <sub>2</sub>	

จากตาราง ไม่พบชนิดของคาร์บอนที่สำคัญคือคาร์บอนิลและพันธะคู่ที่เป็นลักษณะคาร์บอนของหมู่อะครีโลลที่อยู่ปลายสายโซ่อาจจะเนื่องมาจากว่าหมู่คาร์บอนิลที่เกิดขึ้นมีปริมาณน้อยมากและหมู่พันธะคู่อาจจะซ้อนทับกับพันธะคู่ของสายโซ่หลักก็ได้



รูปที่ 4.8 แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิด คาร์บอน-13 ของ  $\alpha, \omega$ -อะคริโลลิด พอลิวิตะไดอินแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ : เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และชนิดของสารตัวอย่าง : สารละลาย

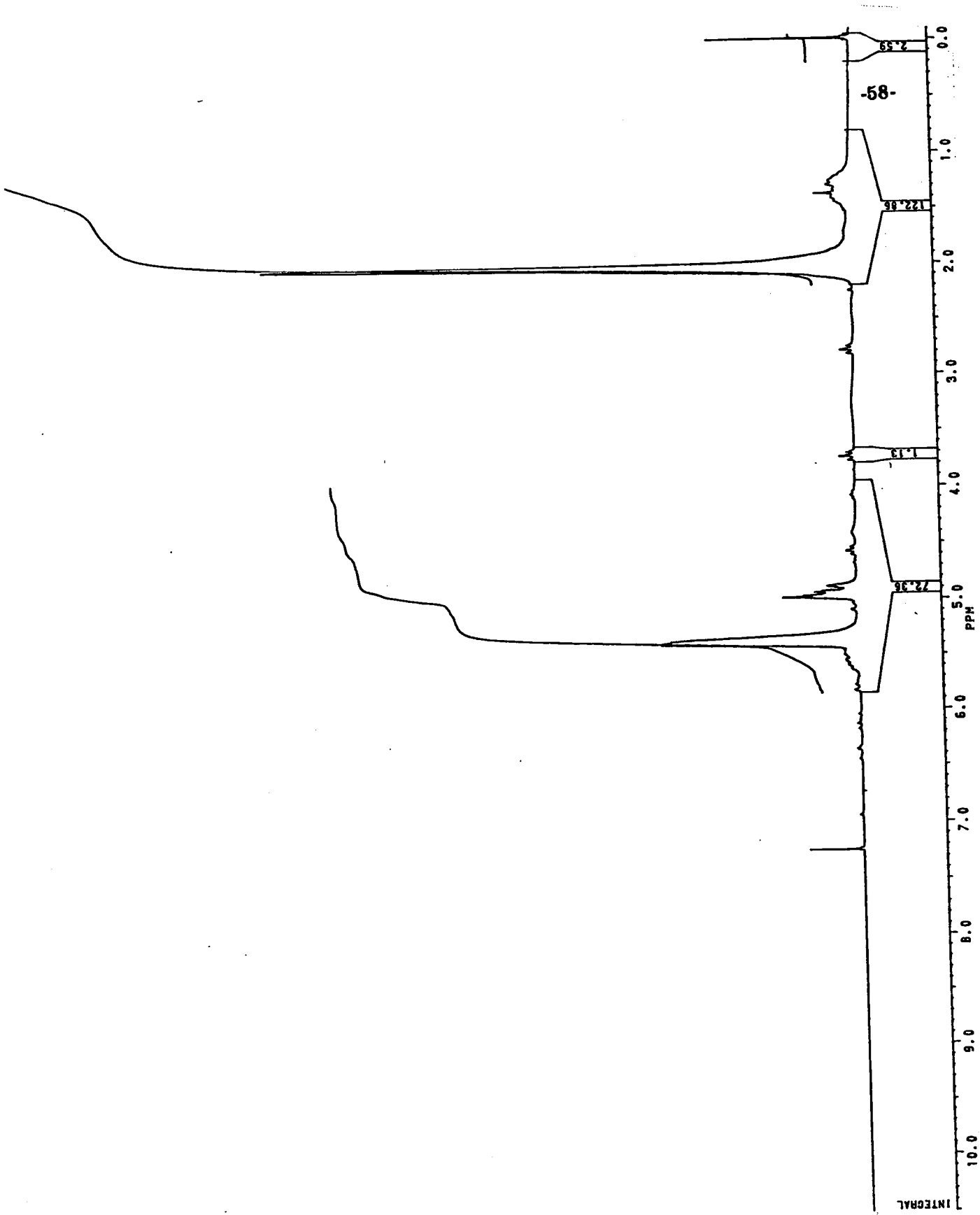
ข) การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิบิวตะไดอิน ( $\alpha,\omega$ - acryloyl polybutadiene) แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยเทคนิคนิวเคลียร์ แมกเนติกเรโซแนนซ์ ชนิดโปรตรอน (H-NMR)

จากการวิเคราะห์ชนิดและจำนวนของโปรตรอนจาก H-NMR สเปกตรัมของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยทุกสภาวะการทดลองจะให้สเปกตรัมที่เหมือนกันดังตัวอย่างแสดงในรูปที่ 4.4 และผล การวิเคราะห์ในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ชนิดของไฮโดรเจน, ความสูงของอินทิกรัลที่พบใน H-NMR สเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ เวลาการสังเคราะห์ 36 ชม. โซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ (ppm)	ชนิดของไฮโดรเจน	ความสูงของอินทิกรัล (cm.)
1.4	-CH-	1.45
2.0	-CH <sub>2</sub> -	25
3.7	-CH <sub>2</sub> -OH	น้อยมาก
4.1	-CH <sub>2</sub> -OR	น้อยมาก
5.0	=CH <sub>2</sub> -	2.8
5.4	=CH-	8.1
5.8,6.1	=CH <sub>2</sub>	น้อยมาก
6.3	=CH-COOR	น้อยมาก

จากตารางพบชนิดของโปรตรอนที่สำคัญคือ =CH<sub>2</sub> และ -CH- ที่เกิดขึ้นที่ความถี่ 5.4 5.8 และ 6.1 ppm ตามลำดับซึ่งเป็นลักษณะโปรตรอนของแมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่อะครีโลอิดอยู่ที่ปลายสายโซ่ซึ่งในกรณีนี้ไม่สามารถเปรียบเทียบความสูงของอินทิกรัลได้เพราะว่าปริมาณที่เกิดขึ้นน้อยมาก



รูปที่ 4.4 แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตรอนของ ๔,๔'-อะครีโลอิด พอลิฟิวตะไคอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ : เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และชนิดของสารตัวอย่าง : สารละลาย

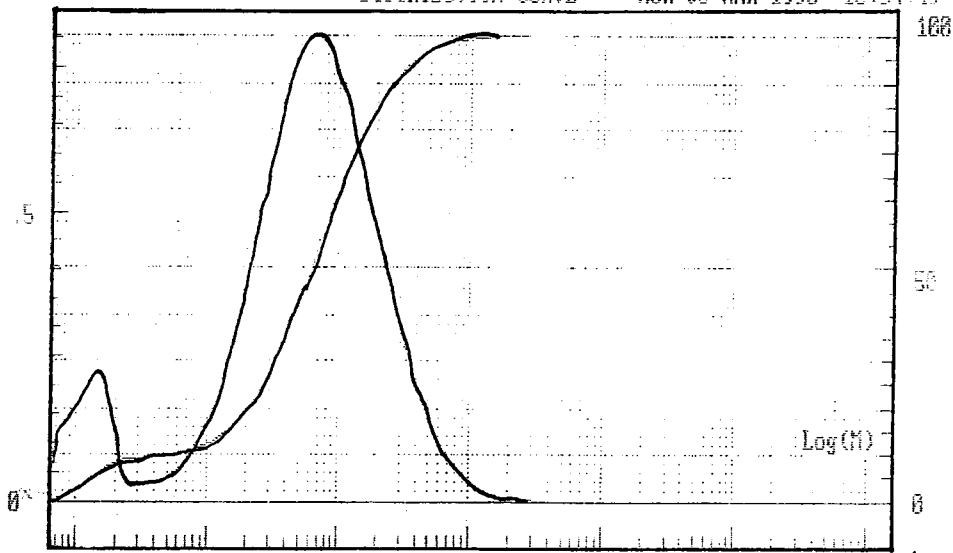
#### 4.1.4 การตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยเทคนิคเจลเพอร์

##### มิเอชันโครมาโตกราฟี

เมื่อนำแมโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากบางสภาวะการทดลองมาตรวจสอบน้ำหนักโมเลกุล โดยเทคนิคนี้สามารถหาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยต่างๆและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลได้ ตัวอย่างการตรวจสอบคุณลักษณะของแมโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ ได้แสดงในรูปที่ 4.5 และตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 แสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยและการกระจายตัวของ  $\alpha, \omega$ -อะคริโลลิตพอลิบิวตะไดอินแมโครมอนอเมอร์

ชนิดของแมโครมอนอเมอร์	Mp	Mn	Mv	Mw	Mz	P
$\alpha, \omega$ -ไฮดรอกซีเทอร์มินเตดพอลิบิวตะไดอิน (สารตั้งต้น)	5616	924.3	6145	9353	29150	10.1
$\alpha, \omega$ -อะคริโลลิตพอลิบิวตะไดอิน(7 ชั่วโมง)	7921	1299	8921	12900	37740	9.93
$\alpha, \omega$ -อะคริโลลิตพอลิบิวตะไดอิน(24 ชั่วโมง)	6645	987.7	7216	11030	34260	11.2



รูปที่ 4.5 กราฟแสดงการกระจายตัวของ  $\alpha, \omega$ -อะคริโลลิต พอลิบิวตะไดอิน แมโครมอนอเมอร์ เวลาการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง

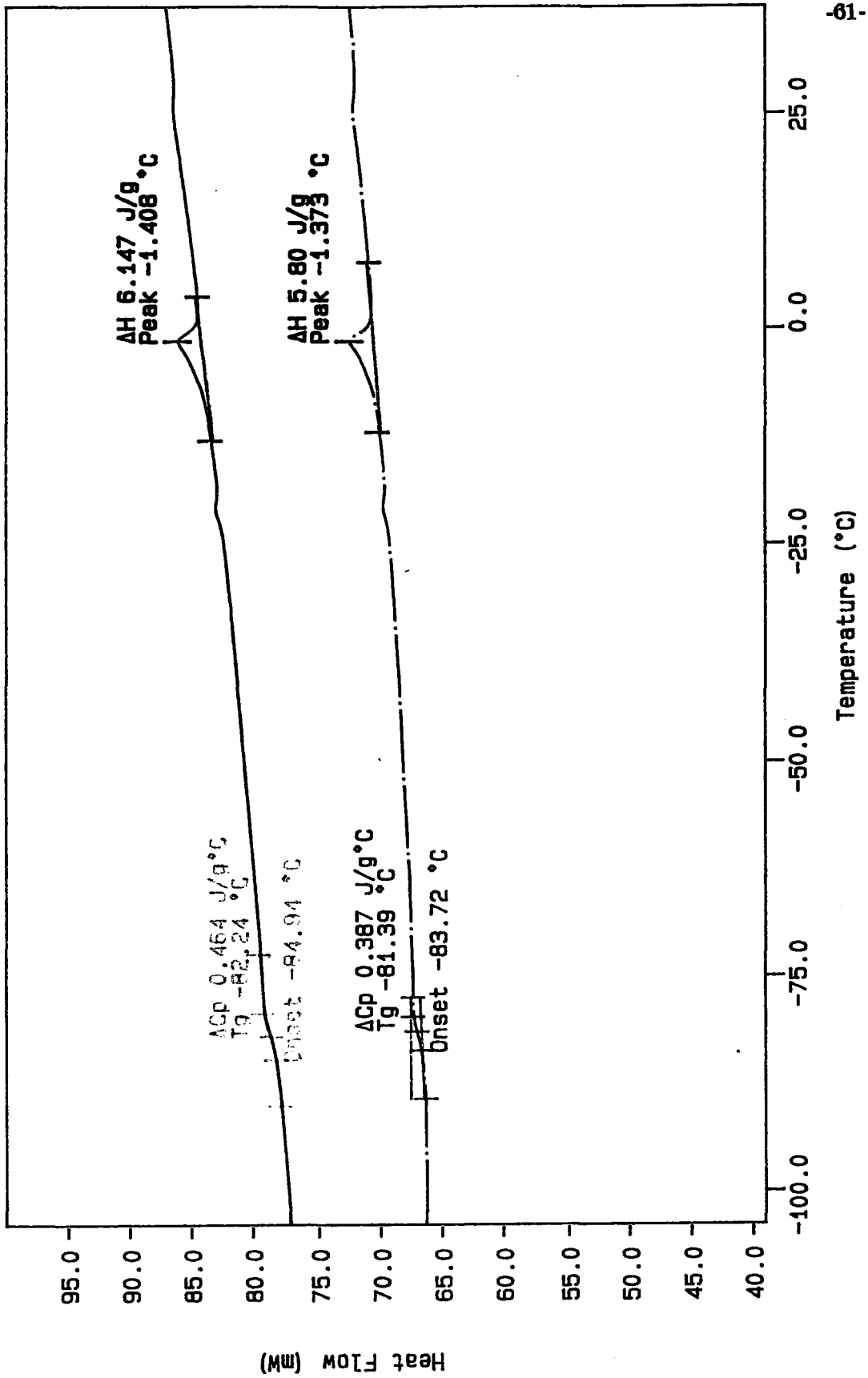
4.1.5 การวิเคราะห์และตรวจคุณลักษณะของ  $\alpha, \omega$ -อะคลิไลออลพอลิบิวตะไดอิน โดยใช้เทคนิค ดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง แคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter ; DSC)

จากการศึกษาโดยใช้เทคนิคการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนโดยใช้เครื่องดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ พบค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน(Tg) ดังแสดงในตารางที่ 4.6 และกราฟดัง แสดงในรูปที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 แสดงการค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน ดังแสดงในรูปที่ 4.6 แสดงค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชันและอุณหภูมิการหลอมเหลวของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ ของ  $\alpha, \omega$ -อะคลิไลออล พอลิบิวตะไดอิน ในสภาวะต่างๆกัน

เวลาที่ใช้สังเคราะห์ (ชม.)	อุณหภูมิกลาสทรานซิชัน( C)
7	-82.24
16	-
24	-83.09
36	-83.61

ข้อสังเกตเนื่องจากว่าจากการตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ พบว่าชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาระหว่างกรดซัลฟูริก 98 % และโซเดียมไฮดรอกไซด์ จะไม่ให้โครงสร้างของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้แตกต่างกันเลย ดังนั้นในการหาค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน จึงใช้สภาวะที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดใดก็ได้



รูปที่ 4.8 กราฟแสดงอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะของ  $\alpha, \omega$ -อะคริไลต์พอลิวิตะไดอินแมคโครมอนอเมอร์ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 7 ชั่วโมง

**4.1.6 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ  $\infty, \omega$ -อะคริไลด พอลิบิวตะไดอินโดยใช้เทคนิคของ เทอร์โมกราวิเมตริกแอนนอลิซิส (Thermo gravimetric Analysis , TGA)**

จากการศึกษาโดยใช้เทคนิคการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนโดยใช้เครื่อง เทอร์โมกราวิเมตริกแอนนอลิเซอร์ พบว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักสารเมื่อได้รับความร้อนเทียบกับอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น โดยแสดงผลสรุปไว้ในตารางที่ 4.7

**ตารางที่ 4.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์  $\infty, \omega$ -อะคริไลดพอลิบิวตะไดอิน , ช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวของสาร และ เปอร์เซนต์น้ำหนักที่สลายไป**

เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ (ชั่วโมง)	ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	ช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวของสาร (°C)	เปอร์เซนต์ที่น้ำหนักสลายไป (%)
7 ชั่วโมง	ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	98-120	6
		330-510	90
		512-579	4.16
16 ชั่วโมง	กรดซัลฟูริก 98 %	60-150	53
		320-390	2
		410-500	42
16 ชั่วโมง	โซเดียมไฮดรอกไซด์	320-400	2
		405-520	96
24 ชั่วโมง	กรดซัลฟูริก 98 %	320-400	5
		405-520	90
24 ชั่วโมง	โซเดียมไฮดรอกไซด์	338-398	5.75
		398-532	92.35
36 ชั่วโมง	กรดซัลฟูริก 98 %	347-402	11.6
		402-529	86.26
36 ชั่วโมง	โซเดียมไฮดรอกไซด์	343-396	4.87
		396-524	93.07

จากตารางข้างต้นสรุปได้ว่า $\alpha, \omega$ -อะครีโลอิลพอลิบิวตะไดอินแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้นั้นจะประกอบด้วย 2 ส่วนประกอบ โดยมีช่วงอุณหภูมิการสลายตัวที่แตกต่างกัน

ช่วงที่ 1 : อุณหภูมิการสลายตัวประมาณ 320-400 องศาเซลเซียส โดยมีเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสลายตัวประมาณ 6

ช่วงที่ 2 : อุณหภูมิการสลายตัวประมาณ 400-530 องศาเซลเซียส โดยมีเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สลายตัวประมาณ 94

แต่ในสภาวะการสังเคราะห์ในช่วงเวลา 7 ชั่วโมง และ 16 ชั่วโมงโดยใช้กรดซัลฟูริก 98 % เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่า ช่วงอุณหภูมิการสลายตัวมีอีกช่วงหนึ่งประมาณ 70-150 องศาเซลเซียส และเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักที่สลายตัวประมาณ 6 และ 50 ตามลำดับซึ่งอาจมาจากการสลายตัวของน้ำที่ยังหลงเหลืออยู่จากขั้นตอนการสกัดอะครีโลอิลคลอไรด์

หมายเหตุ สำหรับเทอร์โมแกรม(Thermogram) ได้แสดงไว้ในภาคผนวก

#### 4.2 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ $\alpha, \omega$ -อะครีโลอิลพอลิพโรพิลีนไกลคอลแมคโครมอนอเมอร์

การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะของแมคโครมอนอเมอร์ชนิดนี้ใช้เทคนิคเดียวกับการตรวจสอบคุณลักษณะที่ได้กล่าวไปแล้วข้างต้น

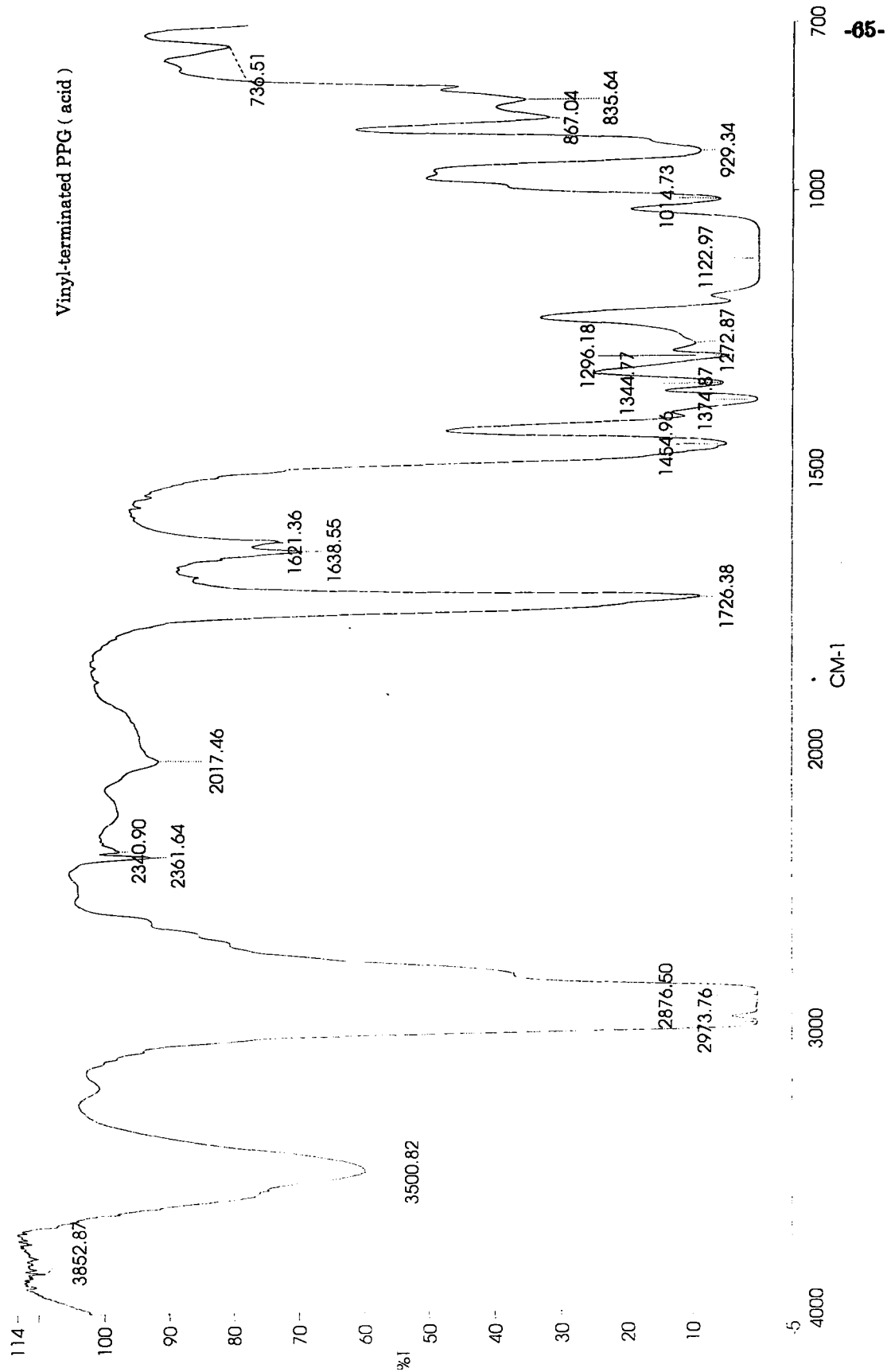
##### 4.2.1 การตรวจสอบคุณลักษณะโดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี

จากสเปกตรัมของทุกสภาวะการทดลองจะให้สเปกตรัมเหมือนกัน สำหรับแมคโครมอนอเมอร์ชนิดนี้สามารถเกิดได้ดีที่สุดที่สภาวะการสังเคราะห์ใช้เวลา 36 ชั่วโมงและกรดซัลฟูริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดังรูปที่ 4.7 และ ตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 แสดงเลขคลื่น,เปอร์เซ็นต์การผ่านของแสง และชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของ ๑,๑-อะคริโลลิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ เวลาการสังเคราะห์การทดลอง 36 ชั่วโมง และ กรดซัลฟูริก 98 % เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ความยาวคลื่น (cm <sup>-1</sup> )	เปอร์เซ็นต์การผ่านของแสง	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
3500	60	O-H stretching	ความเข้มมาก
2973	0	C-H sat.streching	conjugated ester
1726	7	C=O stretching	
1638	68	C=C stretching	
1454	4	C-H bending	
1374	0	C-H bending	
1122	0	C-O-C stretching	dialkylether
1198	3	C-O stretching	ติดกับหมู่
1014	7	C-O stretching	carbonyl ของ ester

จากตารางพบว่าค่าการสั่นที่สำคัญของหมู่อะคริโลลิดที่ปลายสายโซ่ คล้ายกับตารางที่ 4.1

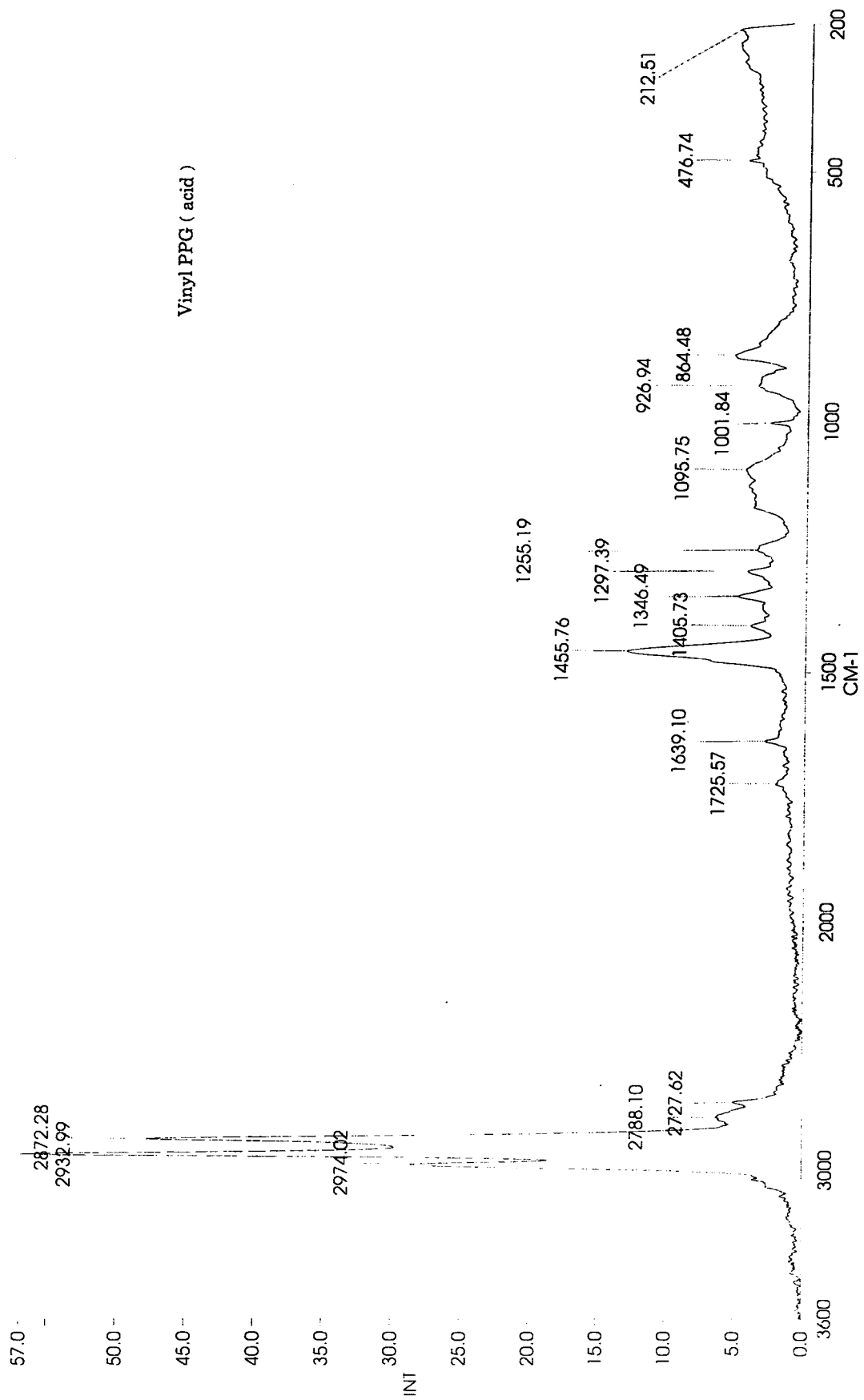


รูปที่ 4.7 แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิลพอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมงและกรดซัลฟูริก 98 % เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (เลขคลื่น 4000-600  $\text{cm}^{-1}$  จำนวนสแกน 16 ครั้ง)

#### 4.2.2 การตรวจสอบคุณลักษณะของแมโครมอนอเมอร์โดยใช้เทคนิครามานสเปกโทรสโกปี

ตารางที่ 4.9 แสดงเลขคลื่น ความเข้มของแสงที่ดูดกลืนและชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอลด แมโครมอนอเมอร์ เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และกรดซัลฟูริก 98 % เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ความยาวคลื่น( $\text{cm}^{-1}$ )	ความเข้มแสงที่ดูดกลืน	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
2974	28	C-H sat.stretching	มีหลาย peak
1725	2	C=O stretching	conjugated ester
1639	3	C=C stretching	
1455	13	C-H bending	
1346	5	C-H bending	
1095	5	C-O-C stretching	diakyl ether



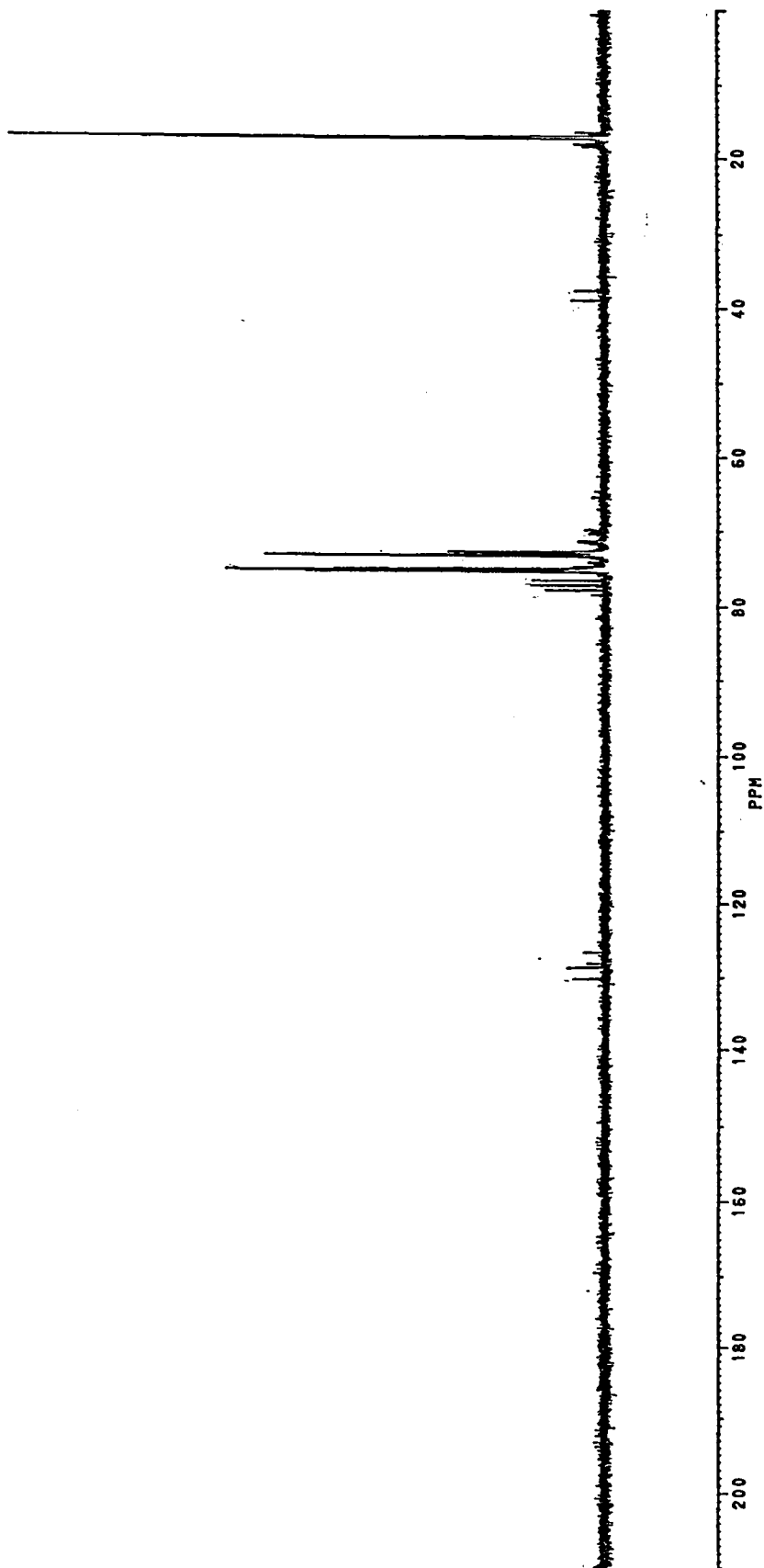
รูปที่ 4.8 แสดงรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริลาอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอลด แมคโครมอนอเมอร์ ที่สังเคราะห์ได้ : เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และกรดซัลฟูริก 98 % เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ( เลขคลื่น 3600-600  $\text{cm}^{-1}$  จำนวนสแกน 20 ครั้ง )

4.2.3 การตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ  $\alpha, \omega$ -อะครีโลอิลพอลิพรอพิลีนไกลคอล ( $\alpha, \omega$ -acryloyl polypropyleneglycol) โดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์

ก) การตรวจสอบคุณลักษณะโครงสร้างเฉพาะของ  $\alpha, \omega$ -อะครีโลอิล พอลิพรอพิลีน ไกลคอล ( $\alpha, \omega$ -acryloyl polypropyleneglycol) โดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ชนิดคาร์บอน

ตารางที่ 4.10 แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ชนิดไฮโดรเจน ความสูงของอินทิกรัลที่พบใน  $C^{13}$ -NMR สเปกตรัมของ  $\alpha, \omega$ -อะครีโลอิล พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมกโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ เวลาการสังเคราะห์ 36 ชม. และกรดซัลฟูริก 98% เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ (ppm)	ชนิดของคาร์บอน	หมายเหตุ
17.3	CH <sub>3</sub> -	
18-20	-CH-OH	
37-40	-CH <sub>2</sub> -OR	
65-70	R <sub>2</sub> -CH-OR <sub>1</sub> R <sub>3</sub>	R <sub>1</sub> , R <sub>2</sub> ≠ CH <sub>3</sub> R <sub>3</sub> = CH <sub>3</sub>
70-76	-CH <sub>2</sub> -R <sub>1</sub>	
77	R <sub>2</sub> -CH-OR <sub>1</sub> R <sub>3</sub>	R <sub>1</sub> , R <sub>2</sub> , R <sub>3</sub> ≠ CH <sub>3</sub>
77-79	-	CDCl <sub>3</sub>
128, 130	-CH=CHCOOR	2 พีค
140	C=O	

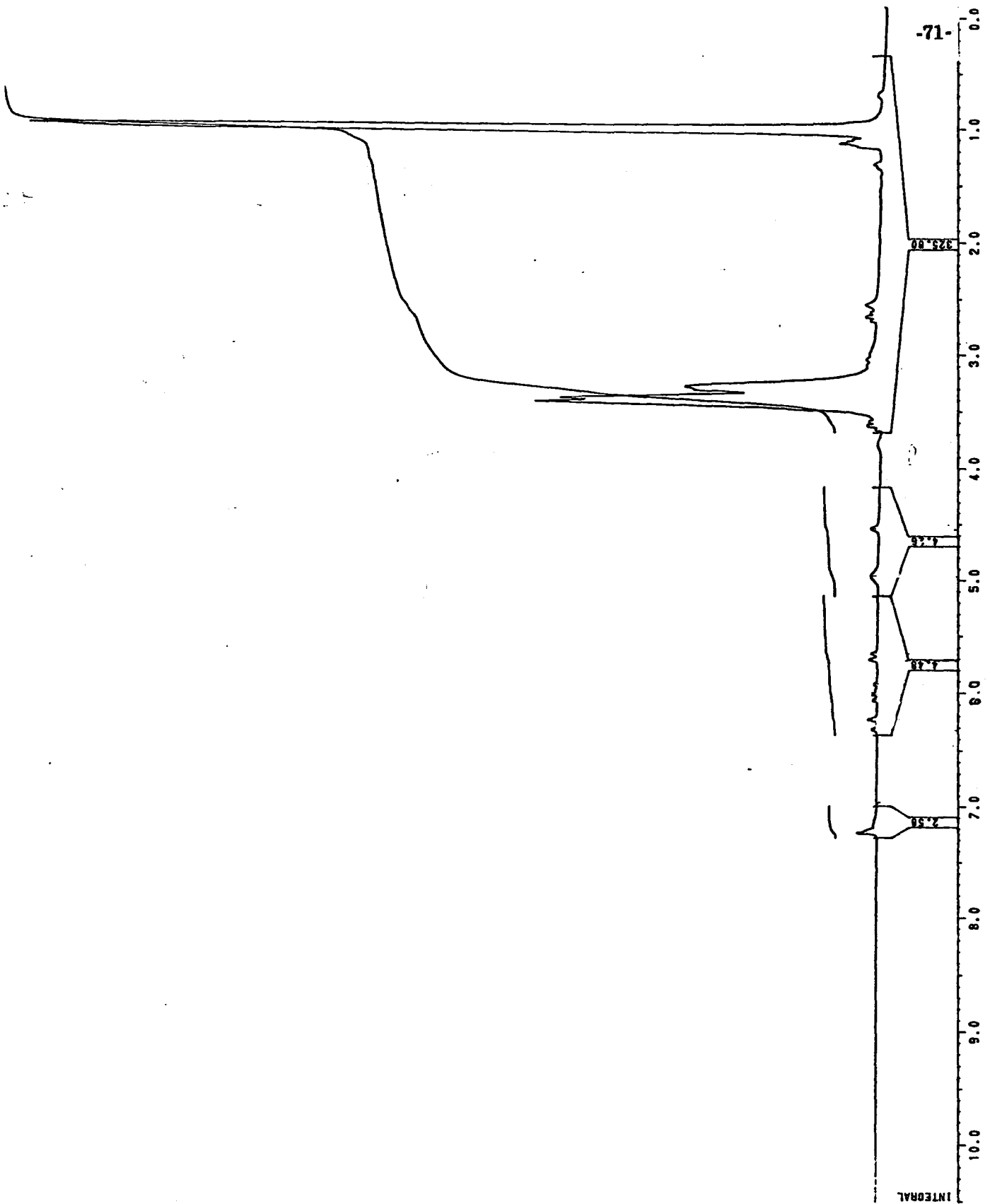


รูปที่ 4.9 แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอนของOC, $\omega$ -อะคริโลลีนพอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ : เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก 98% และชนิดของสารตัวอย่าง : สารละลาย

ข) การตรวจสอบคุณลักษณะของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล ( $\alpha,\omega$ -acryloyl polypropylene glycol) แมคโครมอนอเมอร์ โดยใช้เทคนิคนิวเคลียร์เรโซแนนซ์ชนิดโปรตรอน

ตารางที่ 4.11 แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ชนิดโปรตรอน ที่พบใน H-NMR สเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะที่ใช้เวลา 36 ชม. และ กรดซัลฟูริก 98 % เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ (ppm)	ชนิดของไฮโดรเจน	ความสูงของอินทิกรัล (cm.)
1.0	CH <sub>3</sub> -	24
3.3	-CH <sub>2</sub> -OR	5
3.5	-CH-OR	9
5.0	-CH-OCOR	น้อยมาก
5.7 , 6.0	=CH <sub>2</sub>	น้อยมาก
6.3	=CH-COOR	น้อยมาก

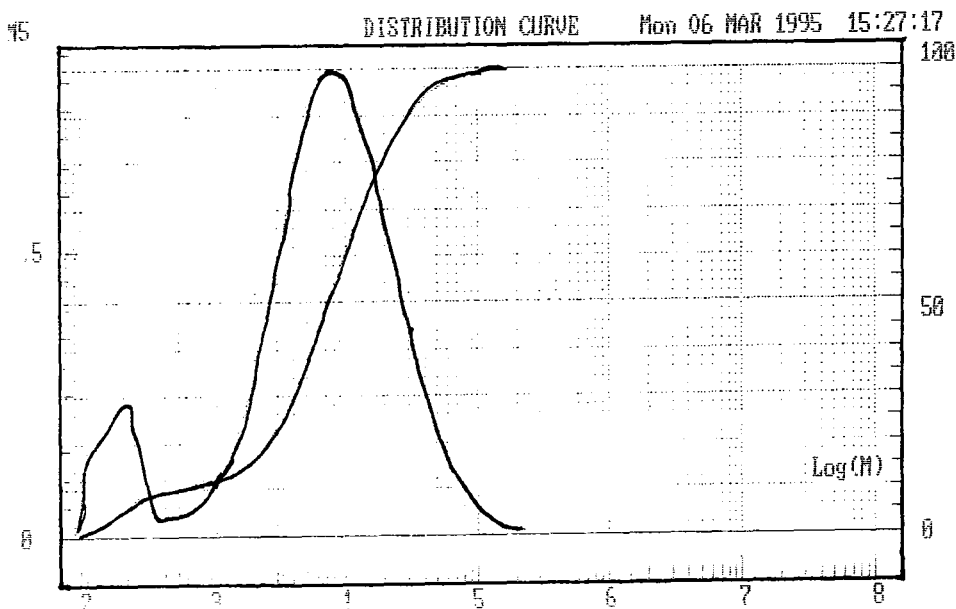


รูปที่ 4.10 แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ CC,๑-อะครี  
 โดลิต พอลิพรอฟีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ : เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์  
 36 ชั่วโมง ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก 98% และชนิดของสารตัวอย่าง : สารละลาย

**4.2.4 การตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมโครมอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยเทคนิคเจล เพอร์มิเอชันโครมาโตกราฟี**

ตารางที่ 4.12 แสดงน้ำหนักโมเลกุลและลักษณะการกระจายตัวของ  $\alpha, \omega$ -อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอเมอร์

ชนิดของแมโครมอเมอร์	Mp	Mn	Mv	Mw	Mz	P
$\alpha, \omega$ -ไฮดรอกซีเทอร์มินเตด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล(สารตั้งต้น)	5216	365.1	2522	4630	16390	12.7
$\alpha, \omega$ - อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล(7 ชั่วโมง)	4844	3798	2472	3930	5889	10.3
$\alpha, \omega$ - อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล(24 ชั่วโมง)	4880	320.5	2313	3886	5969	12.1



รูปที่ 4.11 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยและการกระจายตัวของ  $\alpha, \omega$ -อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมโครมอเมอร์ เวลาการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง

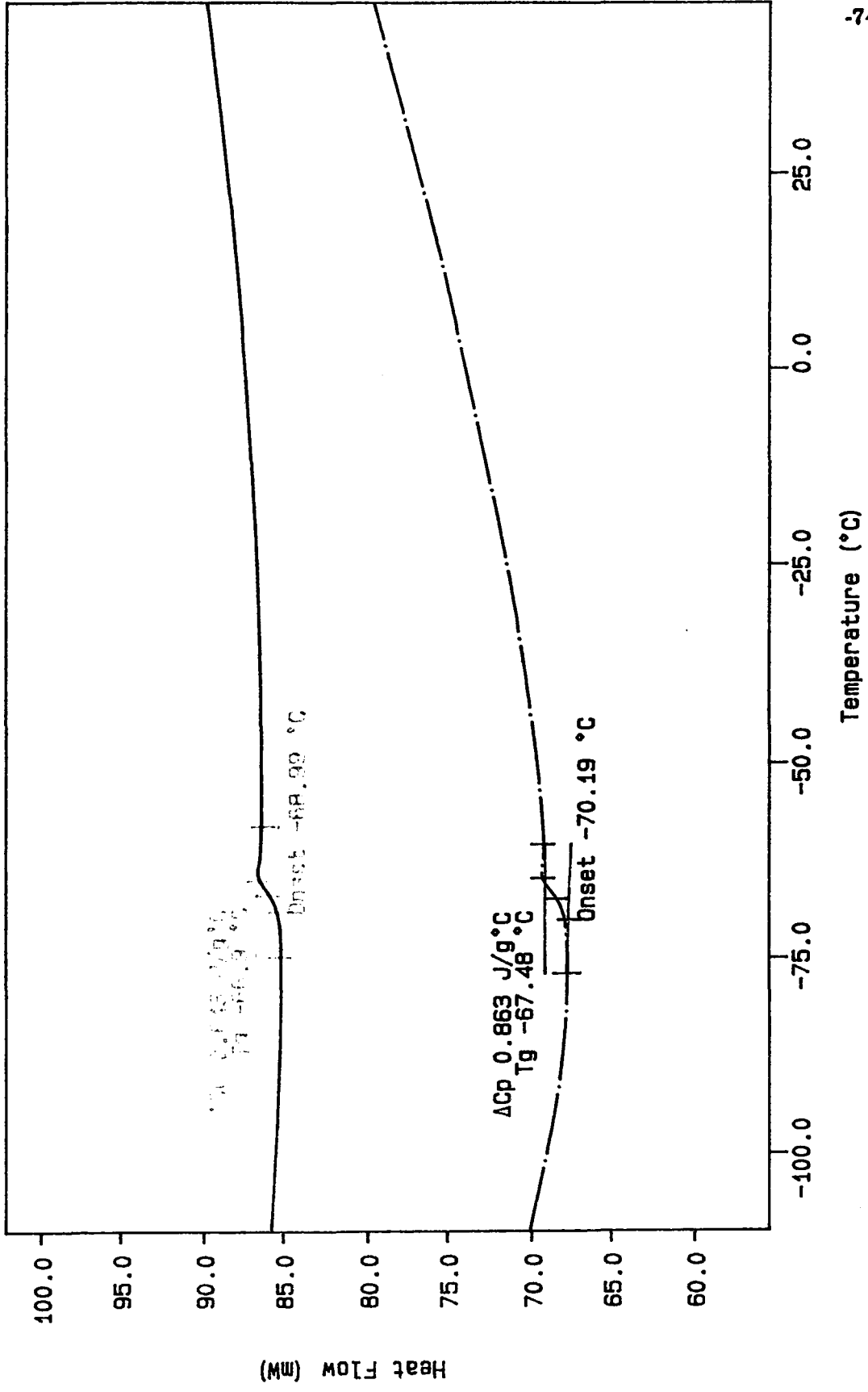
**4.2.5 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะของ  $\alpha,\omega$ -อะคลิไลด์พอลิพรอพิลีนไกลคอลโดยใช้เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter ; DSC)**

จากการศึกษาโดยใช้เทคนิคการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนโดยใช้เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์ พบค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน( $T_g$ ) ดังในรูปที่ 4.12 และ สรุปผลในตารางที่ 4.13

**ตารางที่ 4.13 แสดงค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชันของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ของ  $\alpha,\omega$ - อะคลิไลด์ พอลิพรอพิลีน ไกลคอล ในสภาวะต่างๆกัน**

เวลาที่ใช้สังเคราะห์ (ชม.)	อุณหภูมิกลาสทรานซิชัน ( $^{\circ}\text{C}$ )
7	-69
16	-68
24	-71.4
36	-69.6

ข้อสังเกต : เนื่องจากว่าจากการตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ พบว่าชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาระหว่างกรดซัลฟูริก 98 % และโซเดียมไฮดรอกไซด์ จะไม่ให้โครงสร้างของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้แตกต่างกันเลย ดังนั้นในการหาค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน จึงใช้สภาวะที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดใดก็ได้



รูปที่ 4.12 กราฟแสดงอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะของ CC, ω-อะคริไลต์ พอลิพรอพิลีนไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ เวลาการสังเคราะห์ 7 ชั่วโมง

#### 4.2.6 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอลล โดยใช้เทคนิคของ เทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิส (Thermo gravimetric Analysis , TGA)

จากการศึกษาโดยใช้เทคนิคการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนโดยใช้เครื่อง เทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ พบว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักสารเมื่อได้รับความร้อนเทียบกับอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น โดยแสดงผลสรุปไว้ในตาราง 4.14

ตารางที่ 4.14 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิดพอลิพรอพิลีนไกลคอลล , ช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวของสาร และ เปอร์เซนต์น้ำหนักที่สลายไป

เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ (ชั่วโมง)	ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	ช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวของสาร(°C)	เปอร์เซนต์ที่น้ำหนักสลายไป(%)
7 ชั่วโมง	ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	255-435	98.77
16 ชั่วโมง	กรดซัลฟูริก 98 %	310-400	98
16 ชั่วโมง	โซเดียมไฮดรอกไซด์	300-400	99
24 ชั่วโมง	กรดซัลฟูริก 98 %	298-430	94
24 ชั่วโมง	โซเดียมไฮดรอกไซด์	317-440	97.5
36 ชั่วโมง	กรดซัลฟูริก 98 %	324-436	98
36 ชั่วโมง	โซเดียมไฮดรอกไซด์	317-430	97

จากตารางข้างต้นสรุปได้ว่า  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิพรอพิลีนไกลคอลลคอนแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้นั้นน่าจะเป็นประกอบด้วยส่วนประกอบเดียว โดยมีช่วงอุณหภูมิการสลายตัว ประมาณ 270-440 องศาเซลเซียส และมีเปอร์เซนต์ของน้ำหนักที่สลายไปประมาณ 97 ซึ่งพบว่ามี การสลายตัวเกือบ 100%

#### 4.8 การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ เอ็น เอ็น-อะคริไลด-โอ โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พรอพิลีนไกลคอล แมโครมอนอเมอร์

การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมโครมอนอเมอร์ประเภทนี้ใช้เทคนิคเดียวกับหัวข้อ 4.1

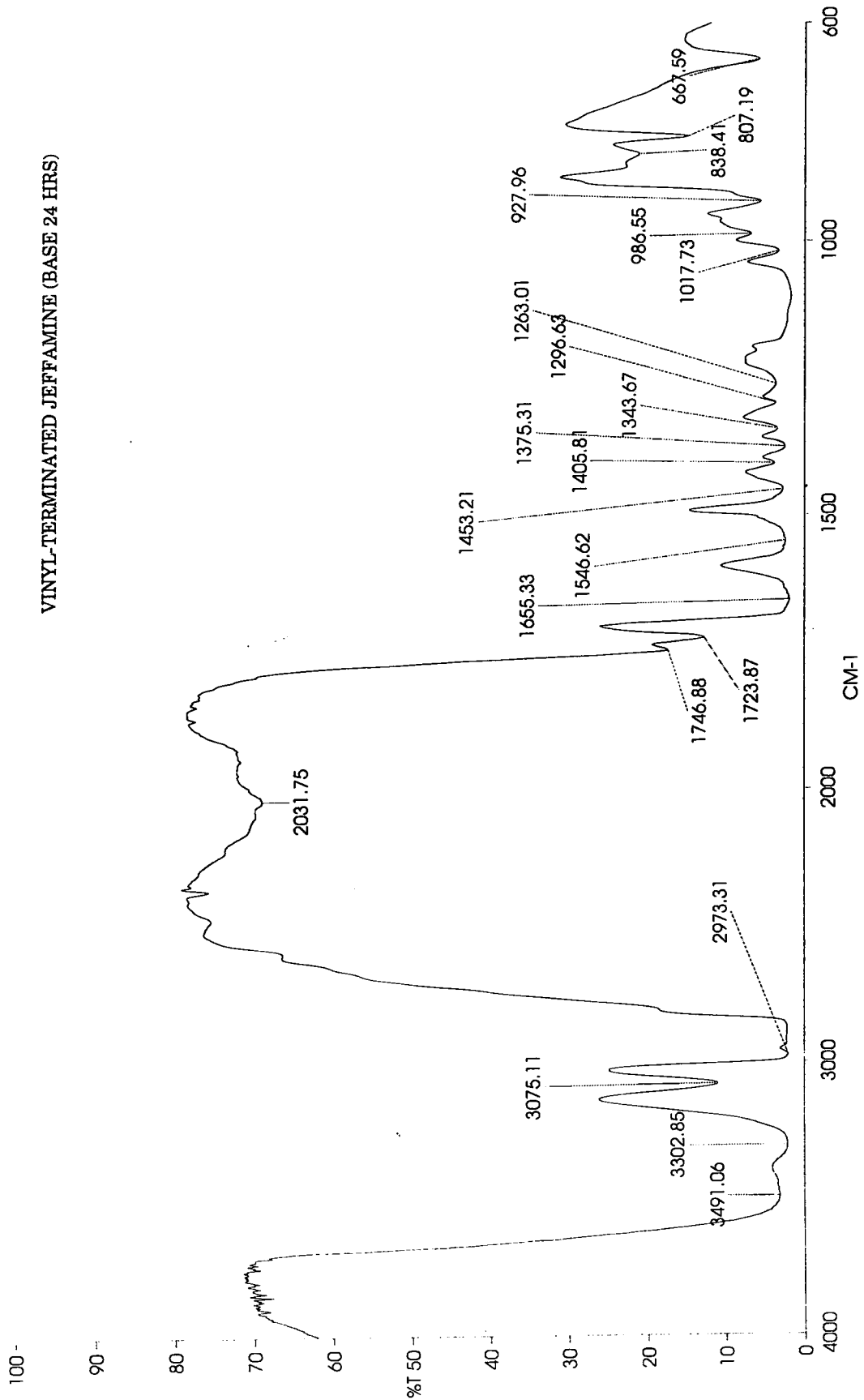
##### 4.8.1 การตรวจสอบคุณลักษณะแมโครมอนอเมอร์โดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี

จากสเปกตรัมของแมโครมอนอเมอร์ทุกสภาวะการสังเคราะห์พบว่าสภาวะที่ใช้เวลา 36 ชั่วโมงและเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะให้ผลที่ชัดเจนที่สุดดังรูปที่ 4.14 และแสดงผลดังตารางที่ 4.15

ตารางที่ 4.15 แสดงเลขคลื่น,เปอร์เซ็นต์การผ่านของแสง และชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบใน อินฟราเรดสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะคริไลด-โอ โอ-บิส(2 อะมิโน พรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมโครมอนอเมอร์โดยมีสภาวะการทดลองดังนี้ เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และ โซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ความยาวคลื่น (cm <sup>-1</sup> )	เปอร์เซ็นต์การผ่านของแสง	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
3302	2	N-H stretching	2 <sup>nd</sup> .พีคแคบ
3075	11	C-H unsat.stretching	
2973	3	C-H sat. stretching	
1655	3	C=O stretching	เอ ไมค์ I
1546	3	N-H bending	เอ ไมค์ II
1453	3	C-H bending	
1375	3	C-H bending	
1263	4	C-N bending	2 amine aliplatic
1017	3	C-O stretching	dialkyl ether

VINYL-TERMINATED JEFFAMINE (BASE 24 HRS)



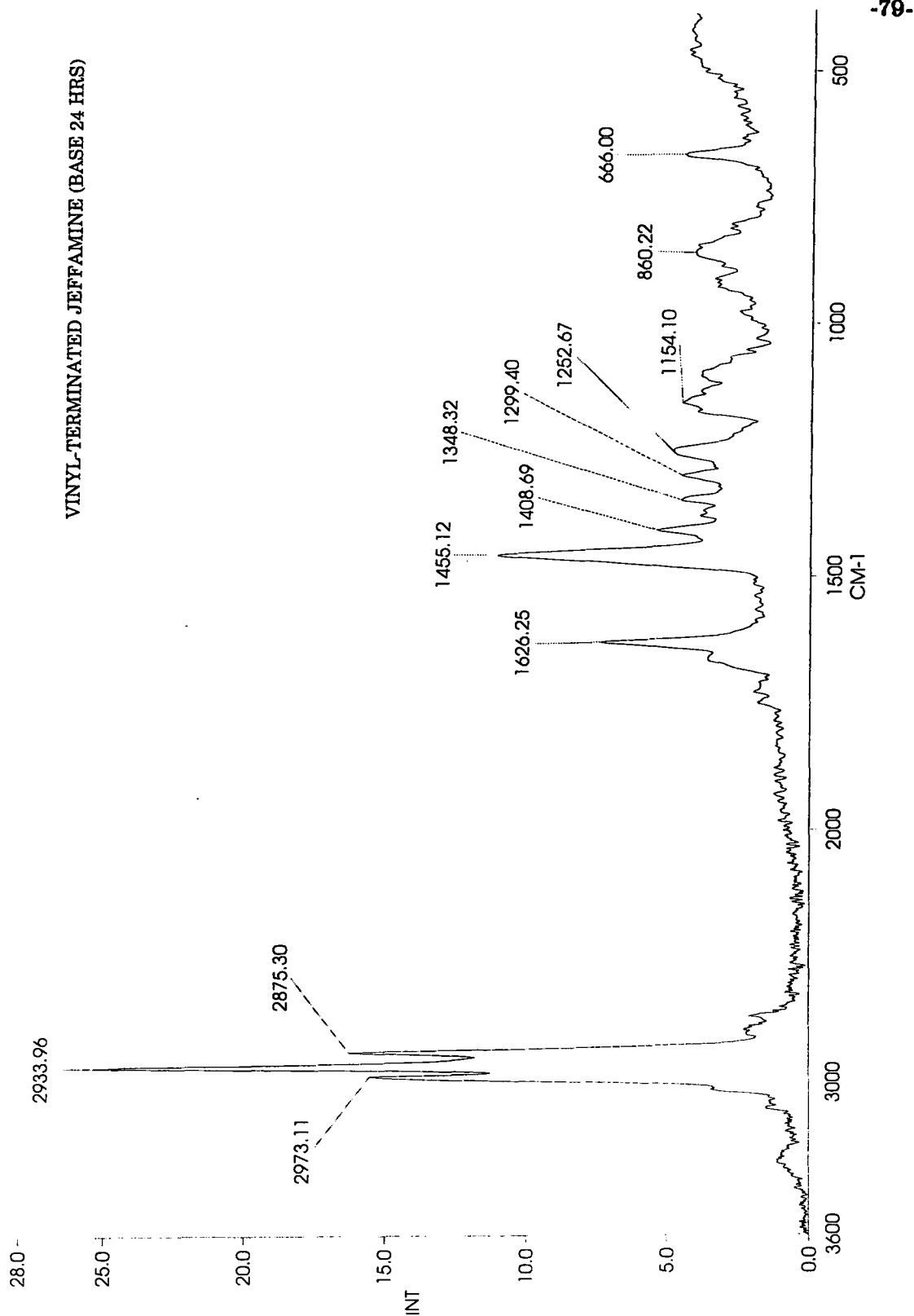
รูปที่ 4.18 แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะคริลอิล-ไอ โอ-(2-อะมิโน พรอพิล)พอลิพรอพิลีนไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (เลขคลื่น 4000-600  $\text{cm}^{-1}$  จำนวนสแกน 16 ครั้ง ชนิดของสารตัวอย่าง : สารละลาย)

#### 4.3.2 การตรวจคุณลักษณะของแมโครมอนอเมอร์โดยเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี

ตารางที่ 4.16 แสดงเลขคลื่น ความเข้มของแสงที่ดูดกลืนและชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญที่พบในรามานสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะคริโลอิด-โอ โอ-บิส-(2-อะมิโนพโรพิล)พอลิพโรพิลีน ไกลคอล แมโครมอนอเมอร์ เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ความยาวคลื่น( $\text{cm}^{-1}$ )	ความเข้มแสงที่ดูดกลืน	ชนิดของการสั่น	หมายเหตุ
2973	16	C-H sat.streching	มีหลาย peak
1626	7	C=C streching	
1455	12	C-H bending	
1348	4	C-H bending	2-amine aliphatic
1245	5	C-N streching	

VINYL-TERMINATED JEFFAMINE (BASE 24 HRS)



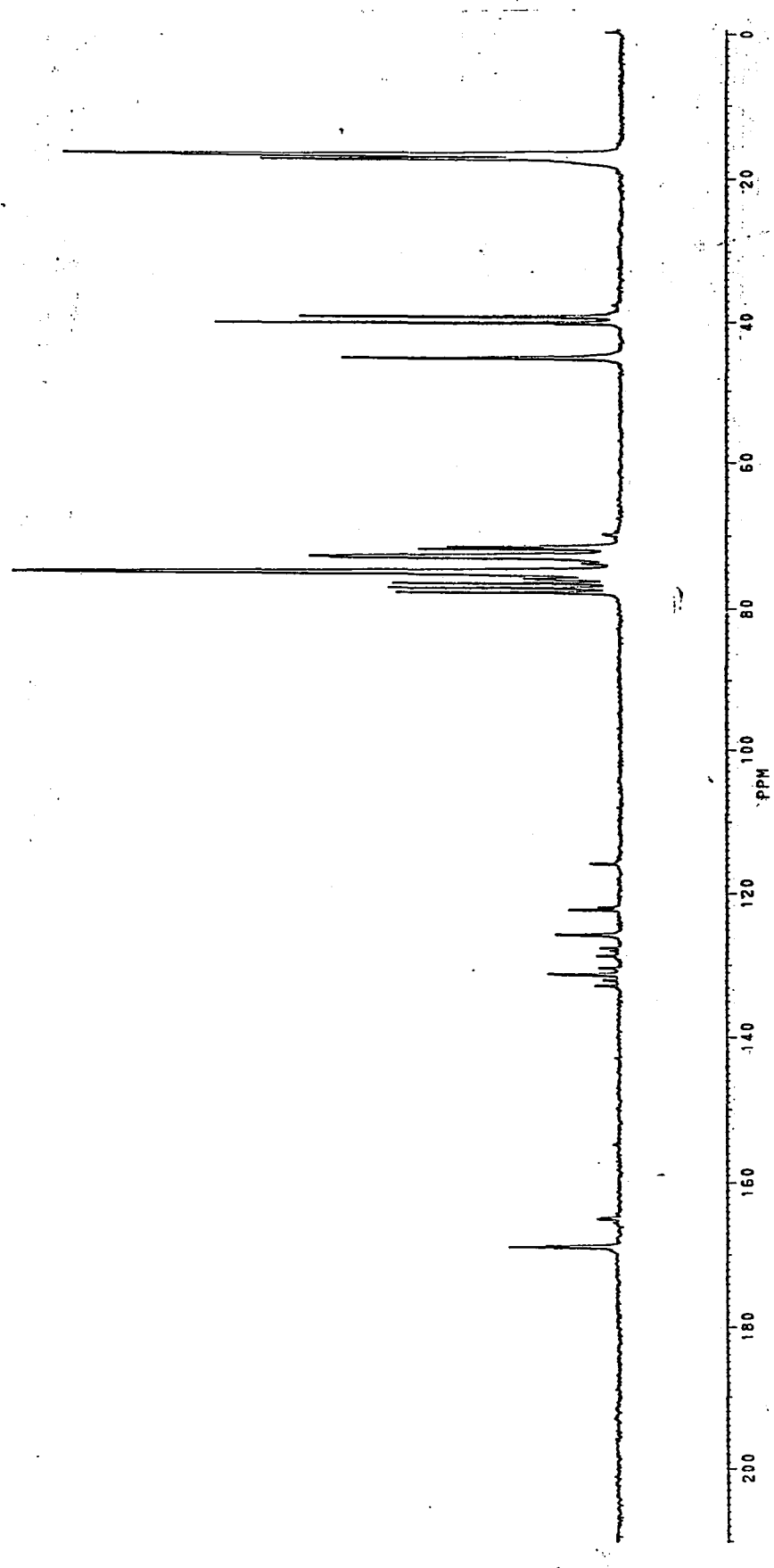
รูปที่ 4.14 แสดงรามานสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิด-โอ โอ-บิส-(2-อะมิโนพโรพิล)พอลิพโรพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ : เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมงและโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (เลขคลื่น 3600-600 ซม. -1 จำนวนสแกน 20 ครั้ง ชนิดของสารตัวอย่าง : สารละลาย)

4.3.8 การตรวจคุณลักษณะเฉพาะของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิล-โอ โอ-บิส-(2 อะมิโนพรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล(N,N-acryloyl-O,O-bis (2- amino propyl) polypropylene glycol แมคโครมอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ทั้ง 2 ชนิด

ก) การวิเคราะห์และตรวจสอบโครงสร้างของเฉพาะของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิล-โอ โอ-บิส-(2 อะมิโนพรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล(N,N-acryloyl-O,O-bis(2 aminopropyl)polypropylene glycol แมคโครมอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ ชนิดคาร์บอน การตรวจคุณลักษณะของคาร์บอนโดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ชนิดคาร์บอนจะให้ผลดังตารางที่ 4.17 และ รูปที่ 4.16

ตารางที่ 4.17 แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ชนิดคาร์บอนความสูงของอินทิกรัลที่พบใน<sup>13</sup>C-NMR สเปกตรัมของเอ็น เอ็น-อะครีโลอิล-โอ โอ-บิส-(2 อะมิโนพรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอโนเมอร์ที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 36 ชม. โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ (ppm)	ชนิดของคาร์บอน	หมายเหตุ
40-42	-CH <sub>2</sub> -OR	
76-79	-	CDCl <sub>3</sub>
120-138	-CH=CH <sub>2</sub>	
170-172	C=O	

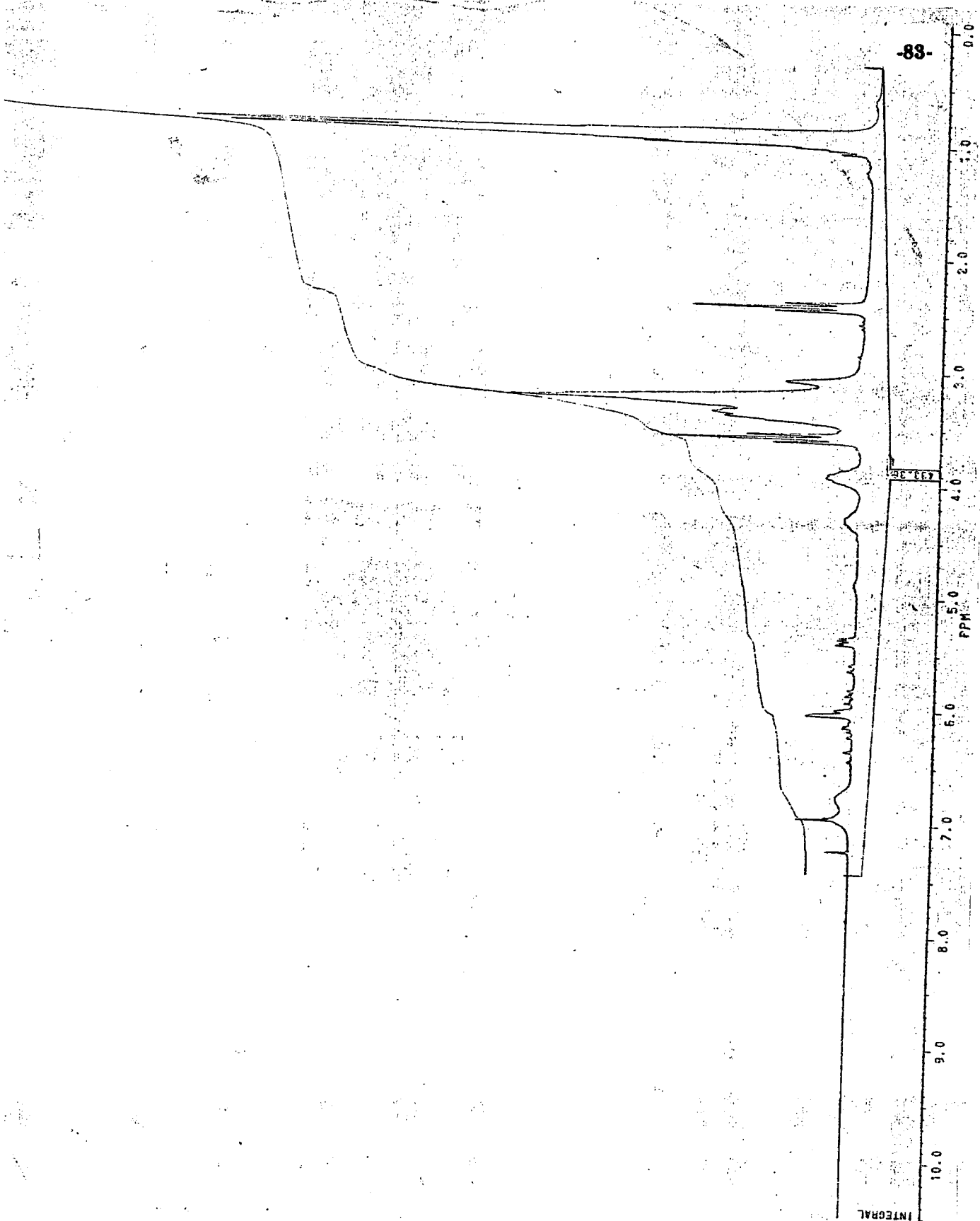


รูปที่ 4.15 แสดงนิวเคลียร์เรกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน ของ เอ็น เอ็น-อะครี  
โลอิด โอ โอ-บิส-(2-อะมิโนพรอดิล) พอลิพรอดิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์  
เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ข) การวิเคราะห์และตรวจสอบโครงสร้างของเฉพาะของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิล-โอ โอ-บีส-(2 อะมิโนพรอพิล)พอลิพรอพิลีน ไกลคอล(N,N-acryloyl-O,O-bis(2 aminopropyl)polypropylene glycol แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ชนิดโปรตรอน ดังรูปที่ 4.16 และแสดงผลในตารางที่ 4.18

ตารางที่ 4.18 แสดงความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ชนิดไฮโดรเจน, ความสูงของอินทิกรัลที่พบใน H-NMR สเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิล-โอ โอ-บีส-(2 อะมิโนพรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ เวลาการสังเคราะห์ 36 ชม.และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ความถี่ที่เกิดเรโซแนนซ์ (ppm)	ชนิดของไฮโดรเจน	ความสูงของอินทิกรัล (cm.)
0.9	CH <sub>3</sub> -	13
2.4	-C-CH-N-	1.7
3.3	-C-CH <sub>2</sub> -OR-	8
3.9	-C-CH-OR	2
5.4,6.1	CH <sub>2</sub> =	น้อยมาก
6.8	=CH-CON-	น้อยมาก
7.7	-N-H-	0.2



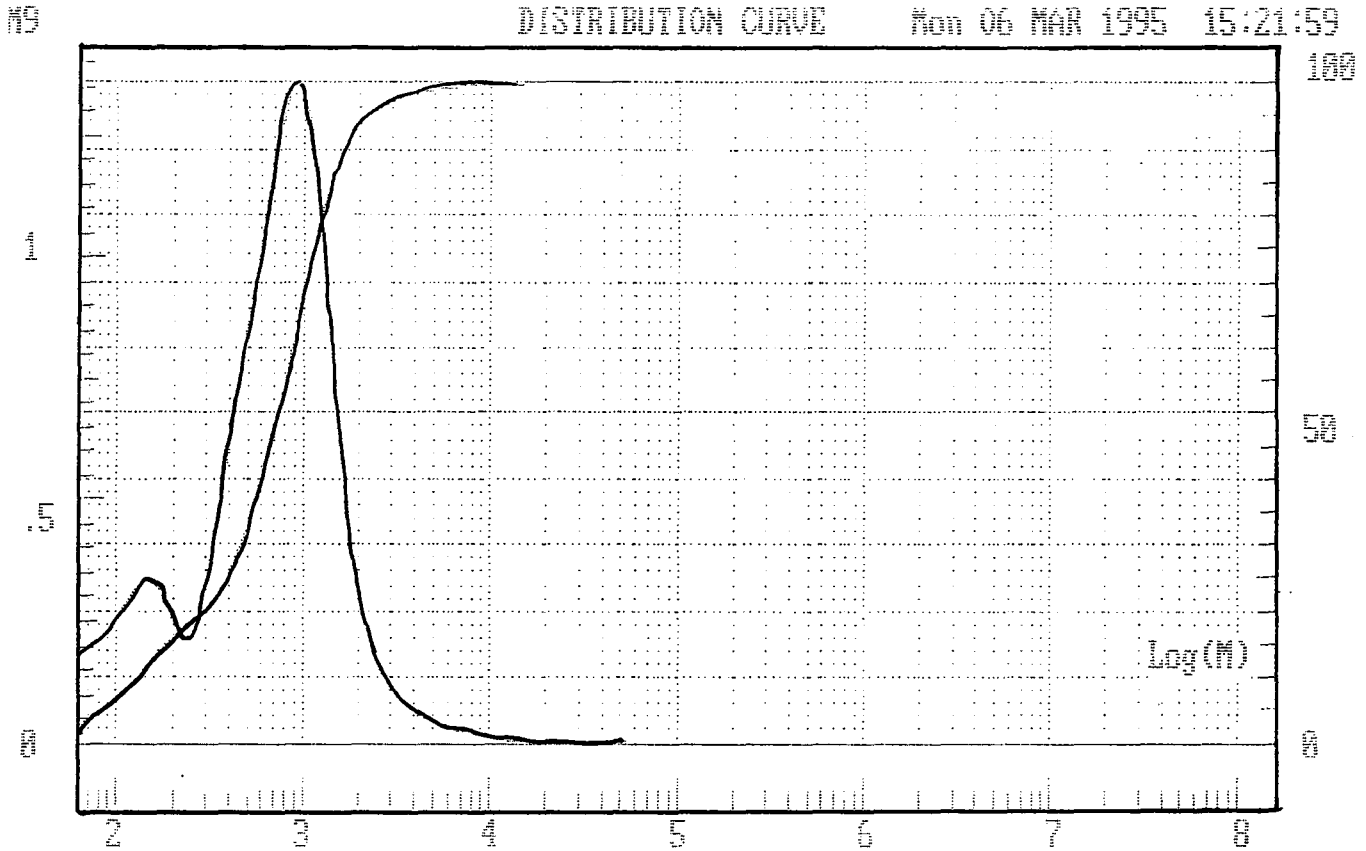
รูปที่ 4.16 แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของเอ็น เอ็น-อะครี  
 โลอิต โอ-โอ-บิส(2-อะมิโนพรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่ สังเคราะห์  
 เวลาการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

**4.8.4 การตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยเทคนิคเจดเพอร์มิเอชันโครมาโตกราฟี**

น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยและการกระจายของแมโครมอนอเมอร์ประเภทนี้แสดงไว้ในรูปที่ 4.18 และผลสรุปในตารางที่ 4.19

ตารางที่ 4.19 แสดงน้ำหนักโมเลกุลและลักษณะการกระจายตัวของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิด โอ-โอ-บิส(2-อะมิโนพรอดิล) พอลิพรอดิลีน ไกลคอล แมโครมอนอเมอร์

ชนิดของแมโครมอนอเมอร์	Mp	Mn	Mv	Mw	Mz	P
โอ,โอ-บิส-(2-อะมิโนพรอดิล)พอลิพรอดิลีนไกลคอล(สารตั้งต้น)	330.6	281.3	385.7	585	1041	2.08
เอ็น,เอ็นอะครีโลอิด-โอ,โอ-บิส-(2-อะมิโนพรอดิล)พอลิพรอดิลีนไกลคอล(7 ชั่วโมง)	910.8	319.2	625.2	927.7	3111	2.91
เอ็น,เอ็นอะครีโลอิด-โอ,โอ-บิส-(2-อะมิโนพรอดิล)พอลิพรอดิลีนไกลคอล(24 ชั่วโมง)	1126	495.1	804.2	1026	1654	2.07



รูปที่ 4.17 กราฟแสดงการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของเอ็น เอ็น-อะครีโลอิด โอ-โอ-บิส (2-อะมิโนพรอดิล) พอลิพรอดิลีน ไกลคอลเมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ในเวลา 7 ชั่วโมง

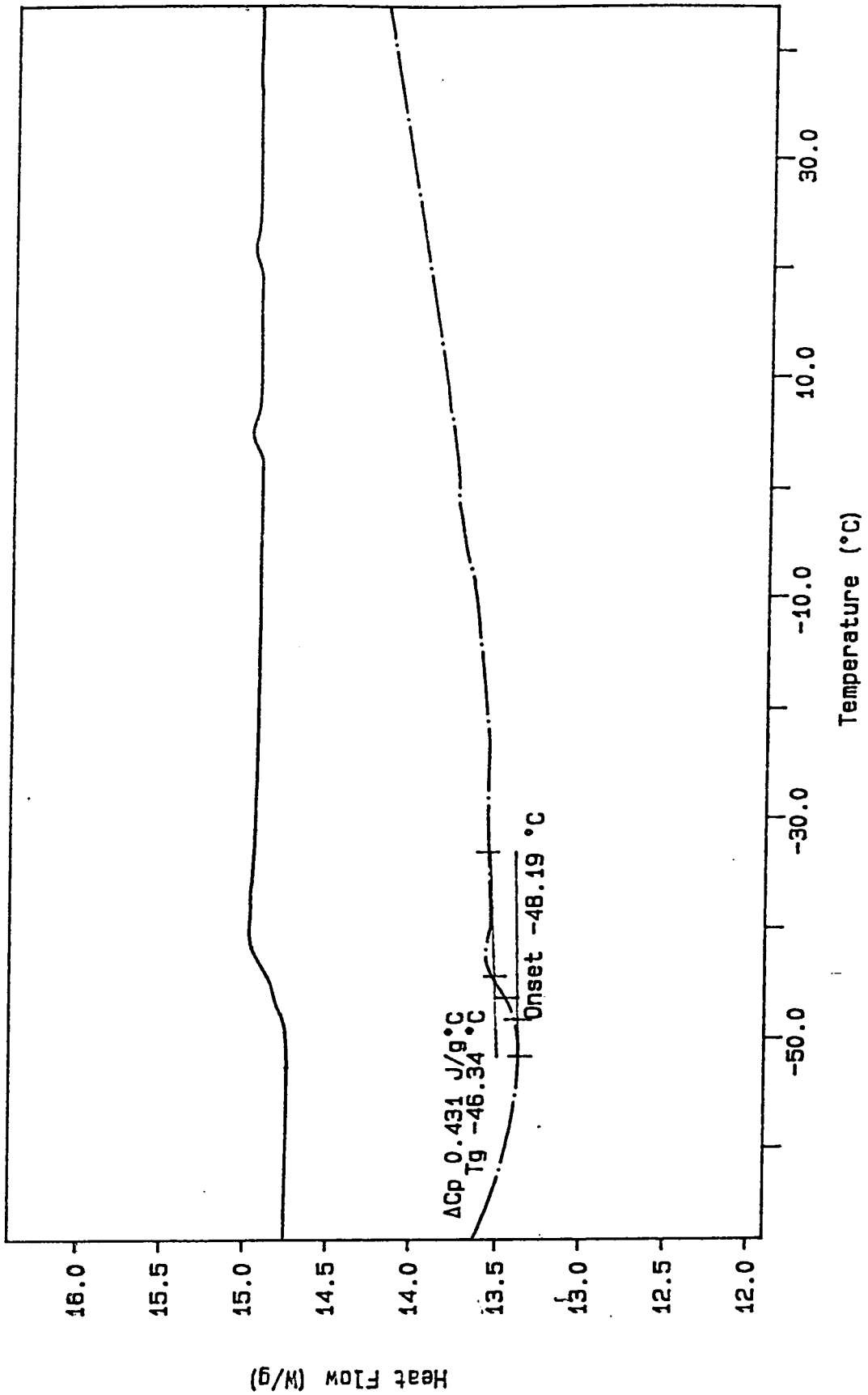
4.3.5 การวิเคราะห์และตรวจคุณลักษณะของ เอ็น เอ็น อะครีโลอิด-โอ โอ-บิส-(2-อะมิโนพรอดิล)พอลิพรอดิลีน ไกลคอลโดยใช้เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง แคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter ; DSC)

จากการศึกษาโดยใช้เทคนิคการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนโดยใช้เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ พบค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน(Tg) ดังแสดงในตาราง 4.20

ตารางที่ 4.20 แสดงค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชันและอุณหภูมิการหลอมเหลวของแมคโครมोनอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ของเอ็น.เอ็น-อะครีโลอิล-โอ.โอ-บิส-(2-อะมิโนพรอพิล)พอลิพรอพิลีนไกลคอล ในสภาวะต่างๆกัน

เวลาที่ใช้สังเคราะห์ (ชม.)	อุณหภูมิกลาสทรานซิชัน(°C)
7	-47
16	-43
24	-44
36	-47

ข้อสังเกต : เนื่องจากว่าจากการตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมคโครมोनอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ พบว่าชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาระหว่างกรดซัลฟูริก 98 % และโซเดียมไฮดรอกไซด์ จะไม่ให้โครงสร้างของแมคโครมोनอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้แตกต่างกันเลย ดังนั้นในการหาค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน จึงใช้สภาวะที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดใดก็ได้



รูปที่ 4.18 กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานซิชันของ เอ็น เอ็น-อะคริไลดิล-โอโอ-(2 อะมิโนพรอพิล)พอลิพรอพิลีนไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ เวลาการสังเคราะห์ 7 ชั่วโมง

**4.3.6 การตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ เอ็น เอ็น-อะคริไลด์-โอ โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พรอพิลีน ไกลคอลโดยใช้เทคนิคของเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิส(Thermo gravimetric Analysis , TGA)**

จากการศึกษาโดยใช้เทคนิคการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนโดยใช้เครื่อง เทอร์โมกราวิเมตริก แอนาไลเซอร์ พบว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักสารเมื่อได้รับความร้อนเทียบกับอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น โดยแสดงผลสรุปไว้ในตารางต่อไปนี้

ตารางที่ 4.21 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างสถานะที่ใช้ในการสังเคราะห์ของ เอ็น เอ็น-อะคริลอิล-ไอ โอ-บิส-(2-อะมิโนพรอพิล)พอลิพรอพิลีนไกลคอล ช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวของสาร และ เปอร์เซนต์น้ำหนักที่สลายไป

เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ (ชั่วโมง)	ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	ช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวของสาร (°C)	เปอร์เซนต์ที่น้ำหนักสลายไป (%)
7 ชั่วโมง	ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	100-150	2
		200-280	20
		300-450	76
16 ชั่วโมง	กรดซัลฟูริก 98 %	80-120	2
		180-350	35
		350-460	57
16 ชั่วโมง	โซเดียมไฮดรอกไซด์	80-120	3
		200-340	32
		350-460	50
24 ชั่วโมง	กรดซัลฟูริก 98 %	80-110	1
		210-300	27
		300-420	58
24 ชั่วโมง	โซเดียมไฮดรอกไซด์	80-110	1
		210-300	38
		300-420	56
36 ชั่วโมง	กรดซัลฟูริก 98 %	70-100	1
		180-320	48
		325-480	50
36 ชั่วโมง	โซเดียมไฮดรอกไซด์	180-360	40
		370-480	42

จากผลการสรุปในตารางข้างต้น สรุปได้ว่า เอ็น,เอ็น-อะครีโลอิล-โอ,โอ-บิส(2-อะมิโนพรอพิล)พอลิพรอพิลีนไกลคอลแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้นั้น จะประกอบด้วย 3 ส่วนประกอบ โดยมีช่วงอุณหภูมิแตกต่างกันดังนี้

ช่วงที่ 1: อุณหภูมิการสลายตัวประมาณ 80-120 องศาเซลเซียส โดยมีเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักที่สลายตัวประมาณ 2 ซึ่งน้อยมาก ดังนั้นส่วนประกอบนี้อาจจะเป็นของน้ำที่กำจัดออกไม่หมดในขั้นตอนการสกัด อะครีโลอิลคลอไรด์ ที่เหลือออก โดยใช้น้ำ

ช่วงที่ 2: อุณหภูมิการสลายตัวประมาณ 180-350 องศาเซลเซียส โดยมีเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักที่สลายตัวประมาณ 45

ช่วงที่ 3: อุณหภูมิการสลายตัวประมาณ 300-500 องศาเซลเซียส โดยมีเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักที่สลายตัวประมาณ 50

แต่การสังเคราะห์เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง โดยใช้ โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่า ช่วงอุณหภูมิการสลายตัวมี 2 ช่วง เท่านั้น โดยที่ช่วงอุณหภูมิการสลายตัวประมาณ 80-120 องศาเซลเซียส ไม่พบ ดังนั้นน้ำที่ใช้ในการสกัดอะครีโลอิลคลอไรด์ ที่เหลือออก โดยใช้น้ำ สามารถกำจัดออกได้หมด

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### ส่วนที่ 1 สรุปผลการทดลอง

โครงการพิเศษนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์ วิเคราะห์ และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแมคโครมोनอเมอร์ที่มีหมู่ไวโนลอยู่ที่ปลายโซ่ สามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

#### 5.1 การศึกษาการสังเคราะห์แมคโครมोनอเมอร์ที่มีหมู่ไวโนลอยู่ที่ปลายสายโซ่

วิธีการสังเคราะห์แมคโครมोनอเมอร์ที่มีหมู่ไวโนลอยู่ที่ปลายสายโซ่ สามารถเตรียมได้จากอะคริไลลคลอไรด์ และ โอลิโกเมอร์หรือพรีพอลิเมอร์ที่มีหมู่แทนที่ อยู่ปลายสายโซ่ เช่น  $\alpha,\omega$ -ไฮดรอกซีเทอมีเนตเตตพอลิบิวตะไดอิน เป็นต้น โดยพบว่าในการสังเคราะห์ในสภาวะที่แตกต่างกันสามารถให้โครงสร้างแมคโครมोनอเมอร์ที่มีหมู่ไวโนลตามที่ต้องการ

#### 5.2 การวิเคราะห์ และตรวจสอบคุณลักษณะของแมคโครมोनอเมอร์ที่มีหมู่ไวโนลอยู่ที่ปลายสายโซ่ที่สังเคราะห์ได้

ก. การวิเคราะห์หาหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะจากสเปกตรัมของแมคโครมोनอเมอร์ โดยใช้เครื่องฟูรีเยร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์สามารถเห็นชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญคือ หมู่คาร์บอนิลที่เลขคลื่น  $1730 \text{ cm}^{-1}$  พันธะคู่ที่เลขคลื่น  $1650 \text{ cm}^{-1}$  และหมู่เอเทอร์ที่เลขคลื่น  $1100-1200 \text{ cm}^{-1}$  ซึ่งเลขคลื่นเหล่านี้เป็นเลขคลื่นของการสั่นหลักของหมู่อะคริไลลที่สำคัญ

ข. การวิเคราะห์หาหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะจากสเปกตรัมของแมคโครมोनอเมอร์ โดยใช้เครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์สามารถเห็นชนิดของการสั่นหลักที่สำคัญเหมือนกับเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี คือพบหมู่คาร์บอนิลที่เลขคลื่นประมาณ  $1730 \text{ cm}^{-1}$  พันธะคู่ที่เลขคลื่น  $1650 \text{ cm}^{-1}$  และหมู่เอเทอร์ที่เลขคลื่น  $1100-1200 \text{ cm}^{-1}$  ซึ่งเลขคลื่นเหล่านี้เป็นเลขคลื่นของการสั่นหลักของหมู่อะคริไลลที่สำคัญ

ค. การวิเคราะห์หาโครงสร้างทางเคมีของแมคโครมोनอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์สามารถ พบ  $\delta_{\text{H}}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ที่สำคัญโดยเป็น

โปรตอนของหมู่อะคริไลด คือ 5.8-6.1 [เป็นโปรตอนที่พบในหมู่เมธิลีนชนิดไม่อิ่มตัว (=CH<sub>2</sub>)] 6.3-6.6 [เป็นโปรตอนที่พบในหมู่มีไทด์ (=CHCOOR)] ซึ่งพบว่าแถบเหล่านี้ขึ้นที่ความเข้มข้นมากเนื่องจากว่า หลังจากเกิดปฏิกิริยาการเปลี่ยนแปลงทางเคมีแล้วจะเกิดการเปลี่ยนแปลงโดยเฉพาะหมู่ที่ปลายสายโซ่เท่านั้น ซึ่งมีปริมาณน้อยมากเมื่อเทียบกับขนาดโมเลกุลของแมคโครมอนอเมอร์ชนิดนั้น ดังนั้นจึงไม่สามารถเปรียบเทียบความสูงของอินทิกรัลเพื่อหาจำนวนโปรตอนที่สัมพันธ์ได้ δ<sub>C</sub> (CDCl<sub>3</sub>) ที่สำคัญโดยเป็นคาร์บอนของหมู่อะคริไลดคือ 116-122 129 [คาร์บอนที่พบในหมู่มีไทด์ (-CH=)] 125 130-133 [คาร์บอนที่พบในพันธะคู่โดยจะเกิดแถบเป็น 2 แถบขึ้นคู่กัน (C=C)] และ 162-170 [คาร์บอนที่พบในหมู่คาร์บอนิล (C=O)] ซึ่งแถบเหล่านี้จะขึ้นที่ความเข้มข้นเช่นกัน

ง. การวิเคราะห์หาอุณหภูมิกลาสทรานสิชันจากเทอร์โมแกรม โดยใช้เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์พบว่า ถ้าแมคโครมอนอเมอร์สังเคราะห์มาจากสารตั้งต้นประเภท α,ω-ไฮดรอกซีเทอมีเนตเตตพอลิবিຕະໂသ် จะให้อุณหภูมิกลาสทรานสิชันประมาณ -85°C สำหรับในกรณีของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์มาจากสารตั้งต้นประเภท α,ω-ไฮดรอกซีเทอร์มีเนตเตต พอลิพรอพิลีน ไกลคอล และโอ โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอลจะเห็นค่าอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน ที่อุณหภูมิต่ำประมาณ -70°C และ -81°C ตามลำดับ

จ. การตรวจสอบการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลโดยใช้ เทคนิคเจลเพอร์มิเอชันโครมาโตกราฟี พบว่าเมื่อเวลาทำปฏิกิริยาที่เวลาต่างกันแล้วน้ำหนักโมเลกุลโดยเฉลี่ยของแมคโครมอนอเมอร์จะมีค่าเพิ่มขึ้นแสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงบนสายโซ่ของแมคโครมอนอเมอร์และมีการเกิดปฏิกิริยาเป็นแมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ไวน์ลว่องไวอยู่ที่ปลายสายโซ่ ซึ่งบางค่าอาจมีค่าสูงเกินไป เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของสายโซ่หลักบางส่วน สำหรับการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล (Molecular Weight Distribution) ของแมคโครมอนอเมอร์มีค่าพอลิดีสเพอร์ซิตี (Polydispersity) ของแต่ละตัวใกล้เคียงกันกับสารตั้งต้น ซึ่งแสดงว่าการกระจายน้ำหนักโมเลกุลใกล้เคียงกัน

ฉ. การตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสารจากเทอร์โมแกรม โดยใช้เครื่องเทอร์โมกราฟิเมตริกแอนาไลเซอร์ พบว่า แมคโครมอนอเมอร์แต่ละชนิดที่สังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นที่แตกต่างกันจะมีจำนวนองค์ประกอบที่ต่างกันด้วย ซึ่งสามารถพิจารณาจากการสลายตัวของสารที่อุณหภูมิต่างกัน (ซึ่งแสดงไว้ในบทที่ 4)

ข. การตรวจสอบช่วงอุณหภูมิที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันโดยใช้เครื่อง DSC ที่อัตราการสแกน 10 องศาเซลเซียสต่อนาทีของสารตัวอย่างตัวอย่างที่เป็นส่วนผสมระหว่าง สไตรีนมอนอเมอร์ AIBN และแมคโครมอนอเมอร์ทั้ง 3 ชนิด สามารถพบช่วงอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงแบบคายความร้อน(เอกโซเทอร์มิก)ที่อุณหภูมิ 80-120 องศาเซลเซียส ในขณะที่ช่วงอุณหภูมิของ สไตรีนมอนอเมอร์เพียงอย่างเดียวอยู่ในช่วง 100-120 องศาเซลเซียสซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้ย่อมแสดงให้เห็นถึงการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 3 ชนิด

## ส่วนที่ 2 ข้อเสนอแนะ

### 5.3 การทำให้แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ปราศจากน้ำ

ในโครงการพิเศษนี้ได้มีขั้นตอนการกำจัดสารตั้งต้นที่เกินออก(ในที่นี้คือ อะคริโลอิล คลอไรด์) ซึ่งทำได้โดยนำมาสกัดด้วยน้ำ หลังจากที่สกัดเสร็จแล้ว ต้องนำมากำจัดความชื้นด้วยโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส และนำไปอบสูญญากาศ ซึ่งถ้าหากในขั้นตอนนี้ สามารถกำจัดน้ำออกได้หมด จะทำให้ผลการวิเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์ได้ชัดเจนกว่าเพื่อจะได้ทราบถึงปริมาณการเปลี่ยนแปลงเป็นผลิตภัณฑ์ได้โดยพิจารณาจากหมู่ไฮดรอกซิล ที่ลดลงในกรณีที่สารตั้งต้นประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิลที่สามารถถูกเปลี่ยนแปลงไปเป็นหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะตามต้องการได้

### 5.4 การหาเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นเป็นแมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ไวโนลอยู่ที่ปลายสายโซ่

ในโครงการพิเศษนี้ยังไม่สามารถทราบถึงเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของสารตั้งต้นไปเป็นแมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ไวโนลอยู่ที่ปลายสายโซ่จึงทำให้ไม่สามารถทราบถึงเปอร์เซ็นต์ของการเปลี่ยนแปลง(%conversion)ที่เปลี่ยนแปลงไปสามารถหาได้จากการวิเคราะห์เชิงปริมาณโดย เทคนิคยูวีสเปกโตรสโคปี หรือจากเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีได้ ซึ่งจะต้องใช้เวลาศึกษาถึงหลักการให้ละเอียดนานพอสมควร

### 5.5 ควรทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของแมคโครมอนอเมอร์กับสไตรีนมอนอเมอร์

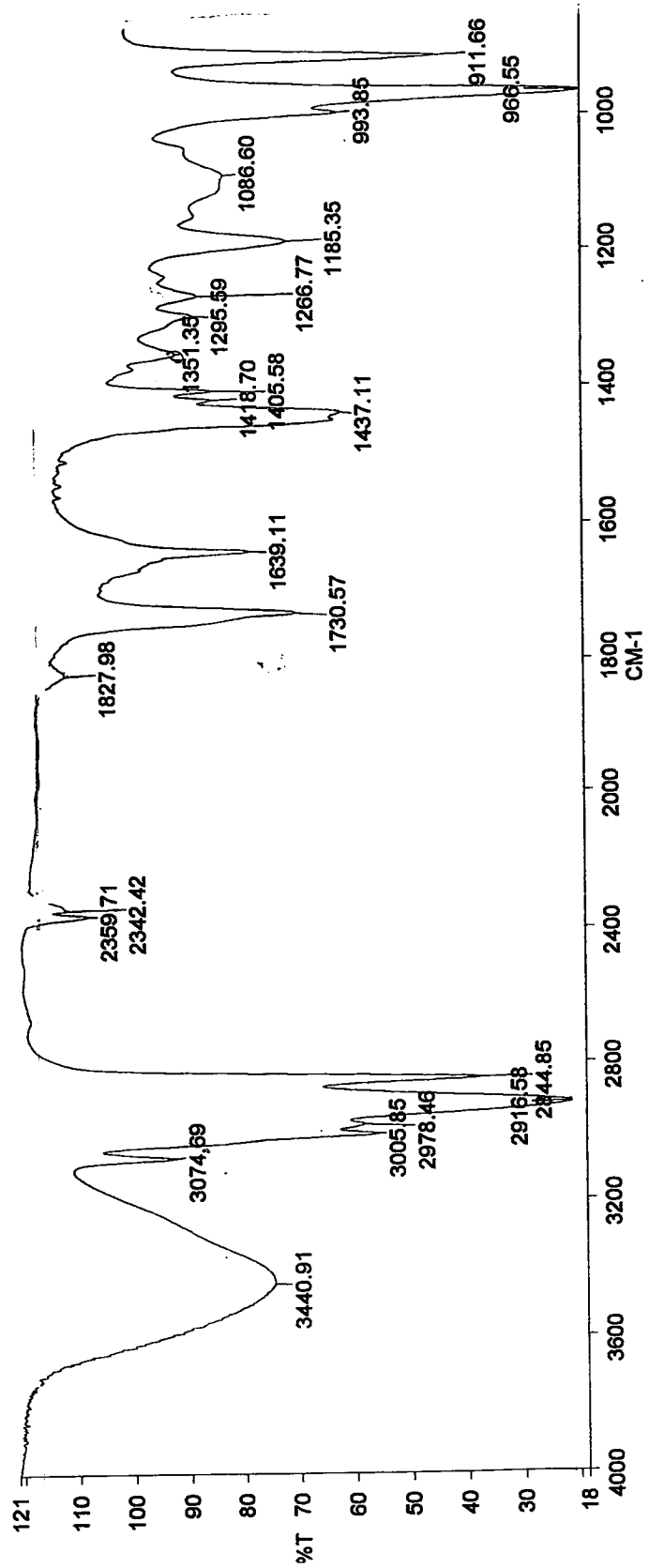
เนื่องจากโครงการพิเศษนี้เป็นการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์ที่มีหมู่ไวโนลที่ไวโนลอยู่ที่ปลายสายโซ่ ดังนั้นเมื่อทำการสังเคราะห์แมคโครมอนอเมอร์แล้วจึงควรทำการทดสอบโดยการทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันกับสไตรีนมอนอเมอร์ เพื่อเป็นการยืนยันว่า

สามารถเกิดแมคโครมอนอเมอร์ที่นำไปทำกราฟท์โคพอลิเมอร์ได้ ซึ่งในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาถึงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาโดยศึกษาจาก เครื่องดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์ (DSC) แต่ยังไม่สามารถศึกษาถึงการทำแมคโครมอนอเมอร์ทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันได้มาก เนื่องจากระยะเวลาในการจัดทำโครงการพิเศษมีจำกัด

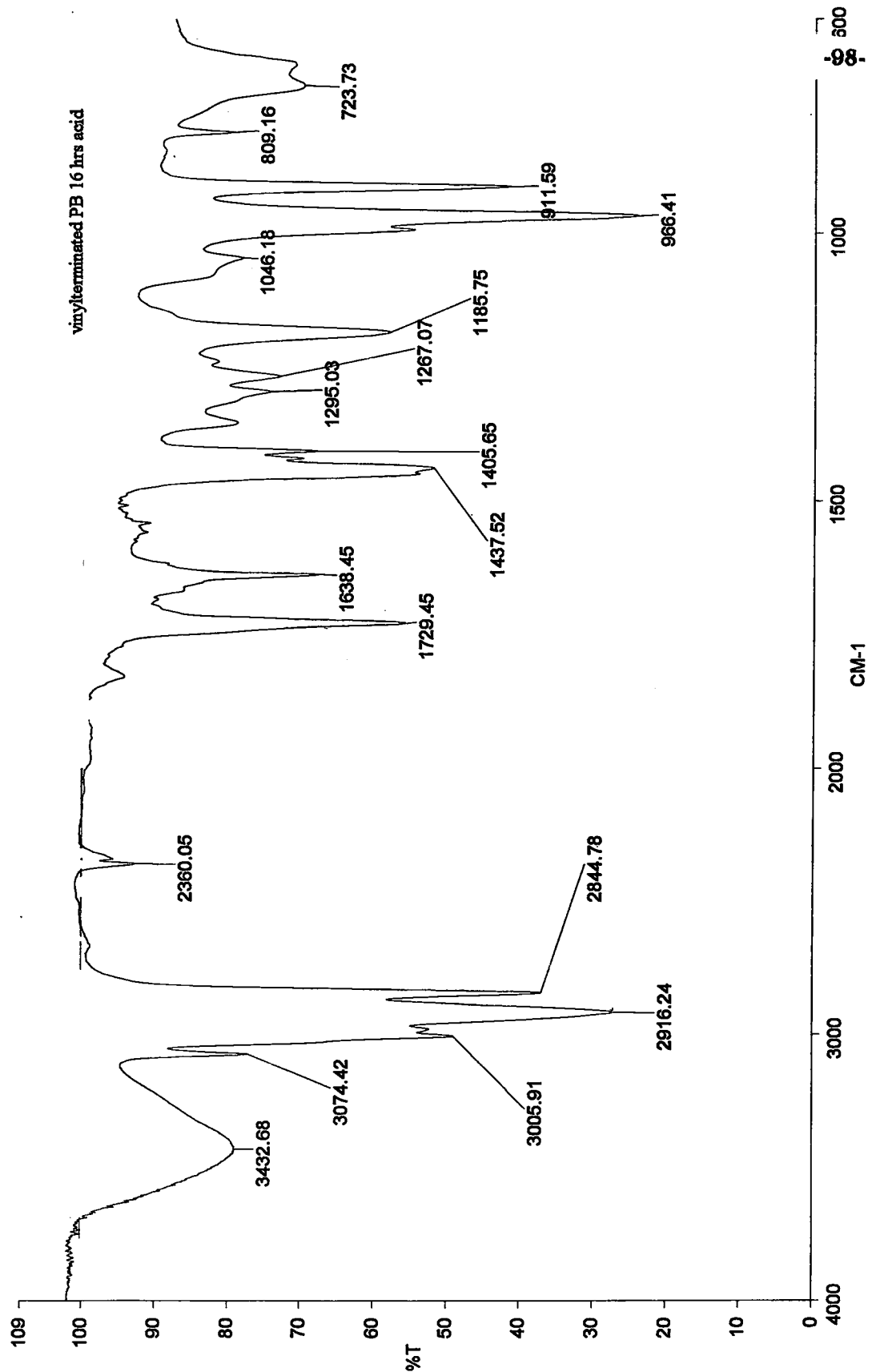
ภาคผนวก

## ภาคผนวก ก

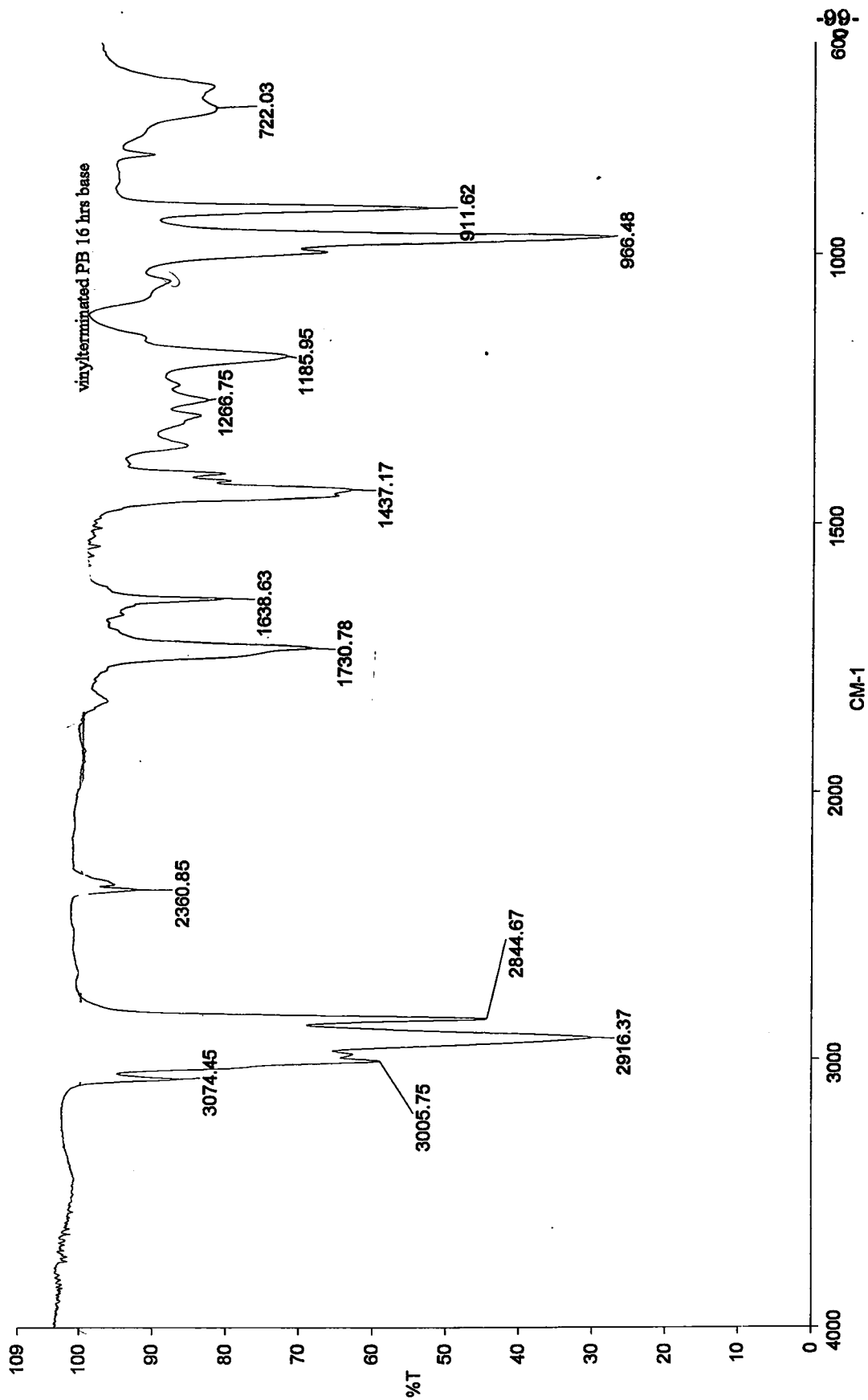
แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มสเปกตรัม  
ของแมคโครมอโนเมอร์  
ที่สภาวะต่างกัน



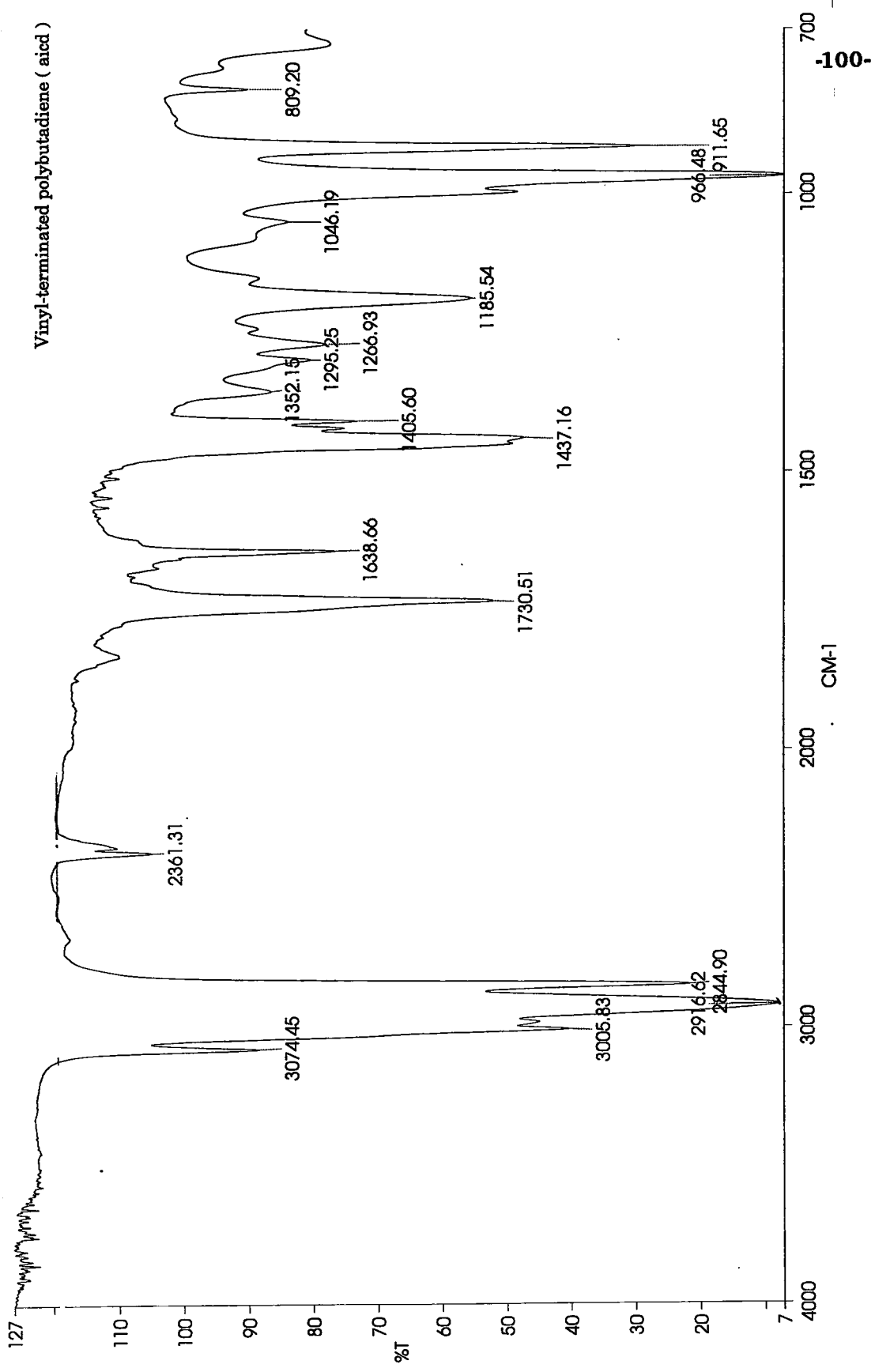
รูปที่ 1 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -ไฮดรอกซีเทอร์มินเตด พอลิ บิวตะไดอิน เวลาที่ใช้ 7 ชั่วโมง



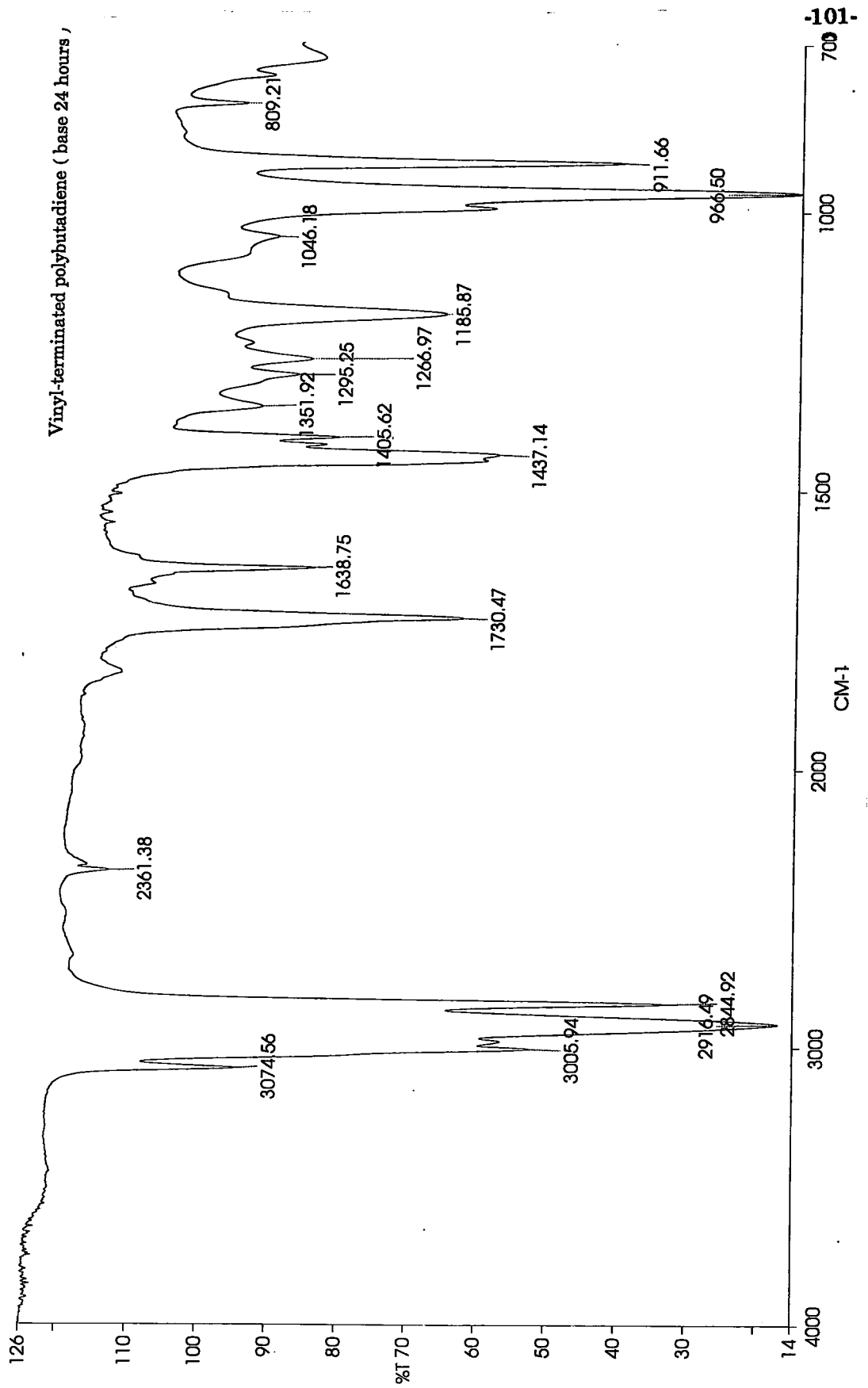
รูปที่ 2 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลต์พอลิวิตะไดอินแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



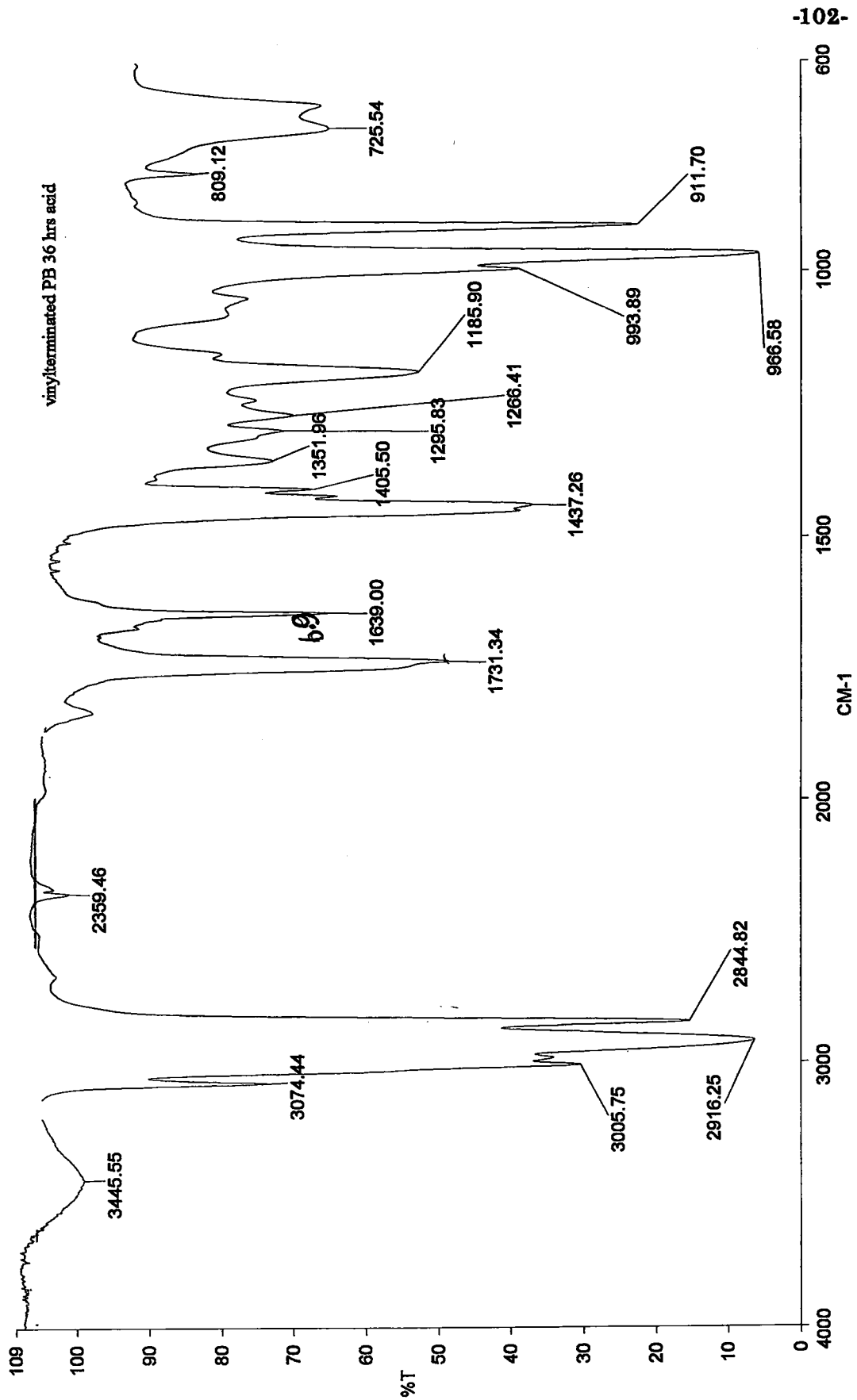
รูปที่ 8 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลด์พอลิบิวตะไดอินแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



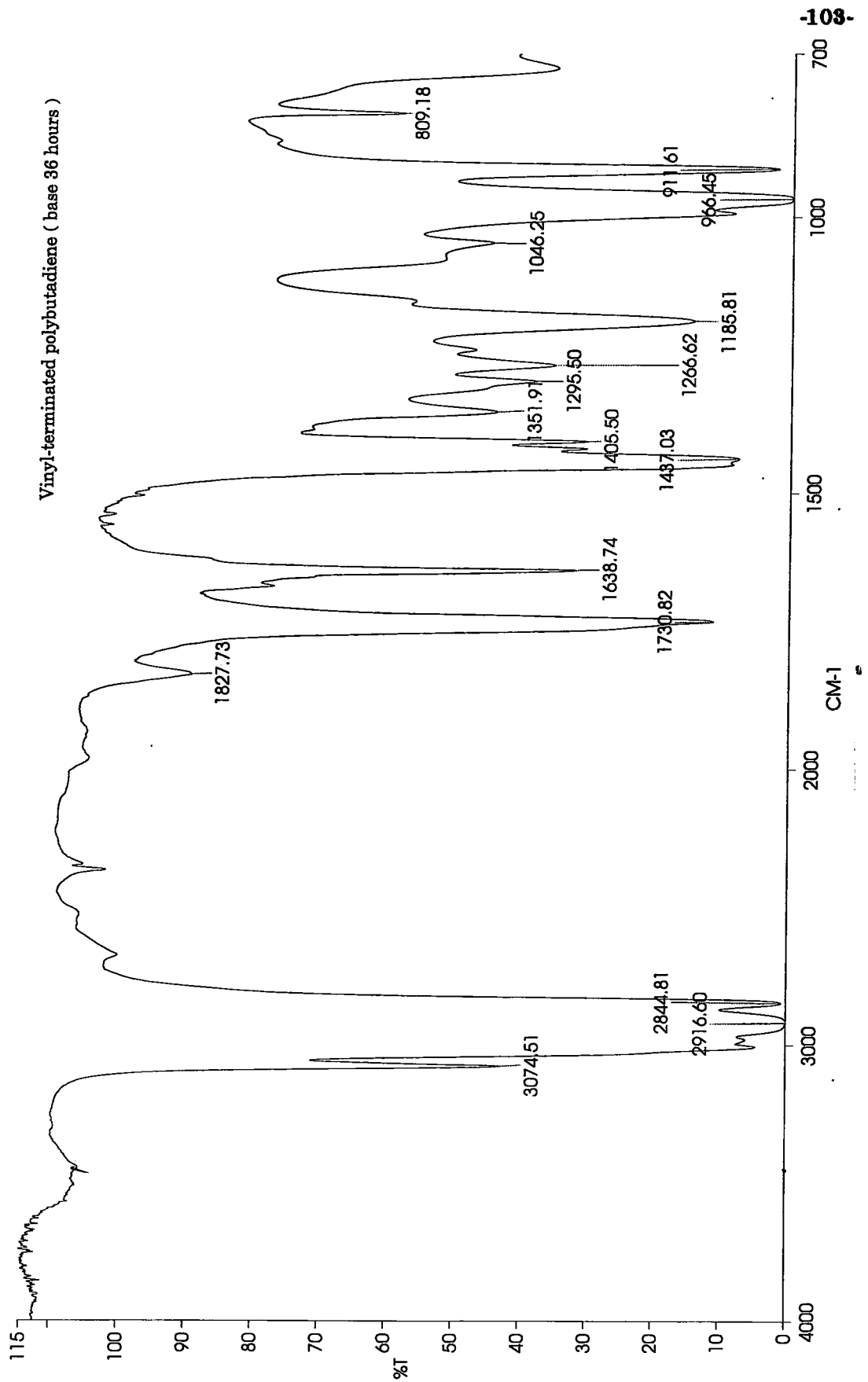
รูปที่ 4 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลฟอติบิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



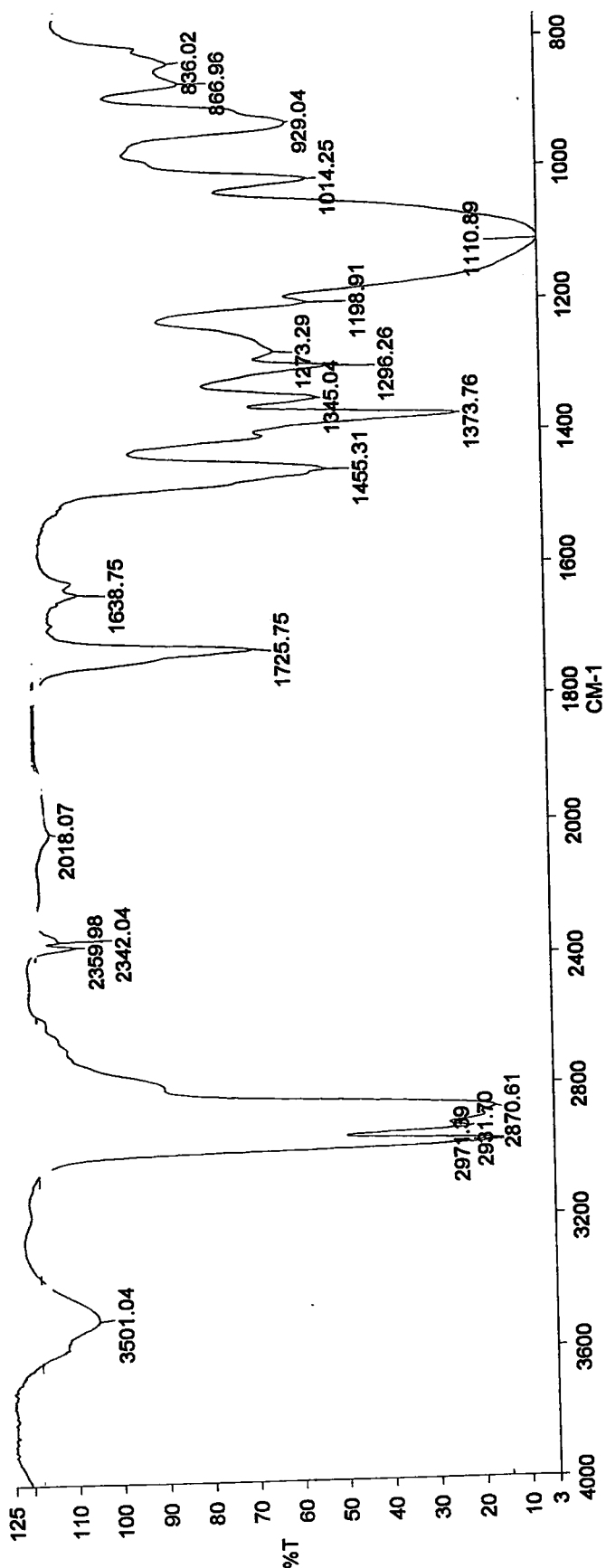
รูปที่ 5 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลดพอลิบิวตะไดอิน  
 แมกโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สถานะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา  
 คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



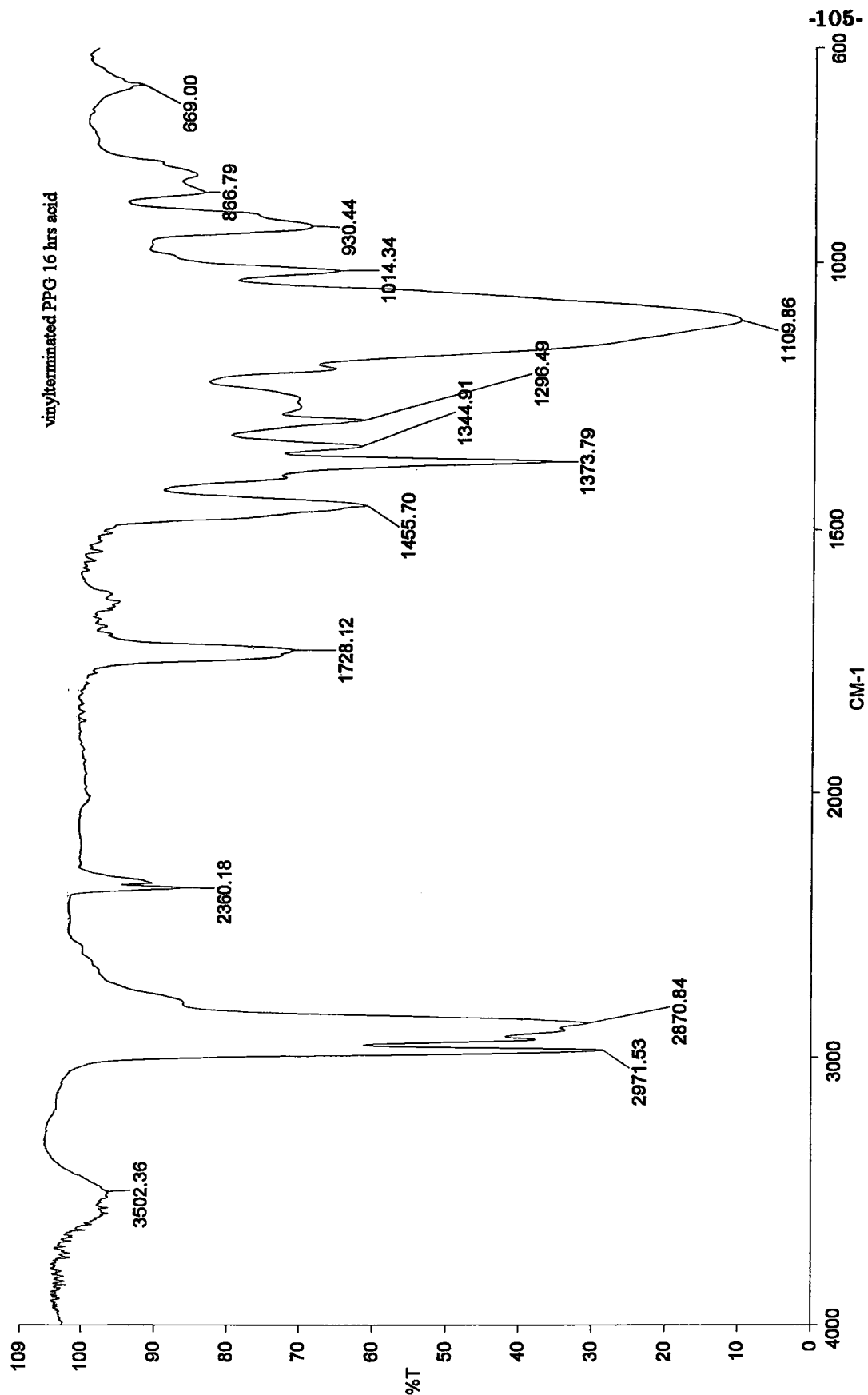
รูปที่ 6 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิลพอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



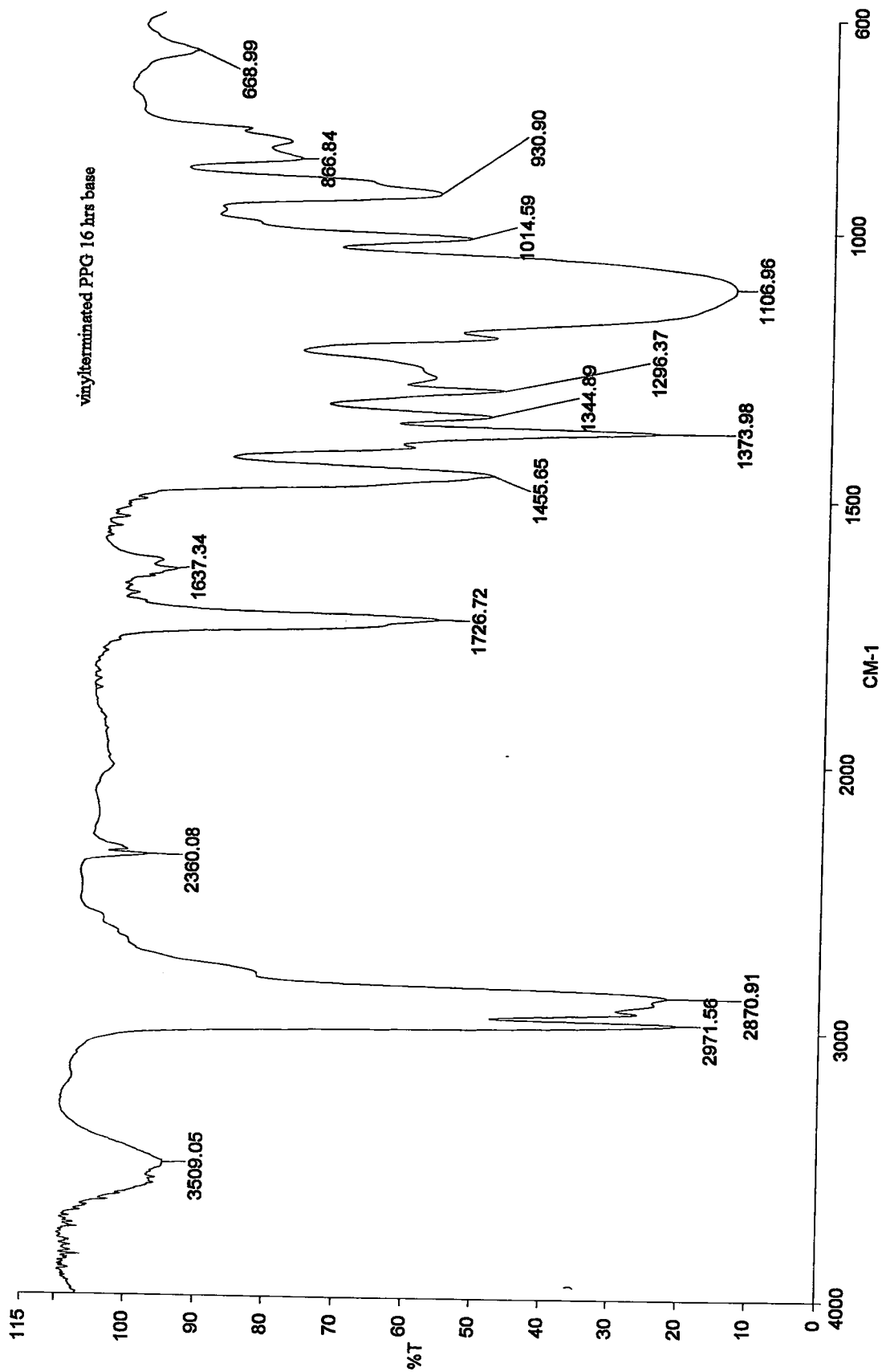
รูปที่ 7 ก แสดงฟูรีเยร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลลพอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สถานะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือโซเดียมไฮดรอกไซด์



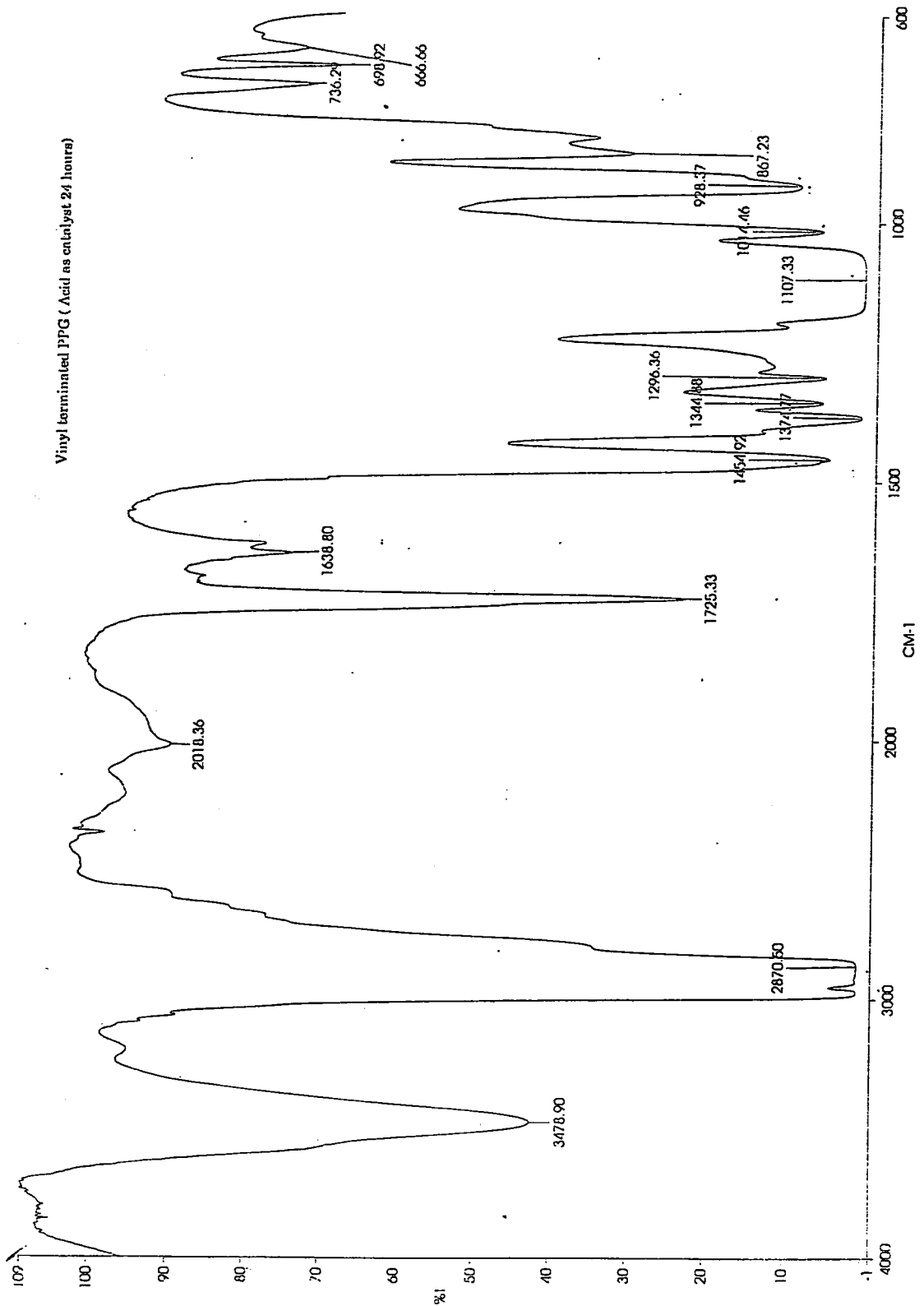
รูปที่ 8 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลดิล พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 7 ชม.



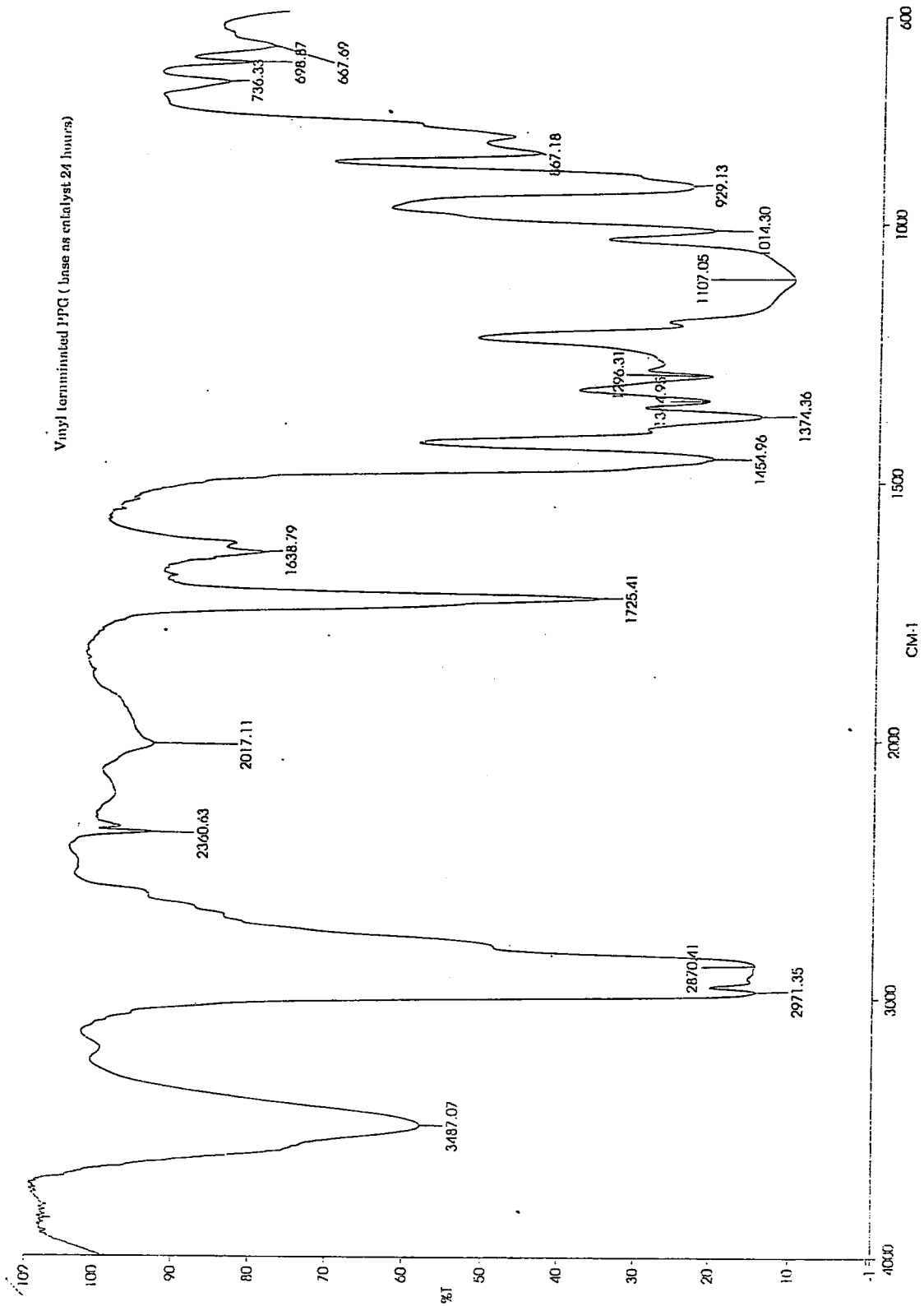
รูปที่ ๑ ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลต์ พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



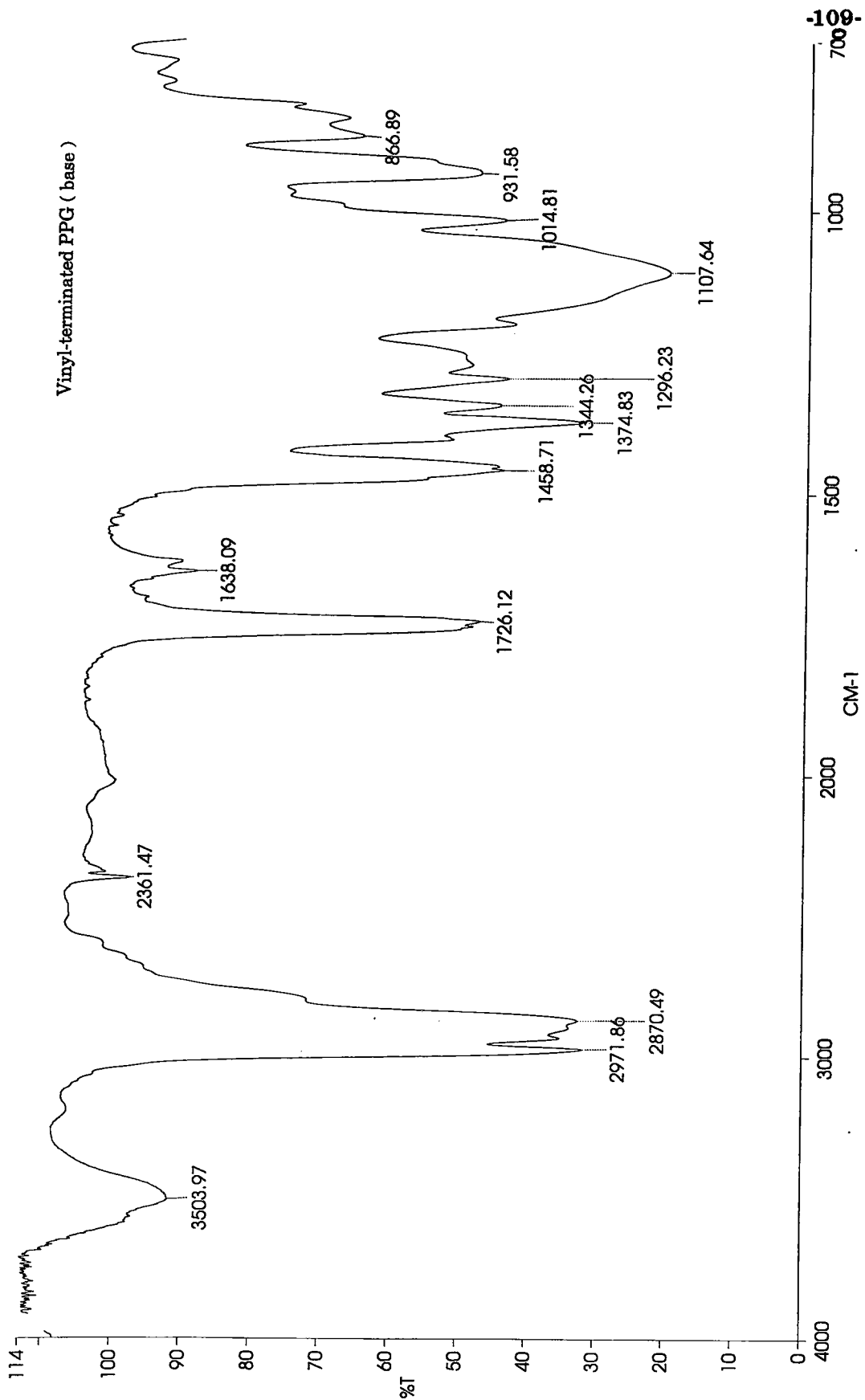
รูปที่ 10 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอลแมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



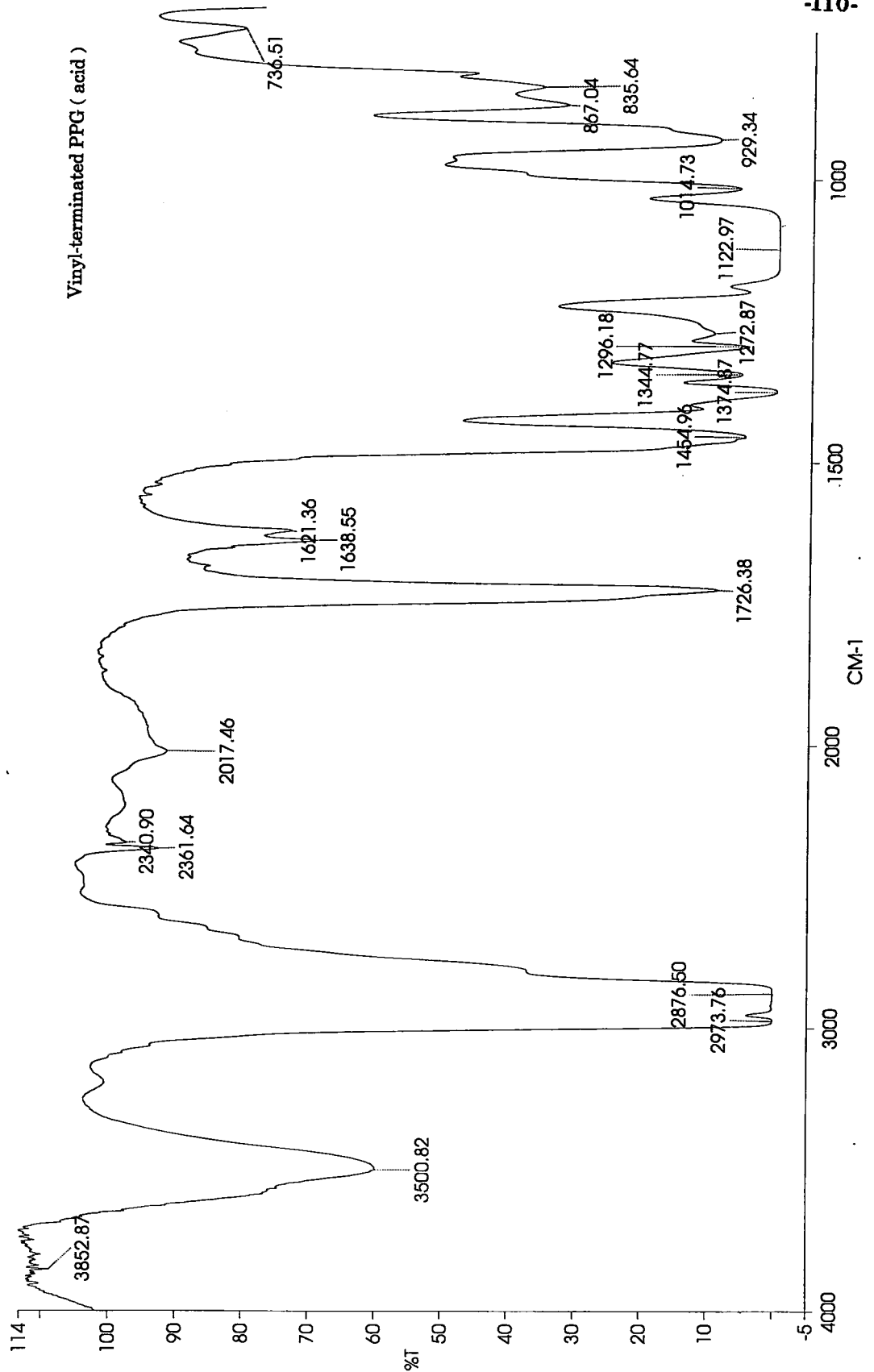
รูปที่ 11 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



รูปที่ 12 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สถานะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์

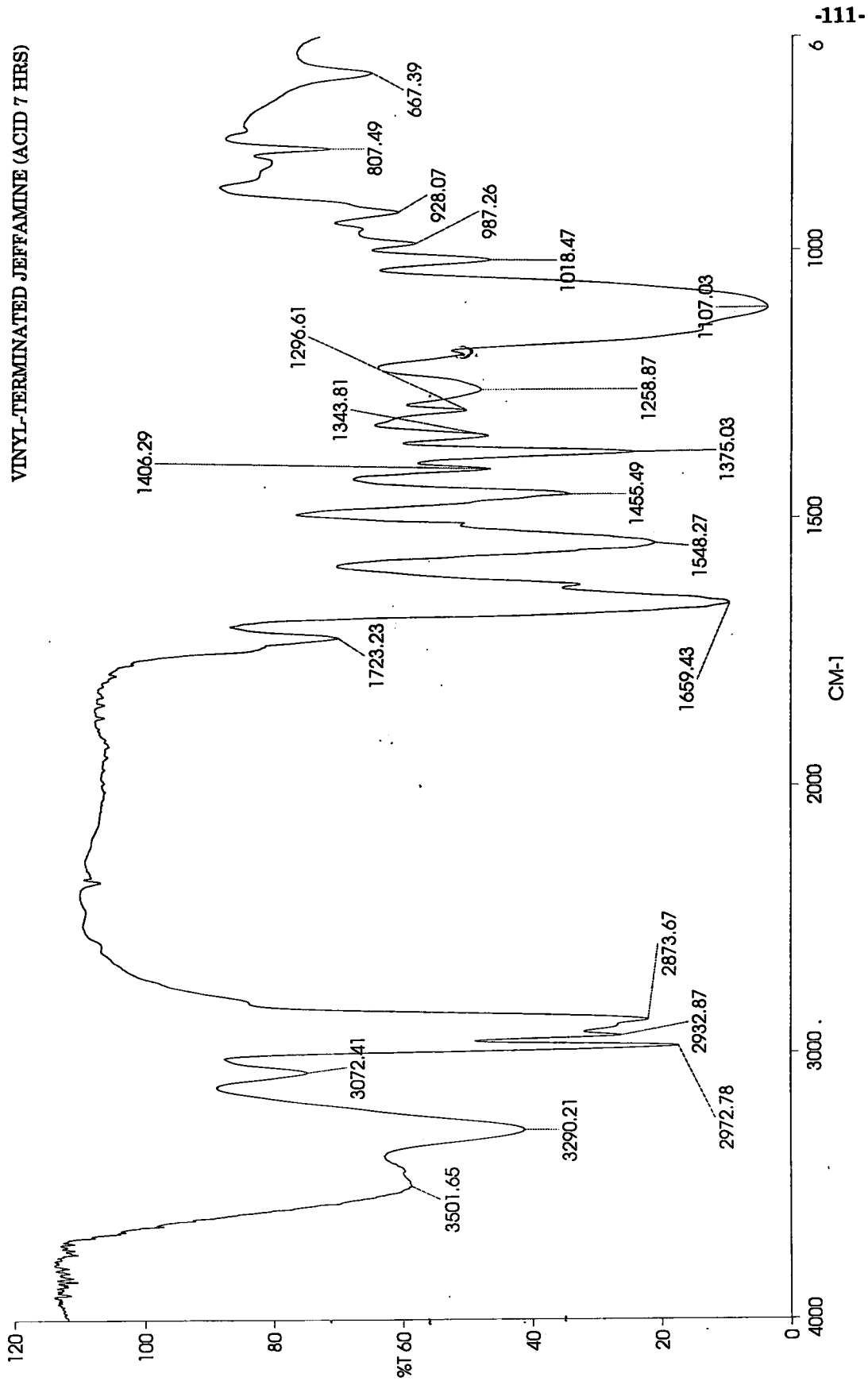


รูปที่ 18 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก

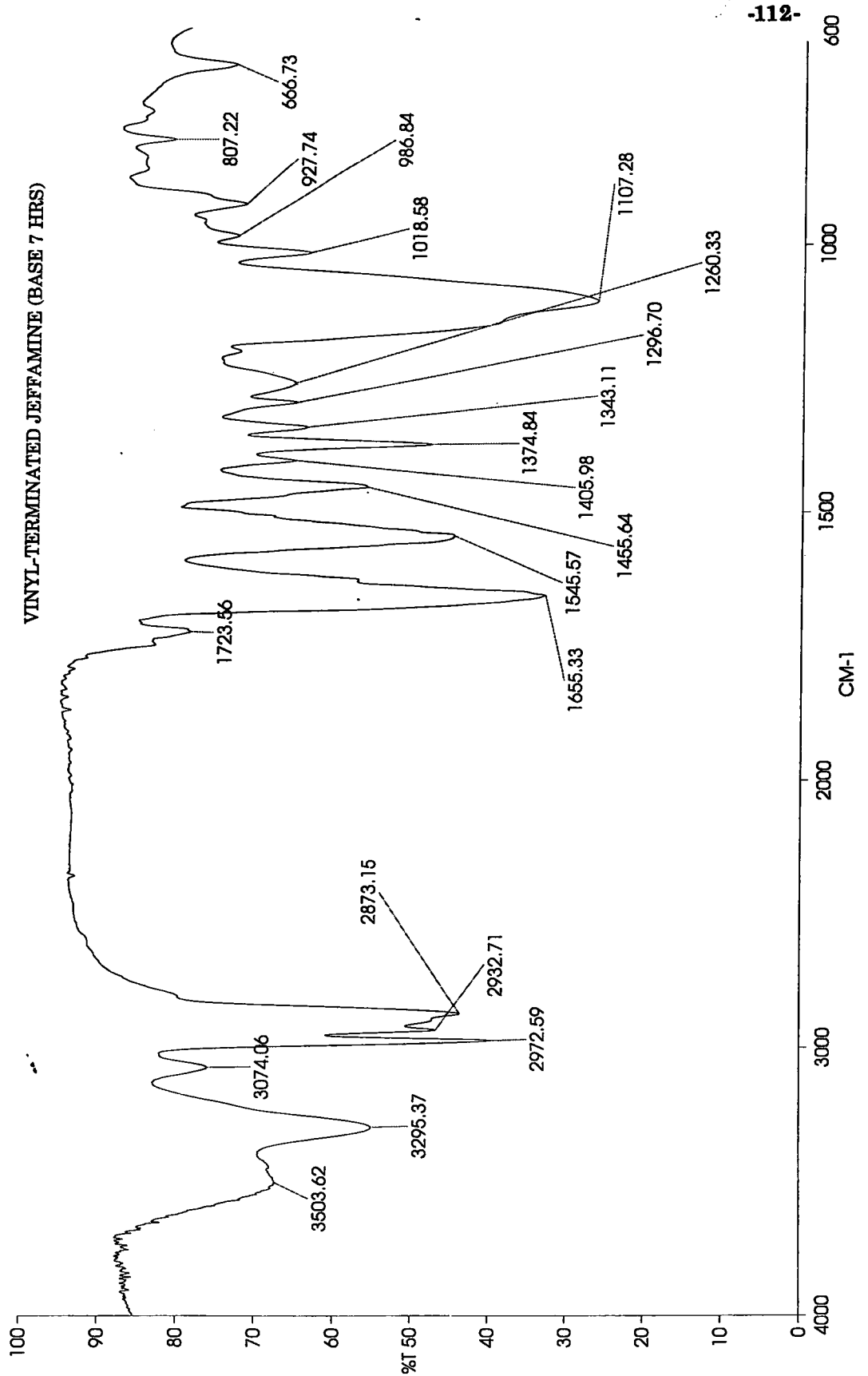


รูปที่ 14 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์

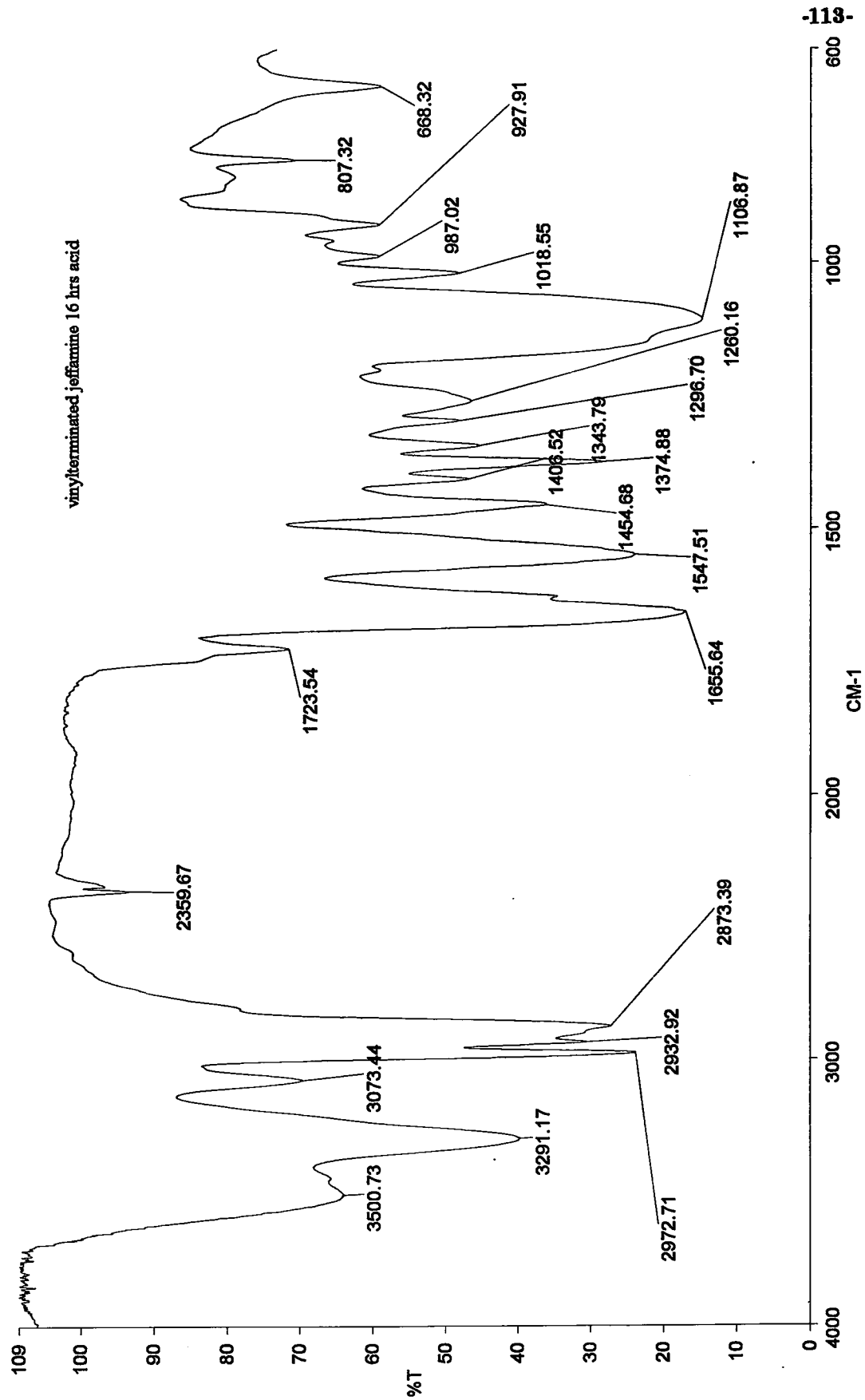
VINYL-TERMINATED JEFFAMINE (ACID 7 HRS)



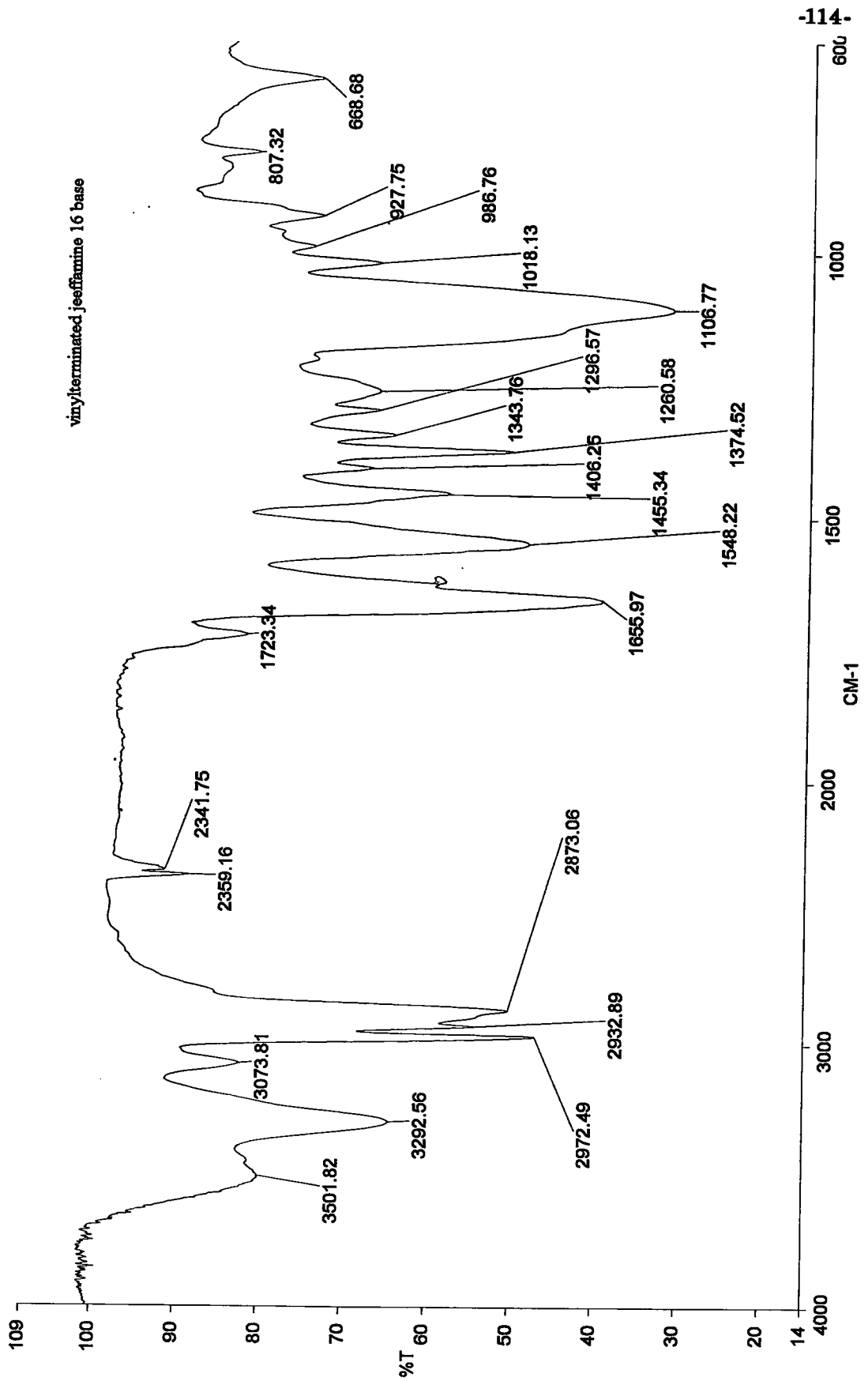
รูปที่ 15 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะคริไลด-ไอ-ไอ-บิส (-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพรพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 7 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



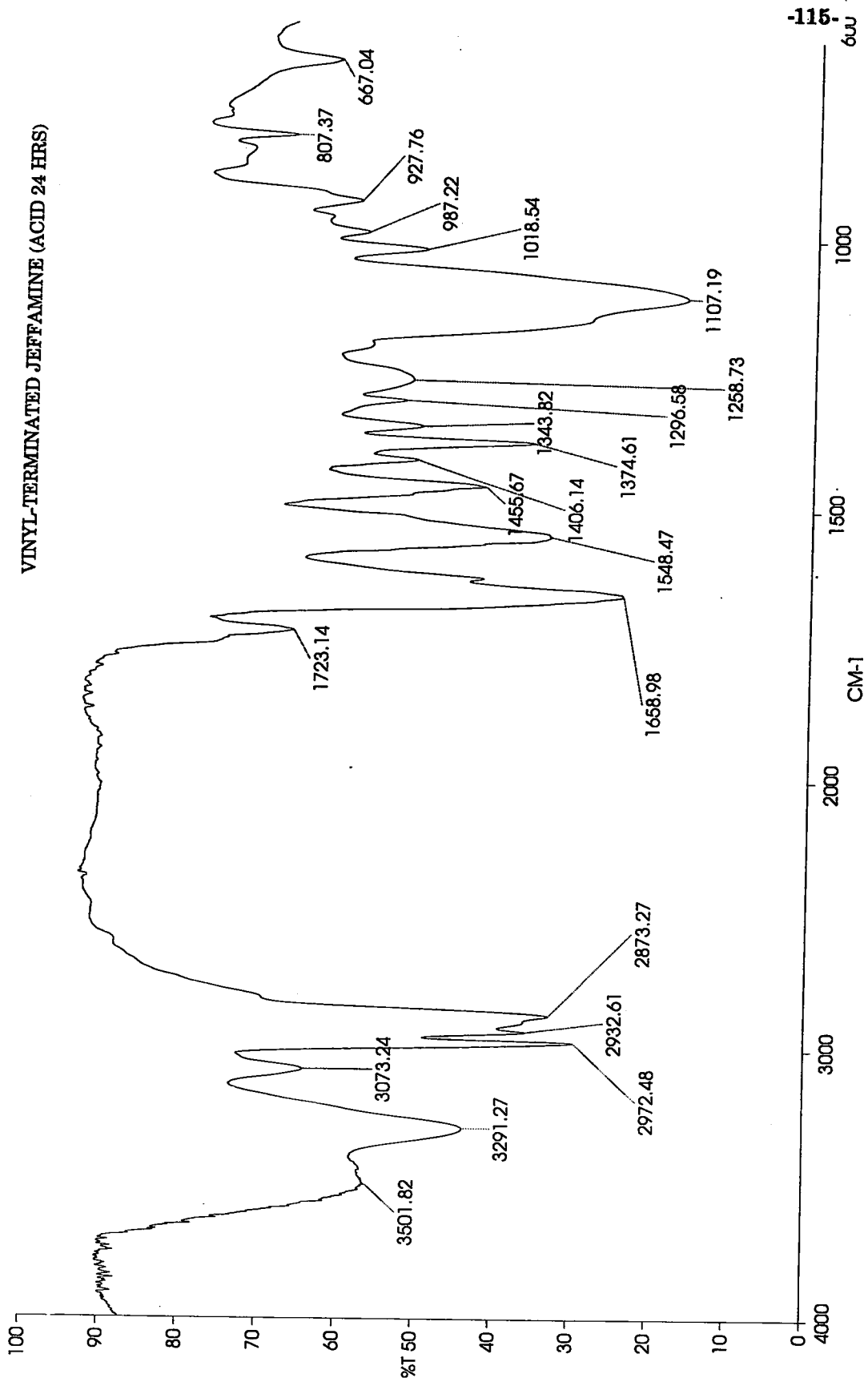
รูปที่ 16 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิด-โอ-ไอ-บีส (-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพรพิลีน ไกลคอล แมกโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 7 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ 17 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิด-โอ-โอ-บิส (-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิฟอสฟีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก

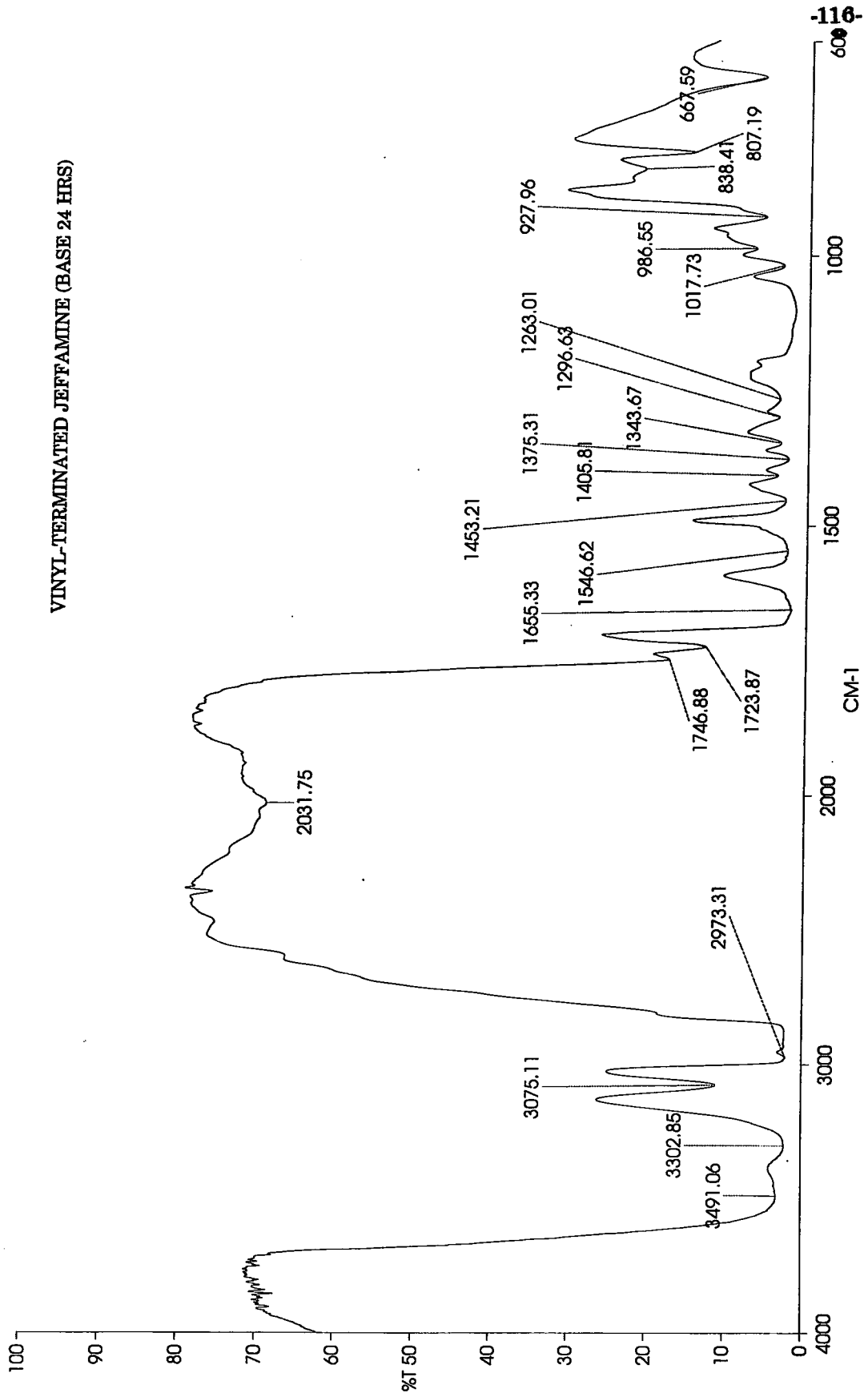


รูปที่ 18 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมชนิดของ เอ็น เอ็น-อะคริไลดิล-โอ-โอบิส-(-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สถานะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์

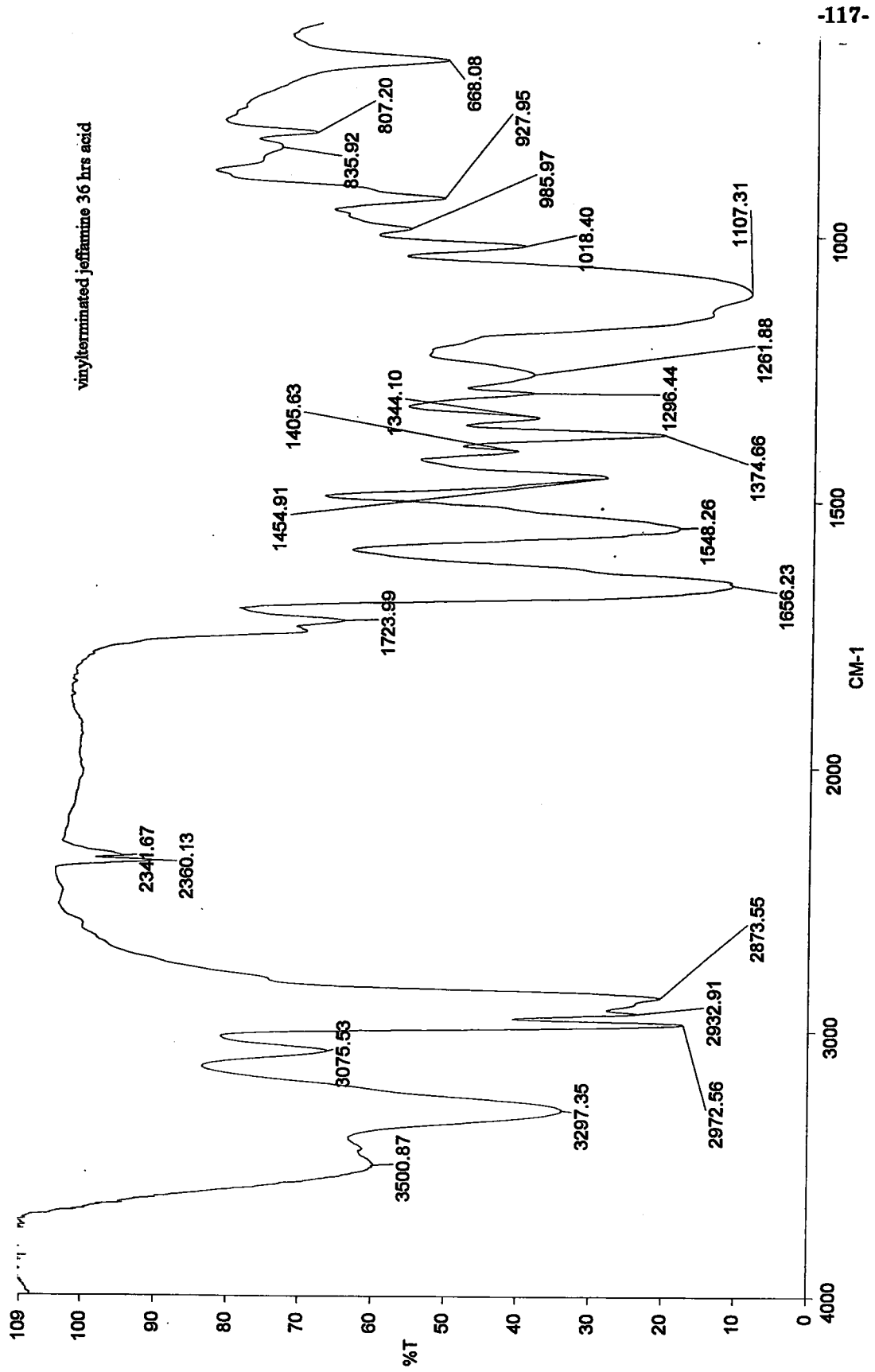


รูปที่ 19 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะคริโลอิล-โอ-โอ-บิส (-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพอฟีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก

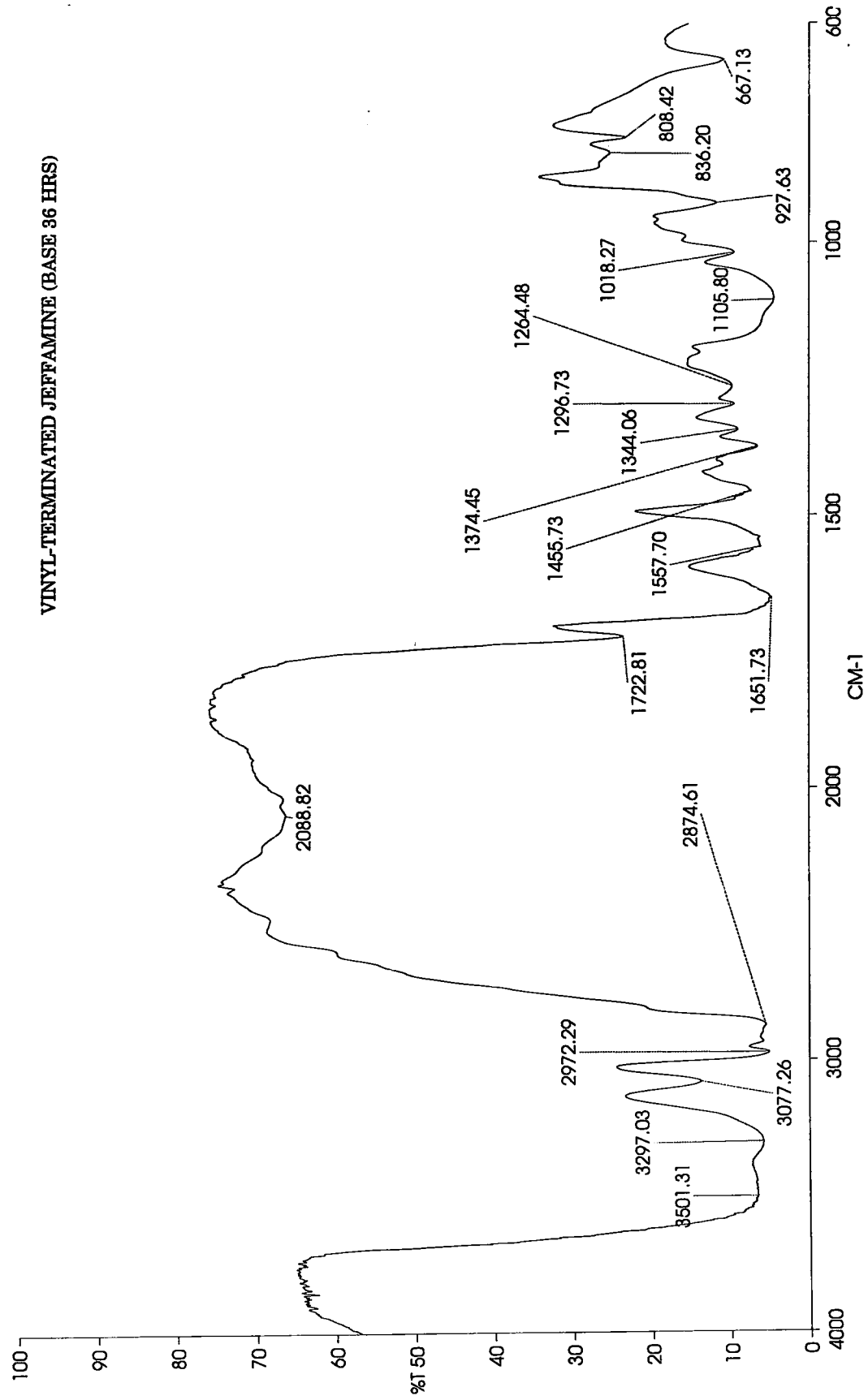
VINYL-TERMINATED JEFFAMINE (BASE 24 HRS)



รูปที่ 20 ก แสดงฟูรีเยร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิด-โอ-โอ-บิส (-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพอฟีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



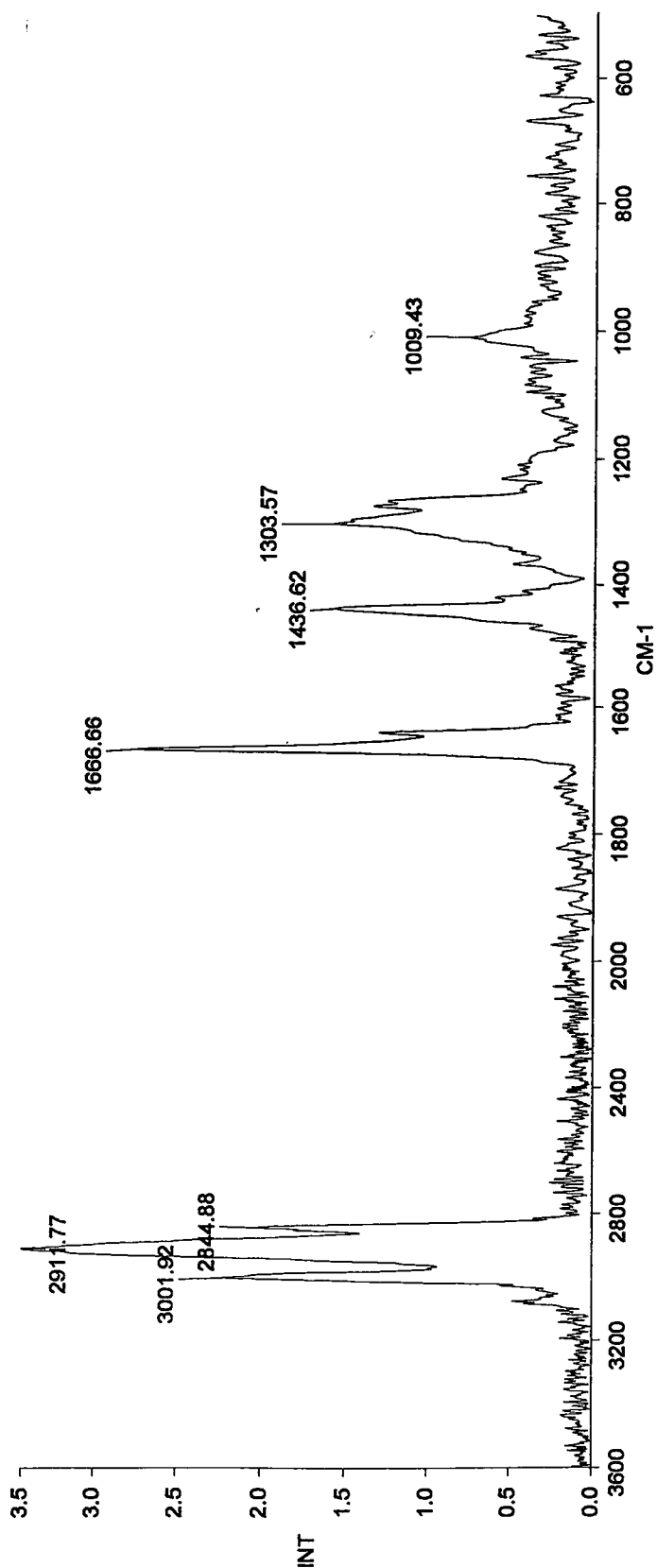
รูปที่ 21 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะคริโลอิด-โอ-โอ-บิส (-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพอฟีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



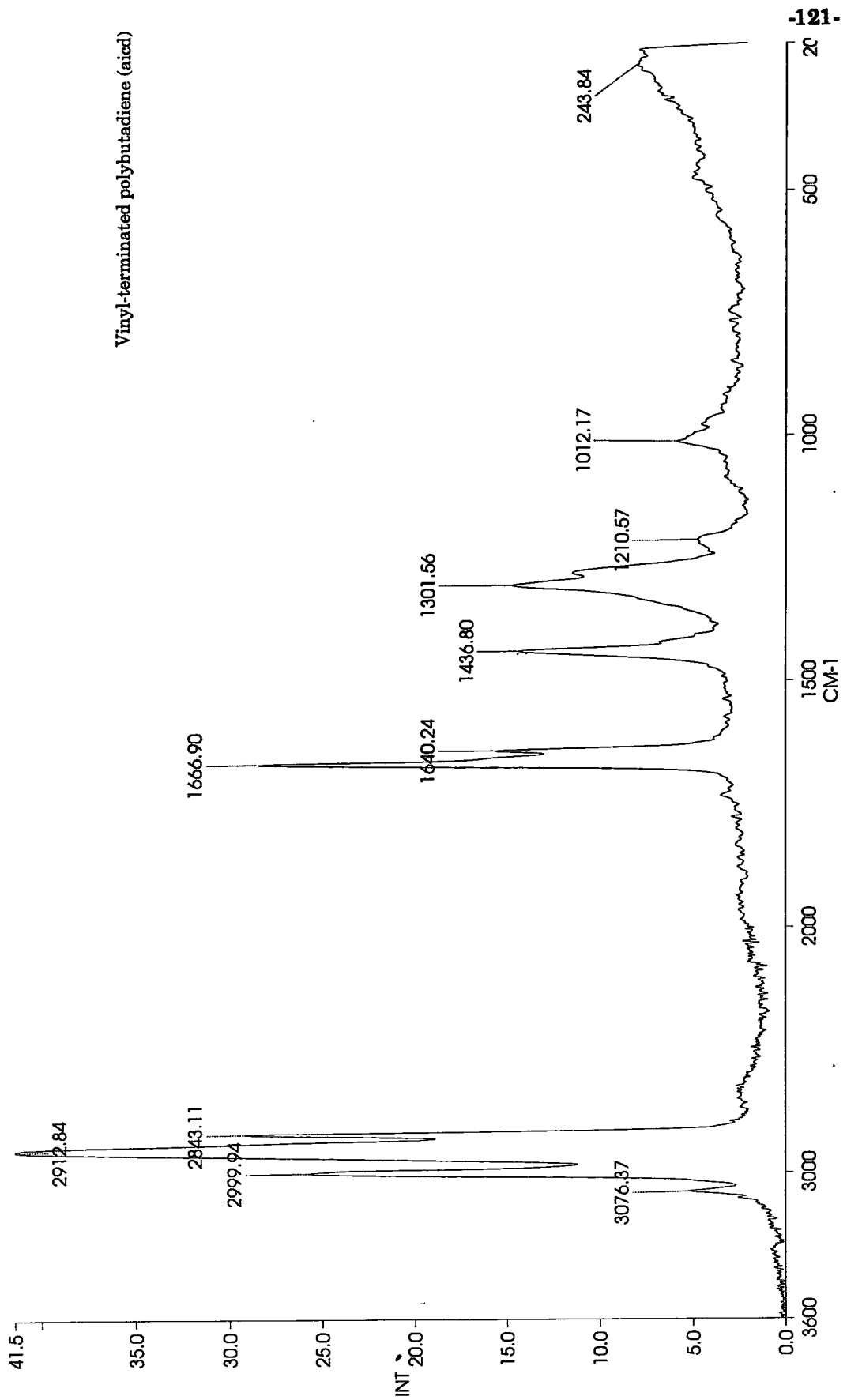
รูปที่ 22 ก แสดงฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะคริโลอิล-โอ-โอ-บิส (-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพอฟีลีน ไกลคอลด แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์

## **ภาคผนวก ข**

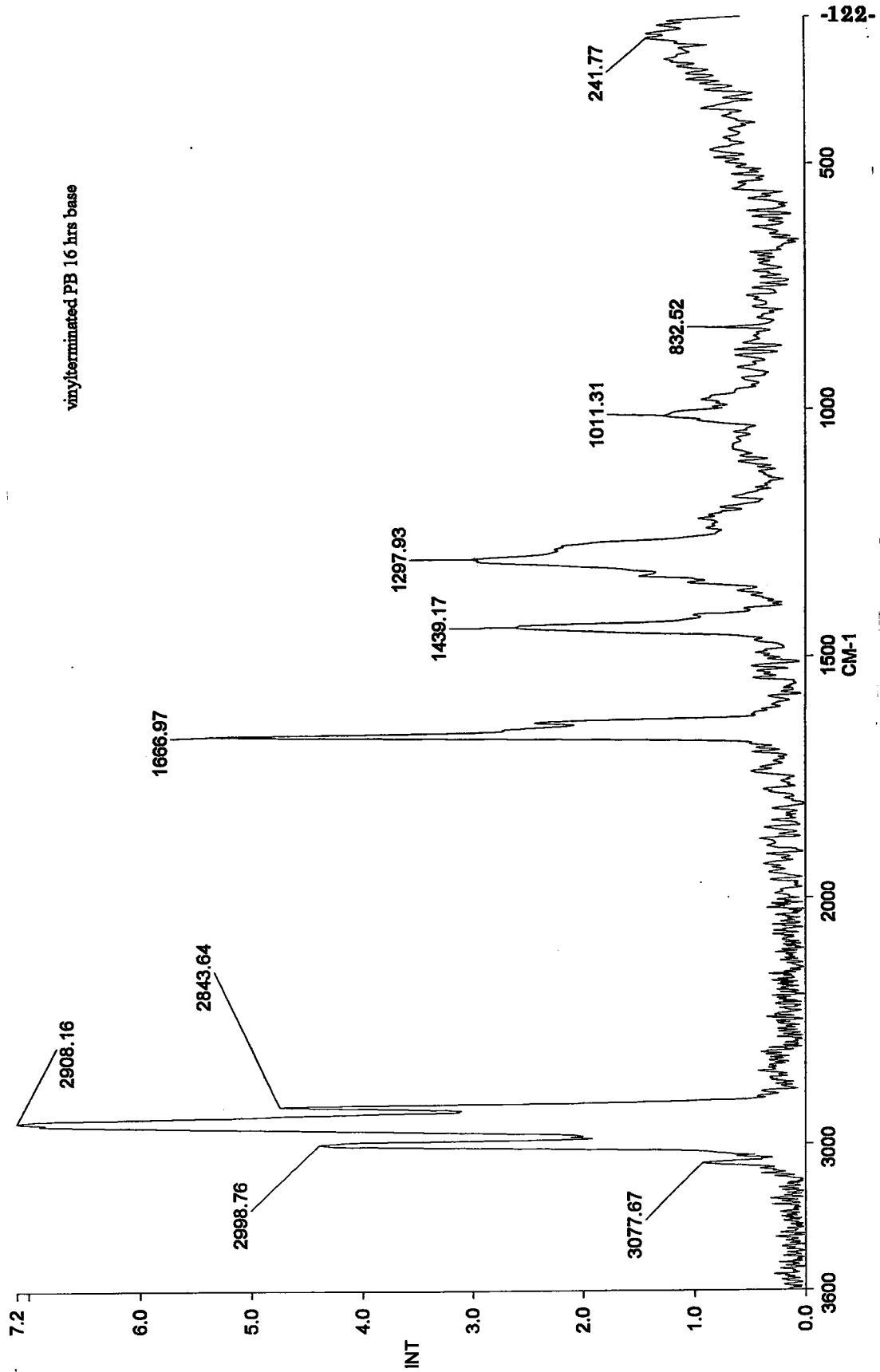
**แสดงรามานสเปกตรัมของ  
แมคโครมोनอเมอร์ที่สภาวะต่างกัน**



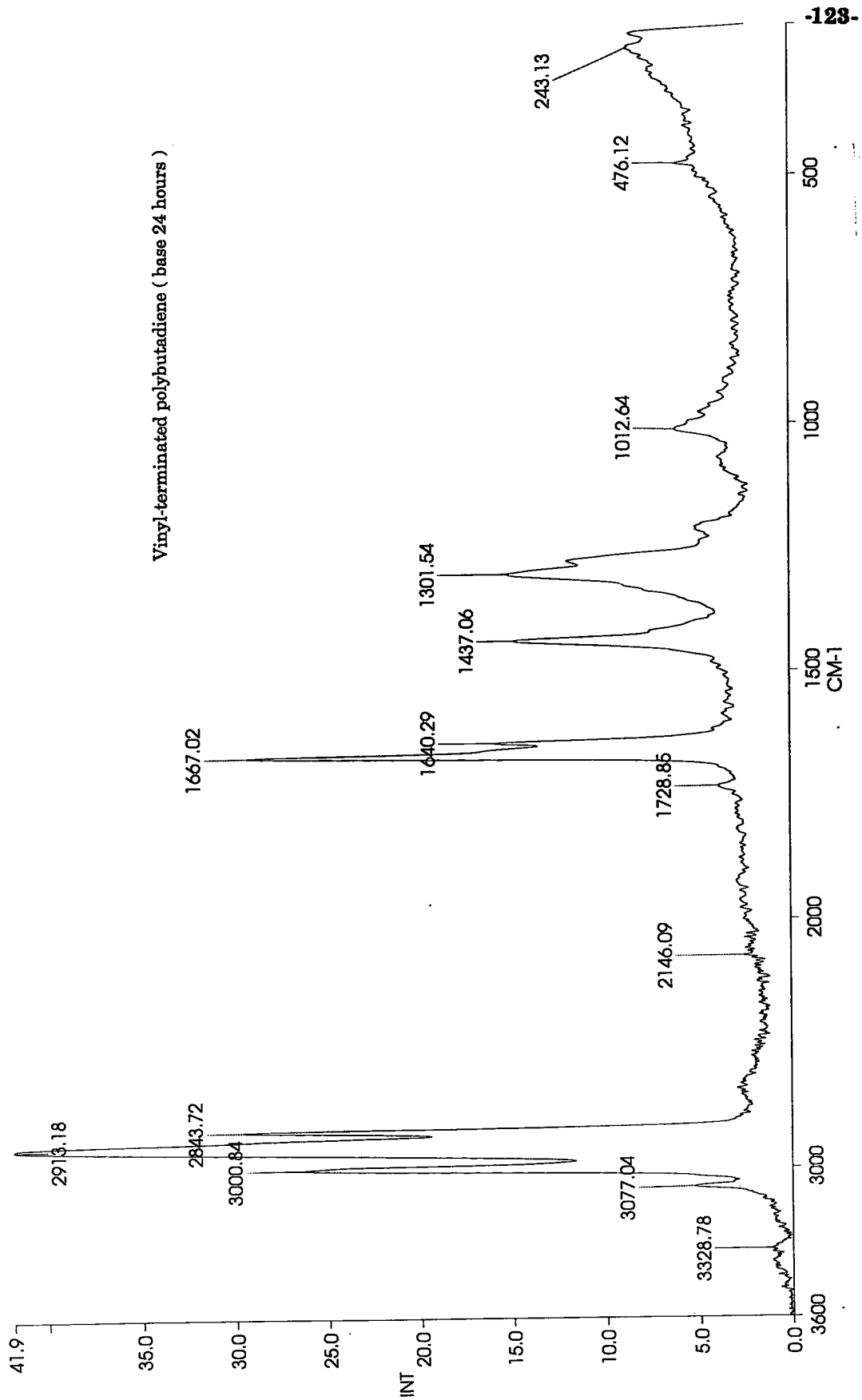
รูปที่ 1 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -ไฮดรอกซีเทอร์มิเนต พอลิบิวตะไดอิน เวลาที่ใช้ 7 ชั่วโมง



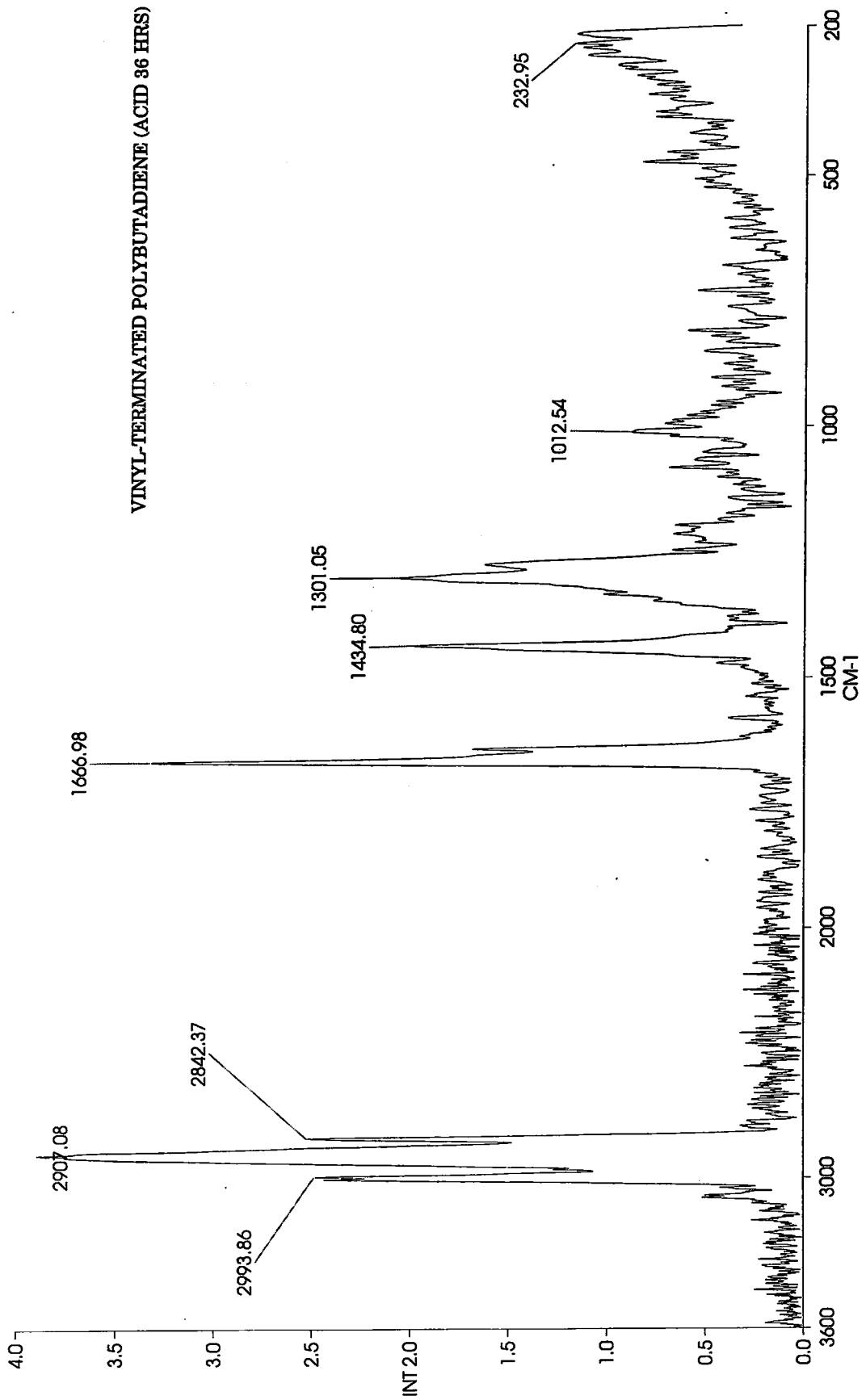
รูปที่ 2 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลดพอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



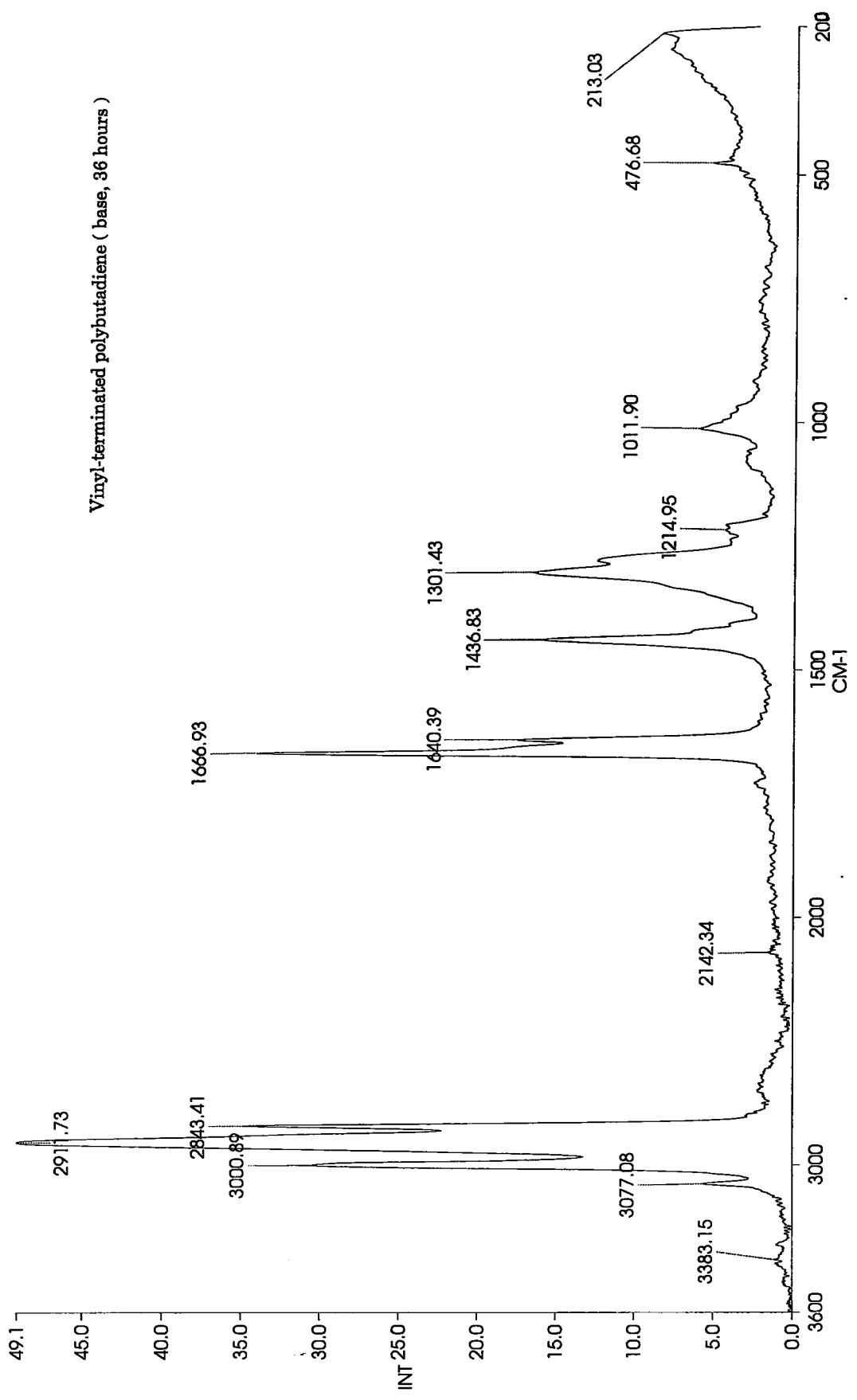
รูปที่ 8 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลต์ พอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



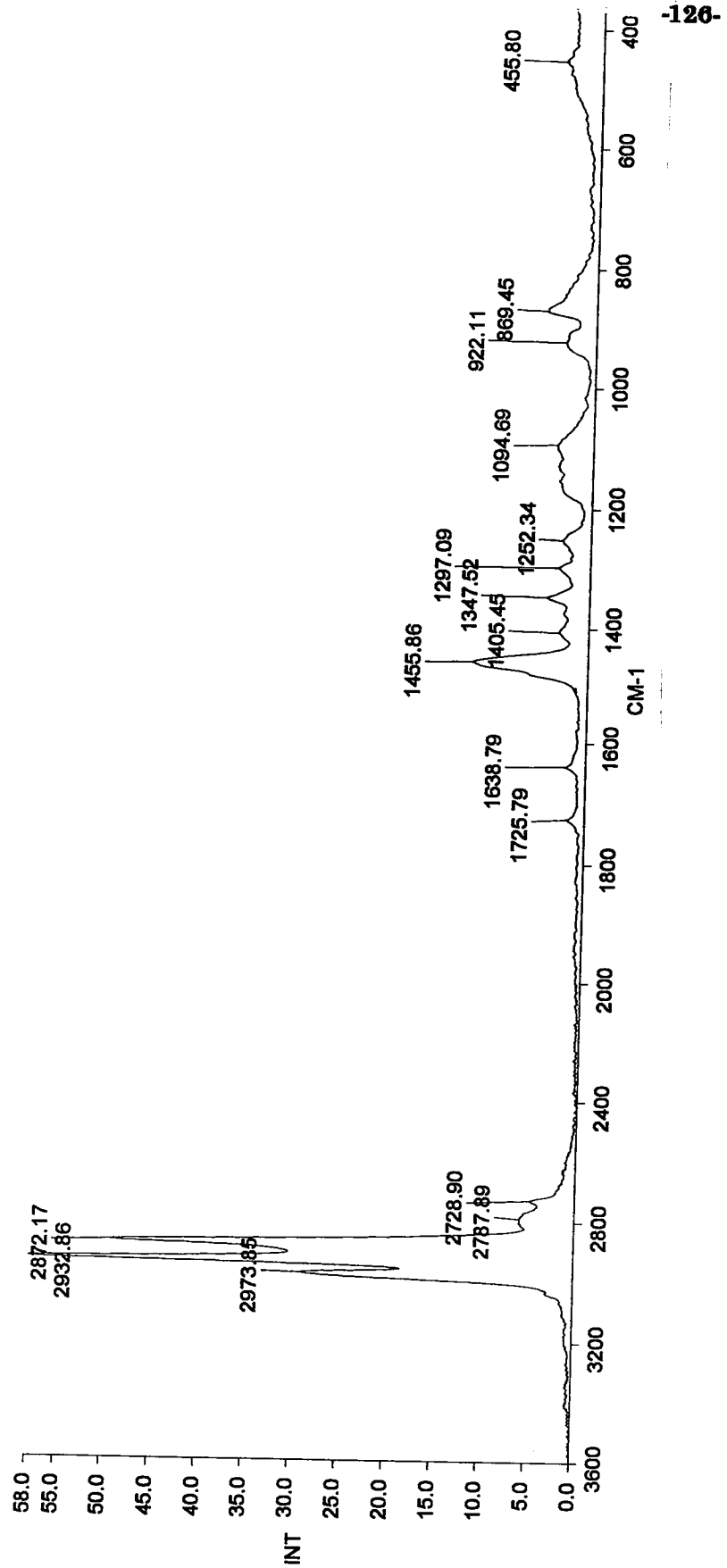
รูปที่ 4 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลดพอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือโซเดียมไฮดรอกไซด์



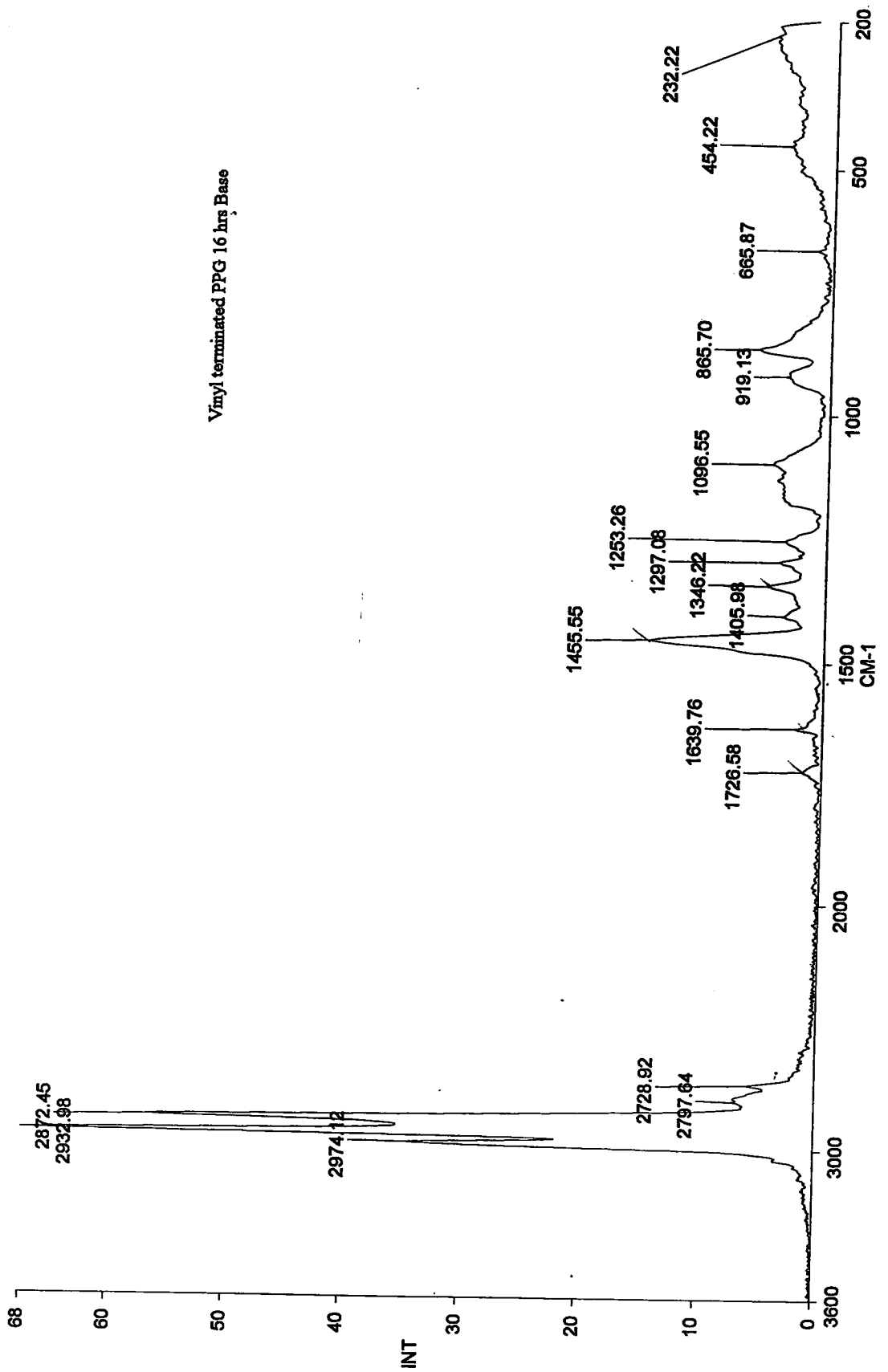
รูปที่ 5 ข แสดงรามานสเปกตรัม ของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลต์ พอลิบิวตะไดอีน แมคโครมอนอเมอร์ ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



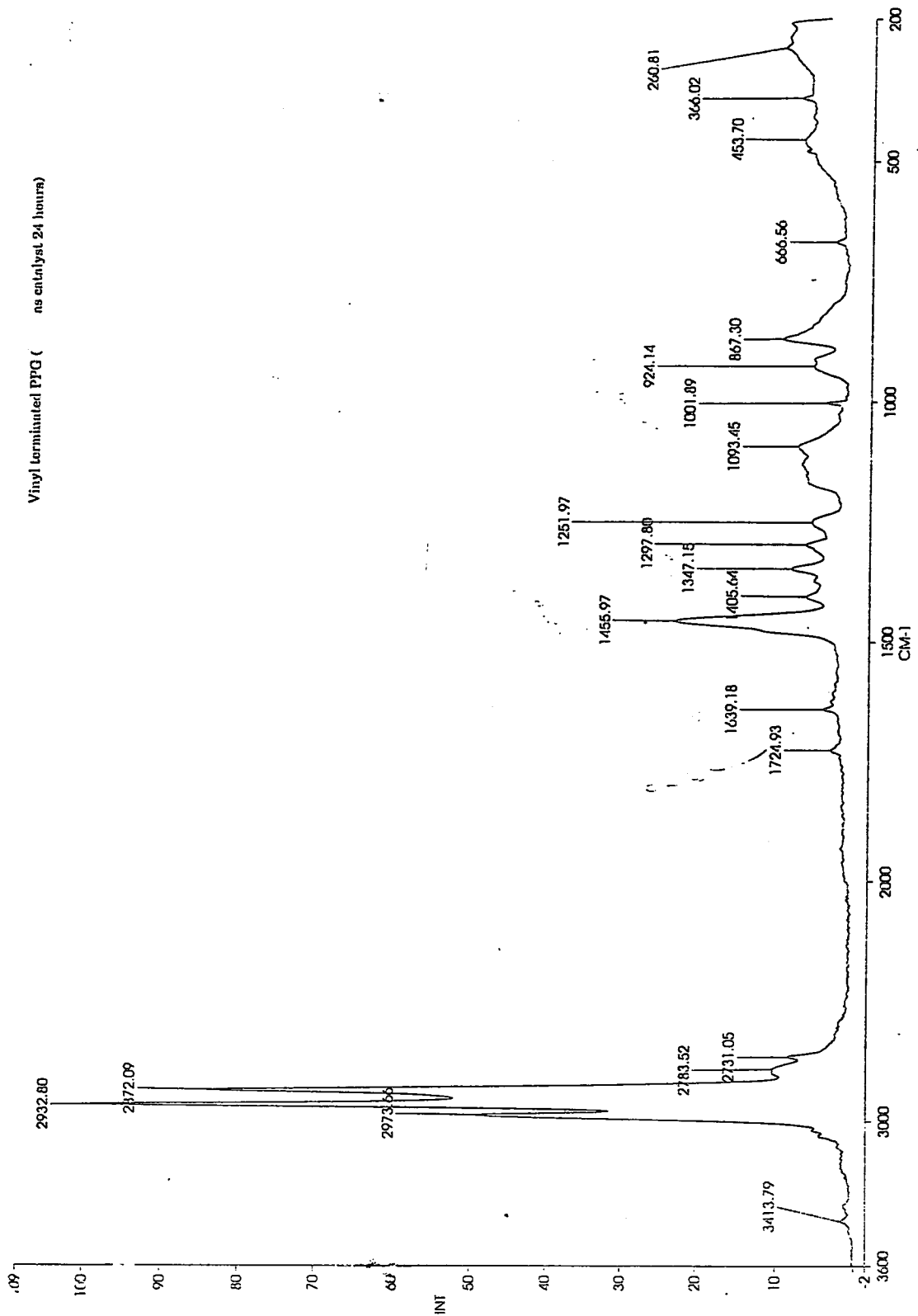
รูปที่ 6 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลพอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



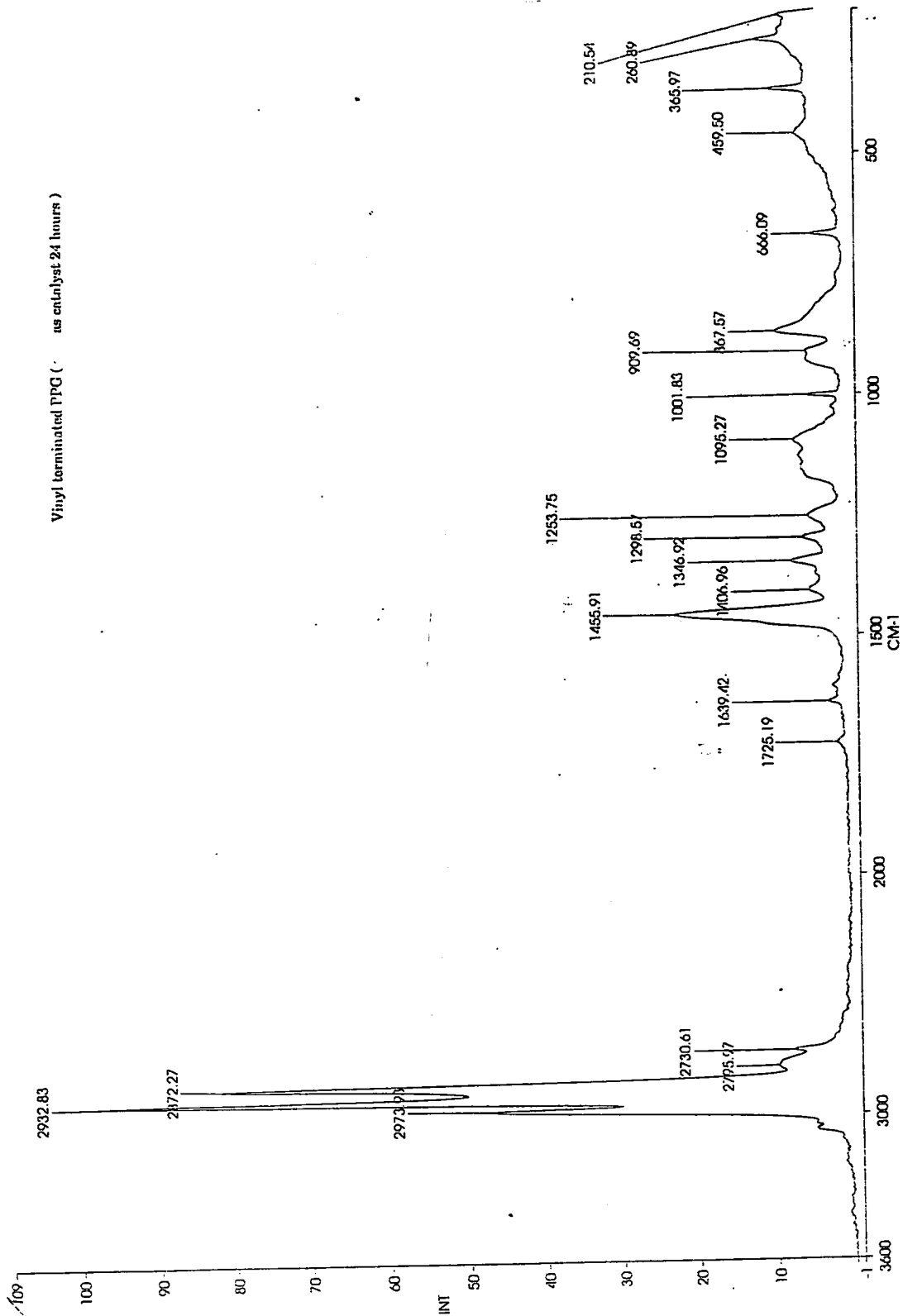
รูปที่ 7 ข แสดงรามานเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริลอยด์ โพลีพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 7 ชม.



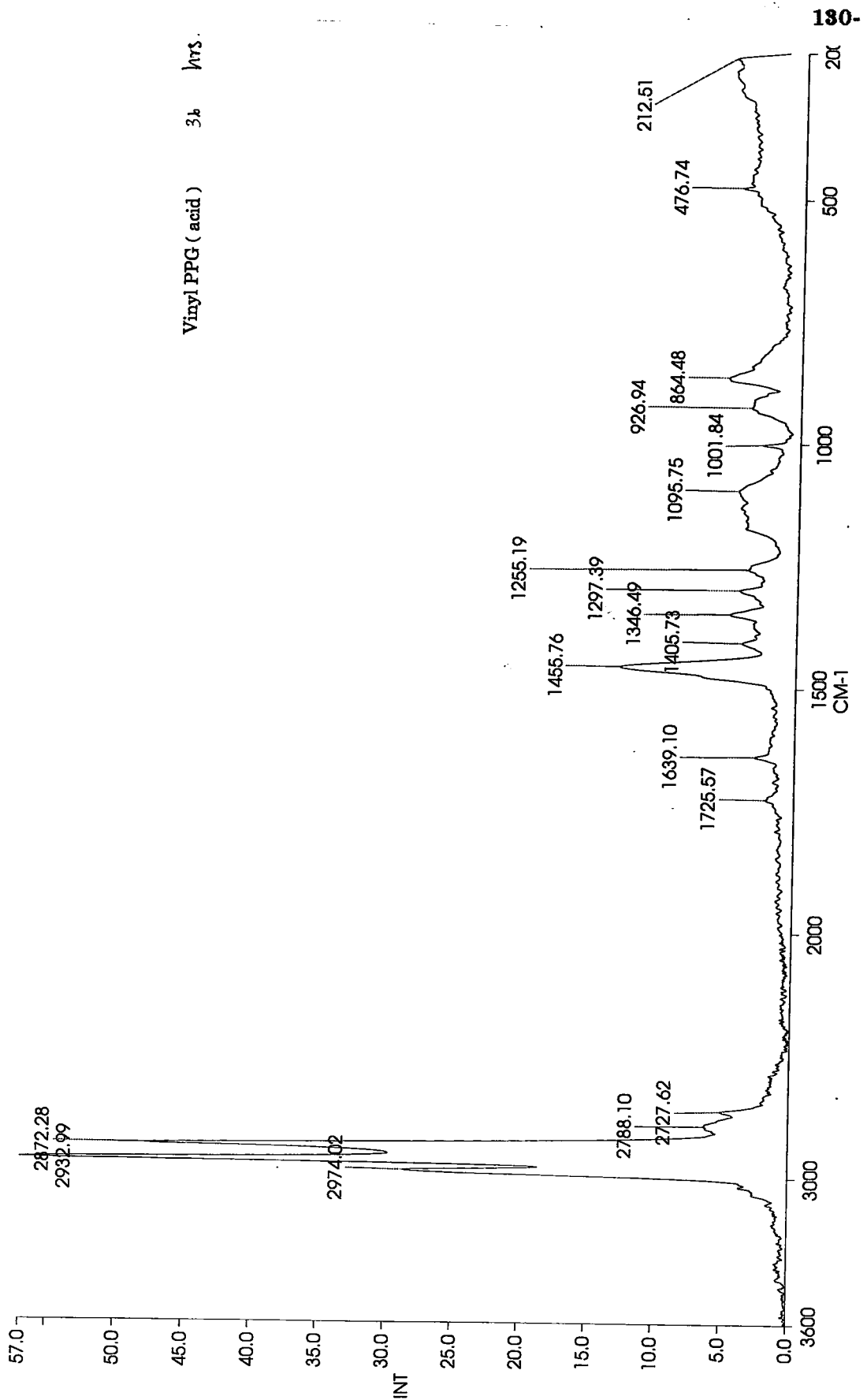
รูปที่ 8 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลต์ พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



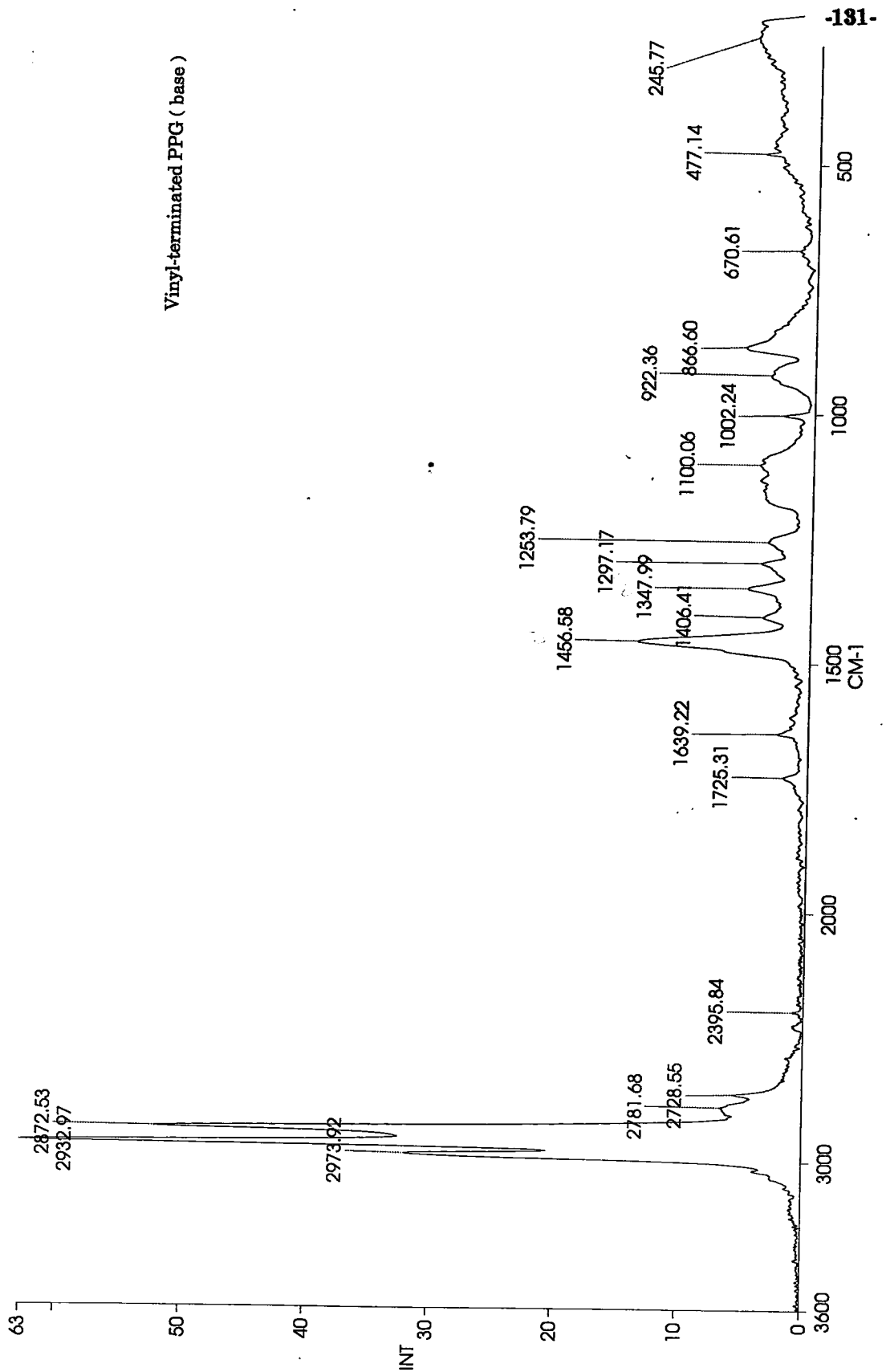
รูปที่ ๑ ข แสดงรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลด์ พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมกโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



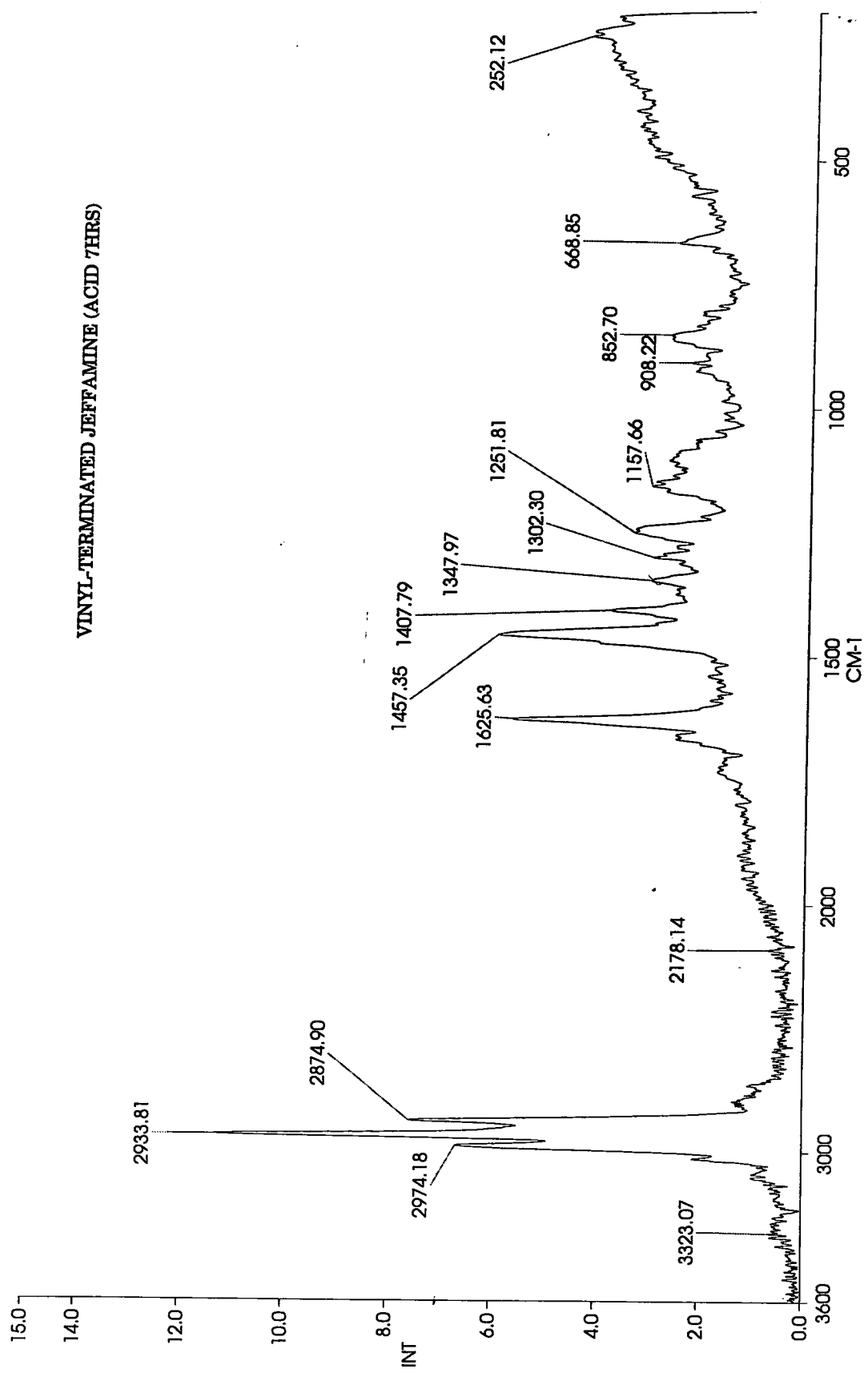
รูปที่ 10 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลต์ พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



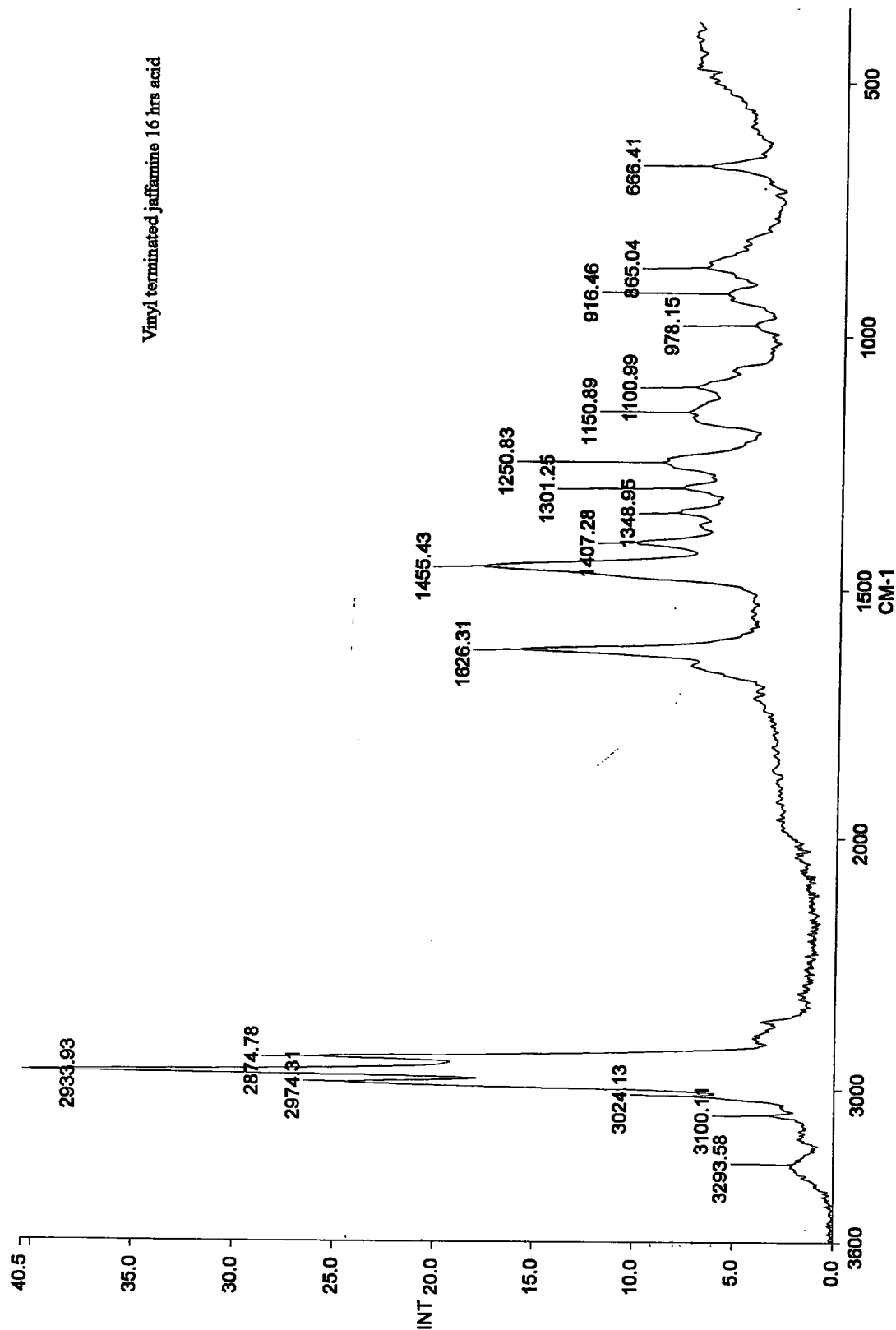
รูปที่ 11 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลด์ พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



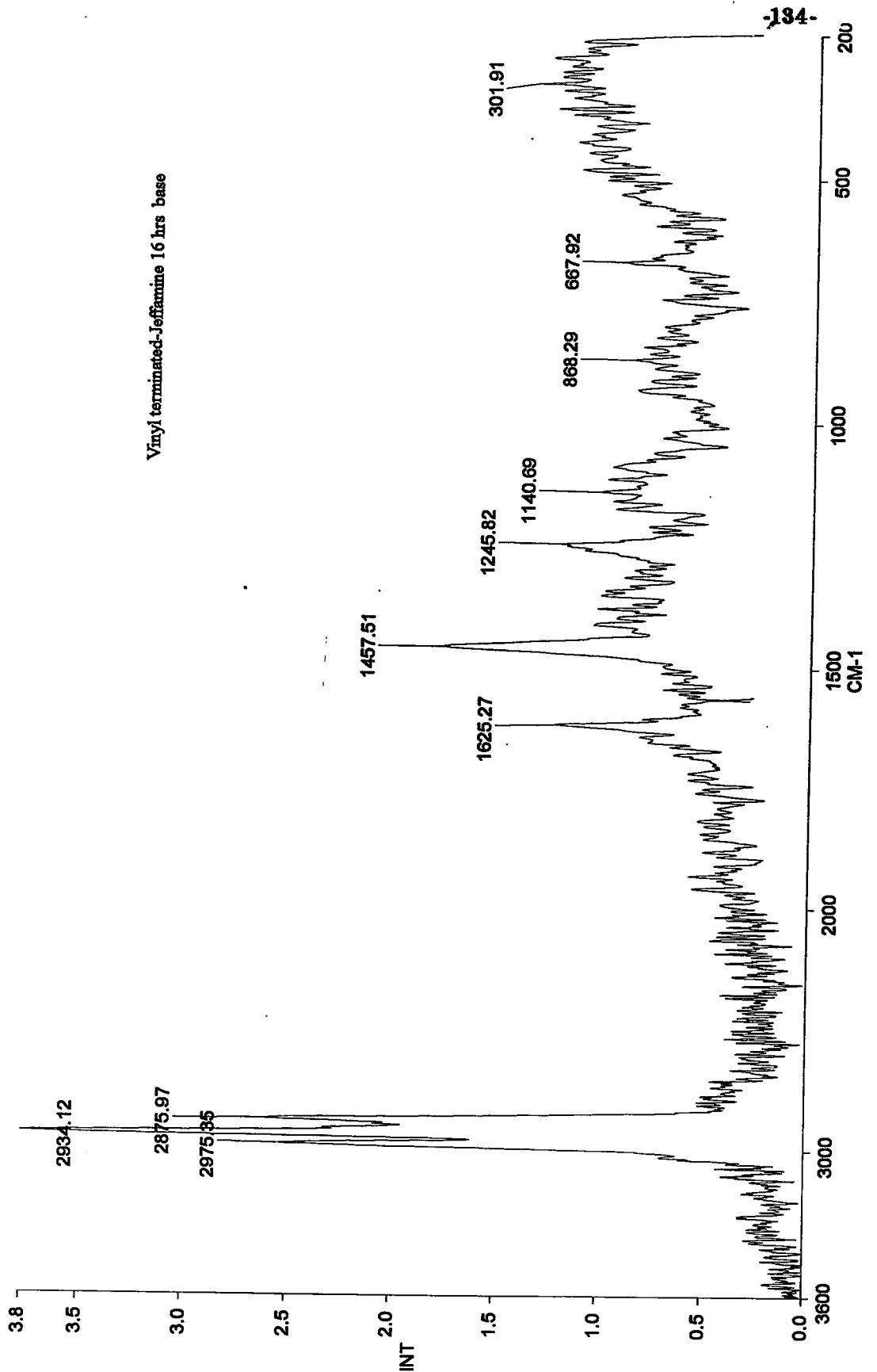
รูปที่ 12 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



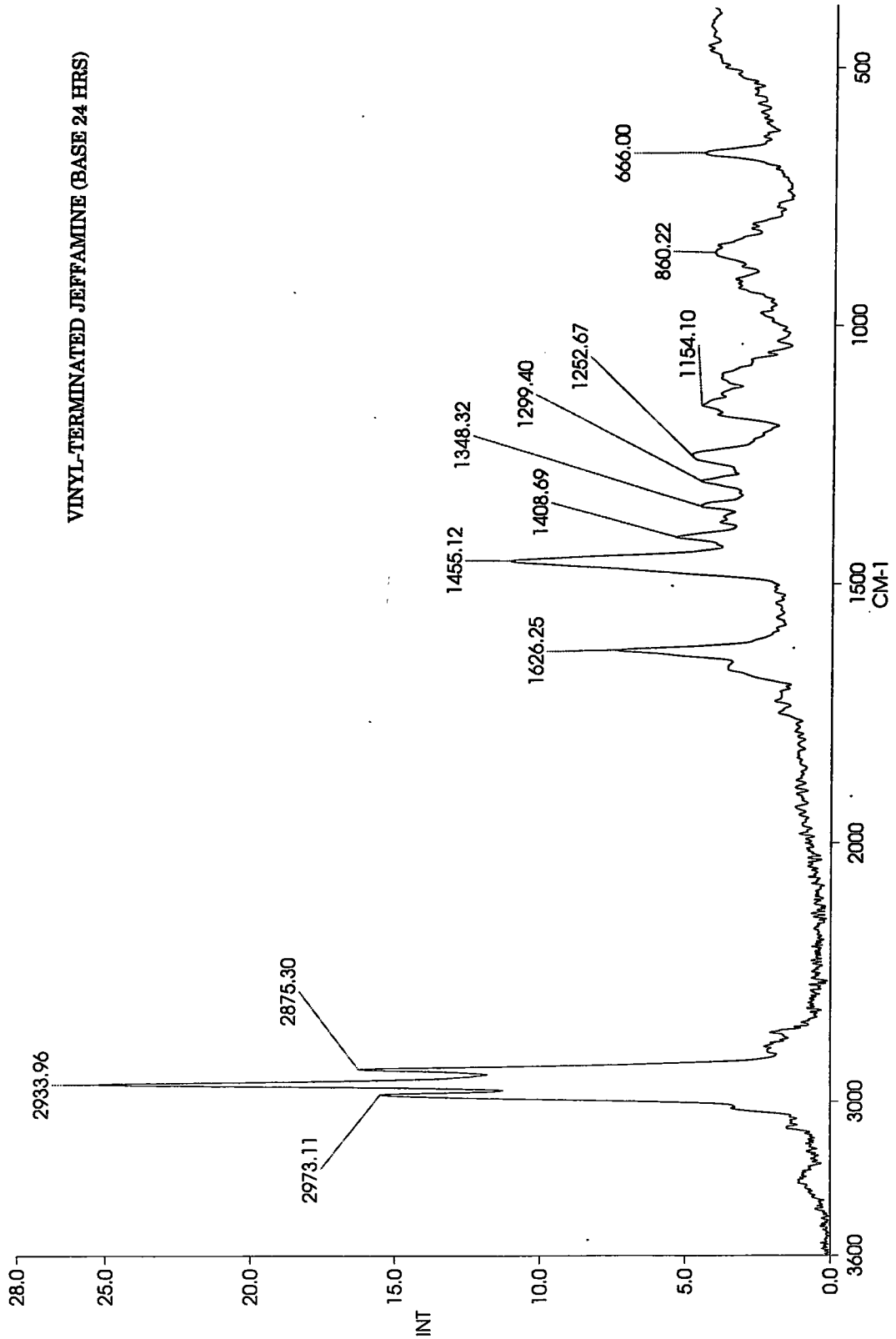
รูปที่ 13 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะคริลาอิด-โอ-โอ-บิส(-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 7 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



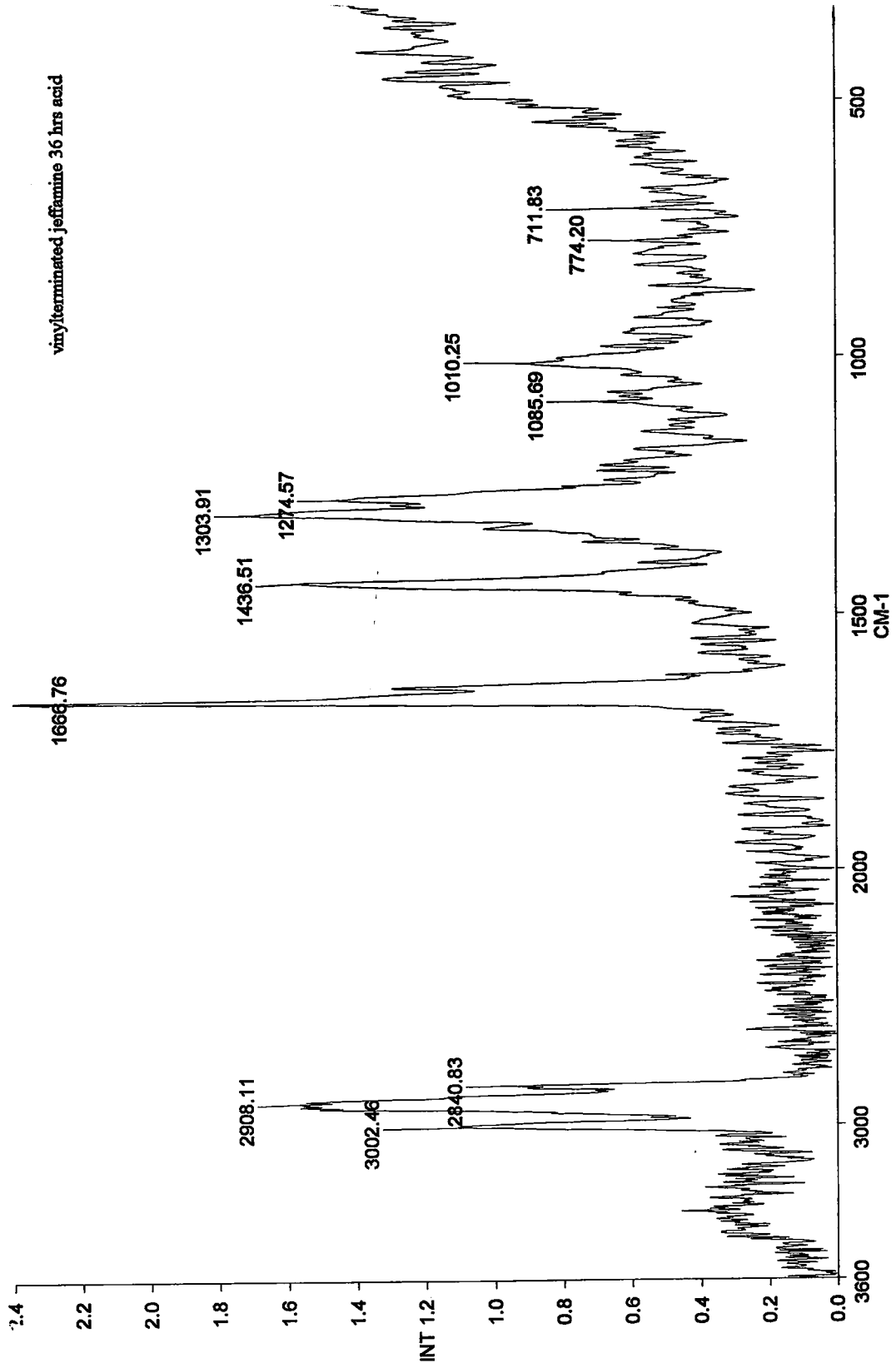
รูปที่ 14 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะคริไลดิล-โอ-โอ-บิส-(-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพอฟีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สถานะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



รูปที่ 15 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิด-โอ-โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์

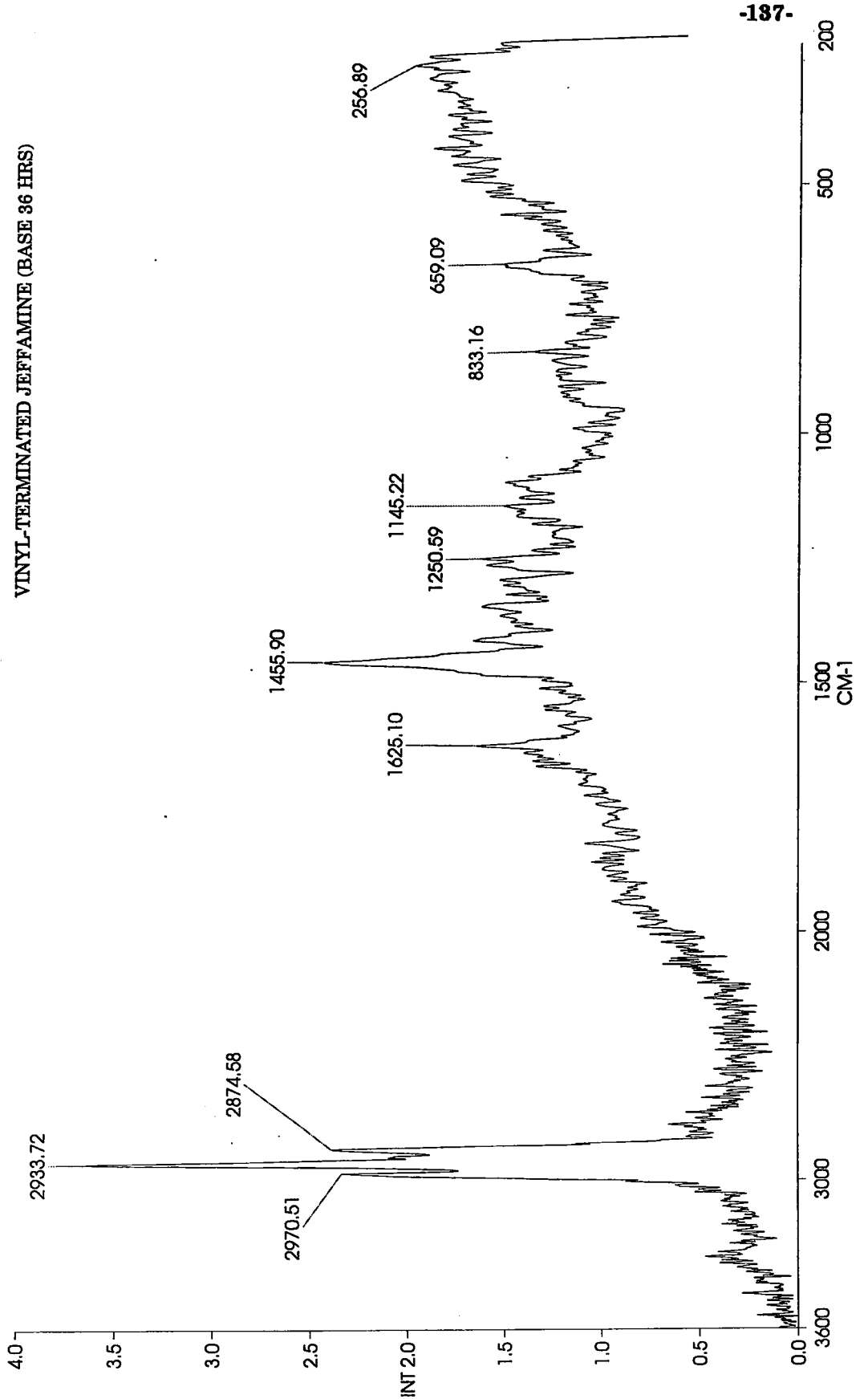


**รูปที่ 16 ข** แสดงรามานสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะคริไลด-โอ-โอ-บิส-(-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพอฟีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ 17 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะคริลาอิด-โอ-ไอ-บิส-(-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิโพฟีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก

VINYL-TERMINATED JEFFAMINE (BASE 86 HRS)



รูปที่ 18 ข แสดงรามานสเปกตรัมของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิล-โอ-โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพอฟีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์

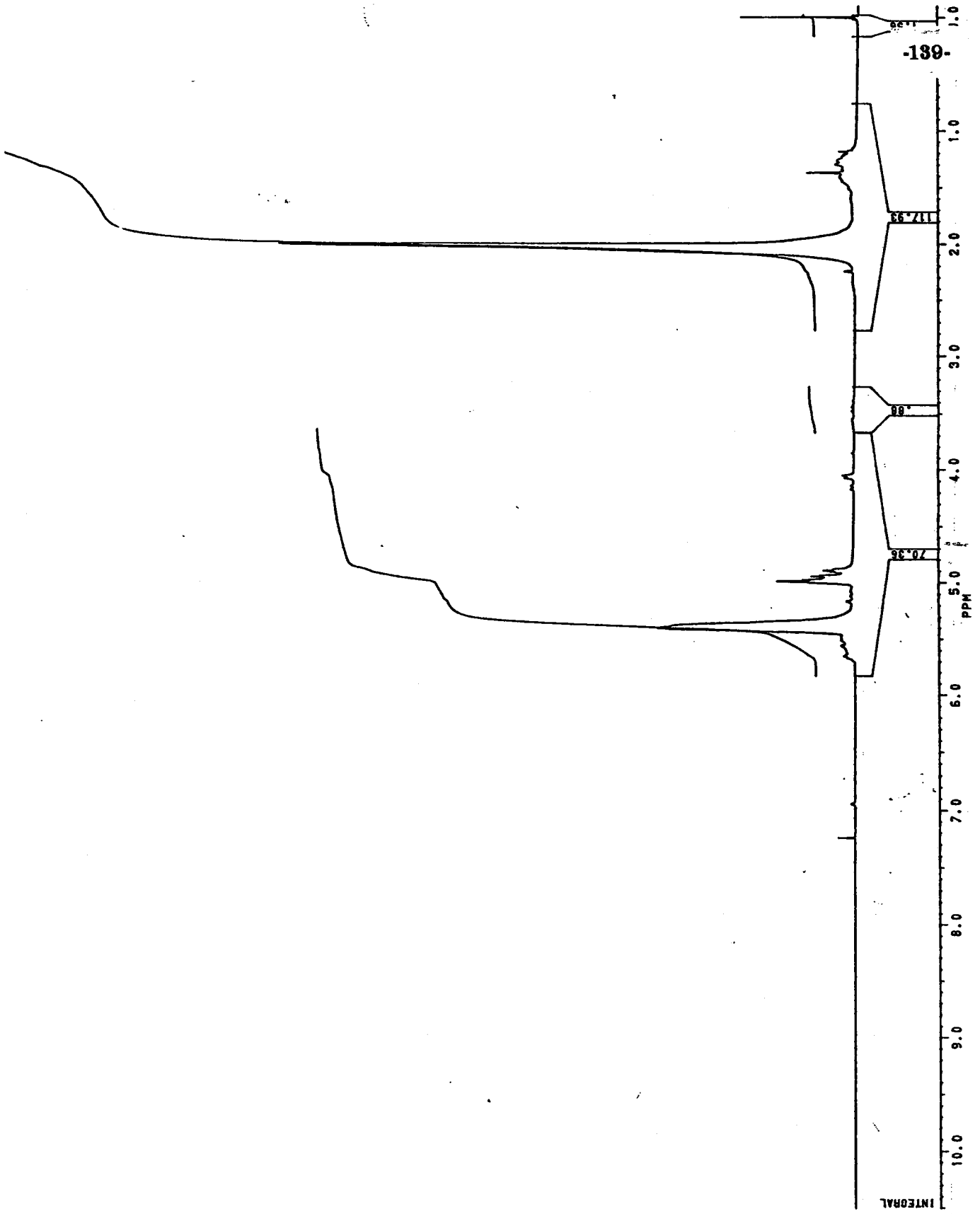
## ภาคผนวก ค

แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์

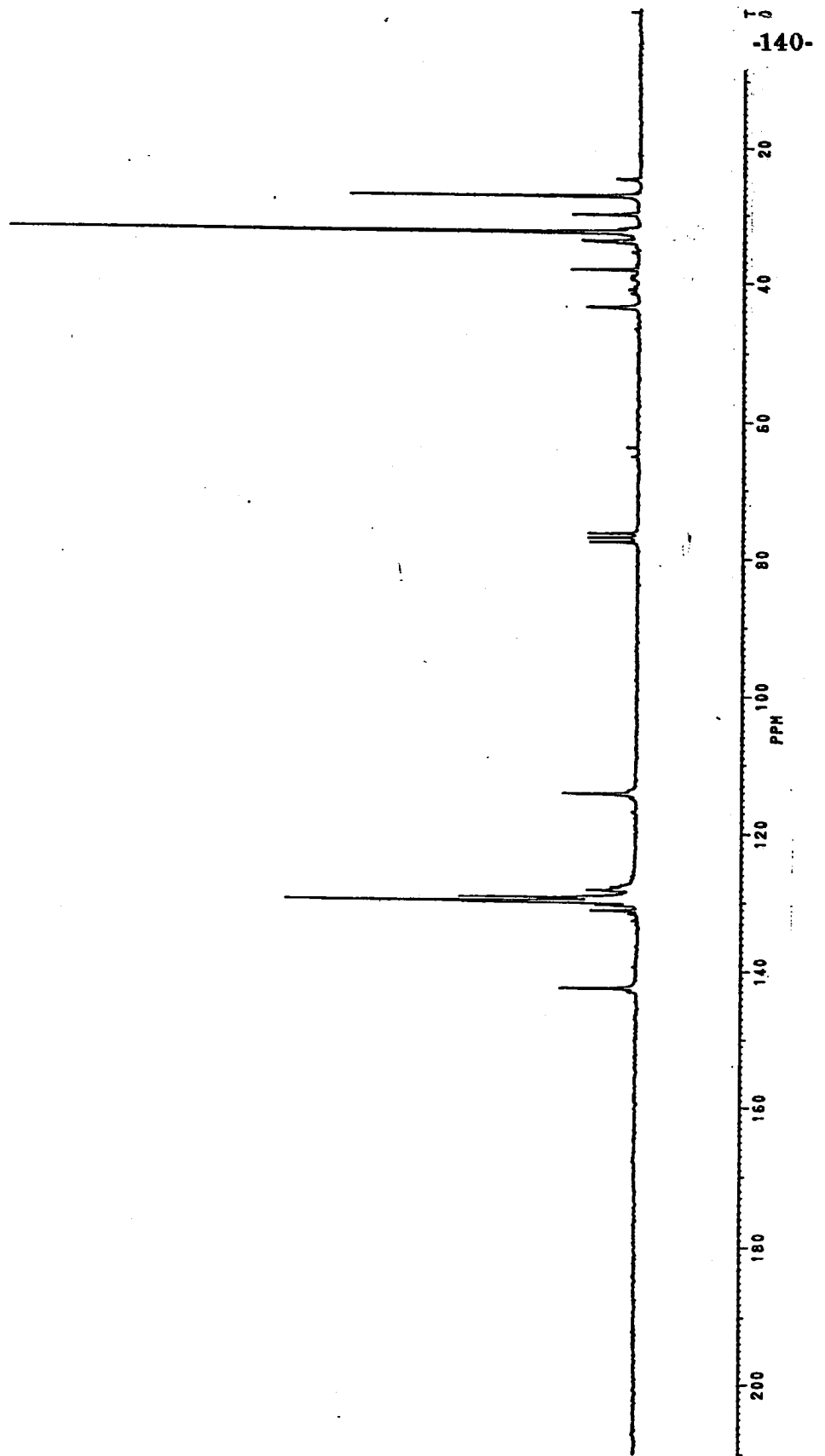
ชนิดคาร์บอน-13และโปรตรอน

สเปกตรัมของ

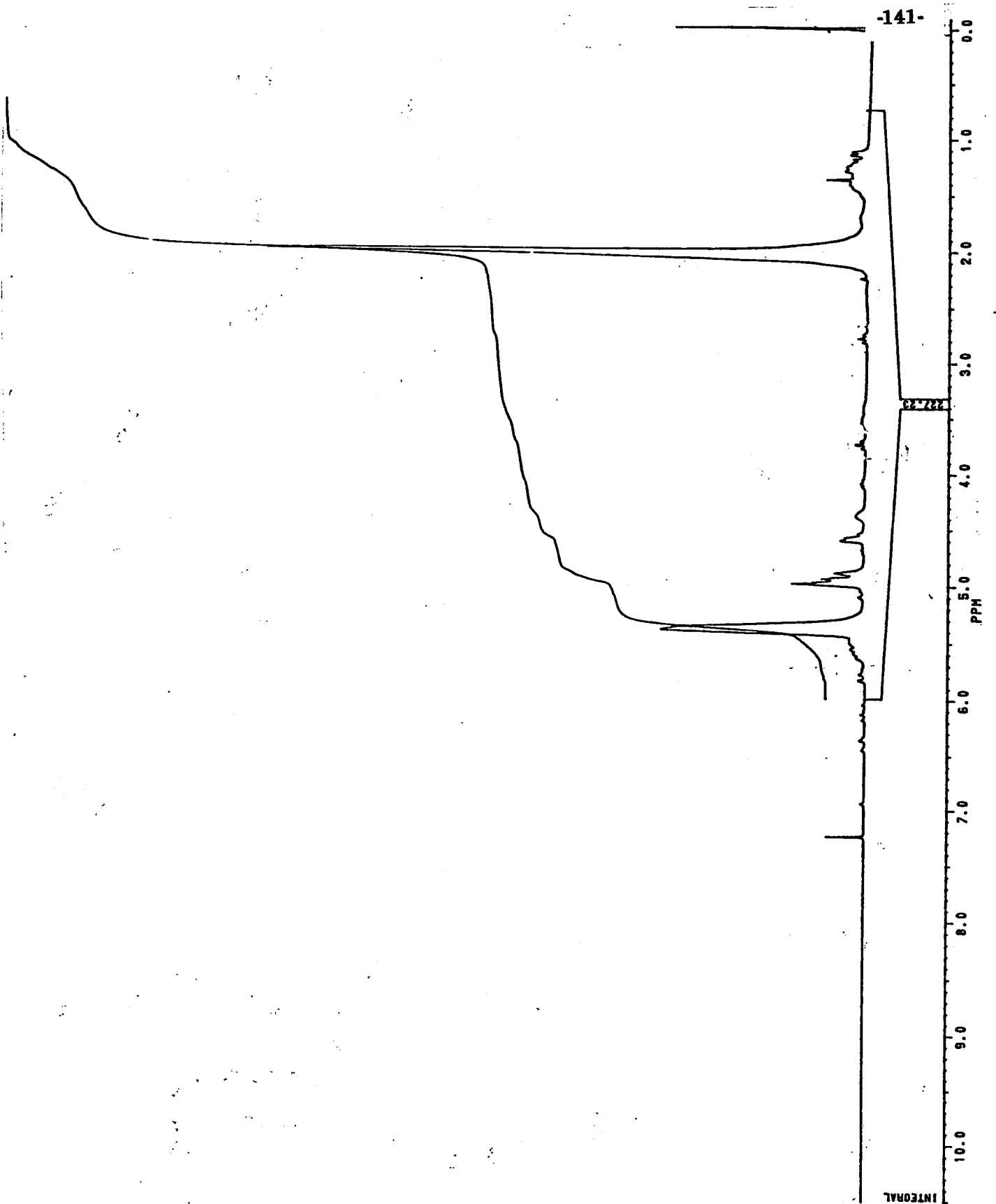
แมกโครมोनอเมอร์ที่สภาวะต่างกัน



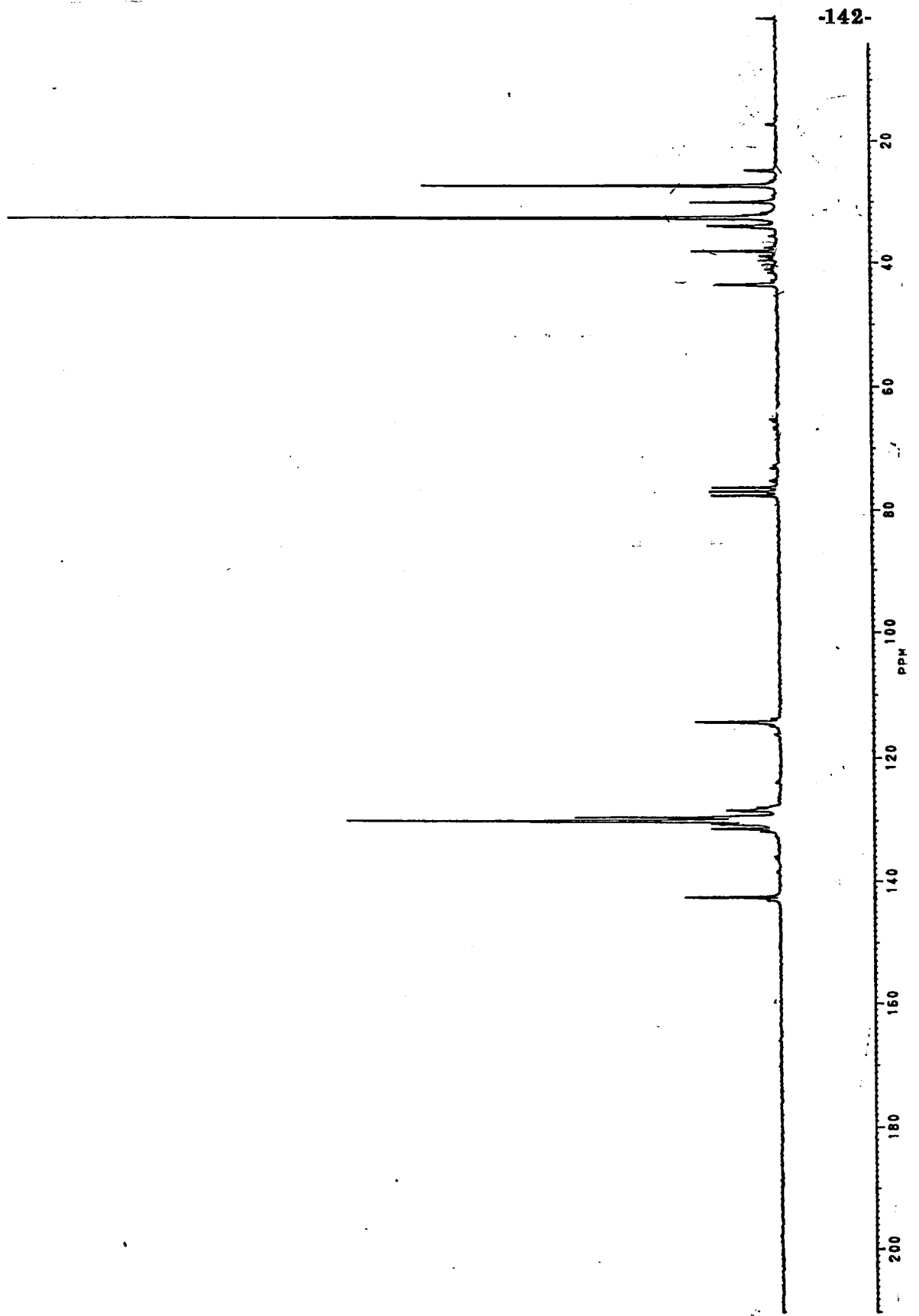
รูปที่ 1 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ  $\alpha,\omega$ -ไฮดรอกซีเทอร์มินเนต พอลิวิวตะไดอิน



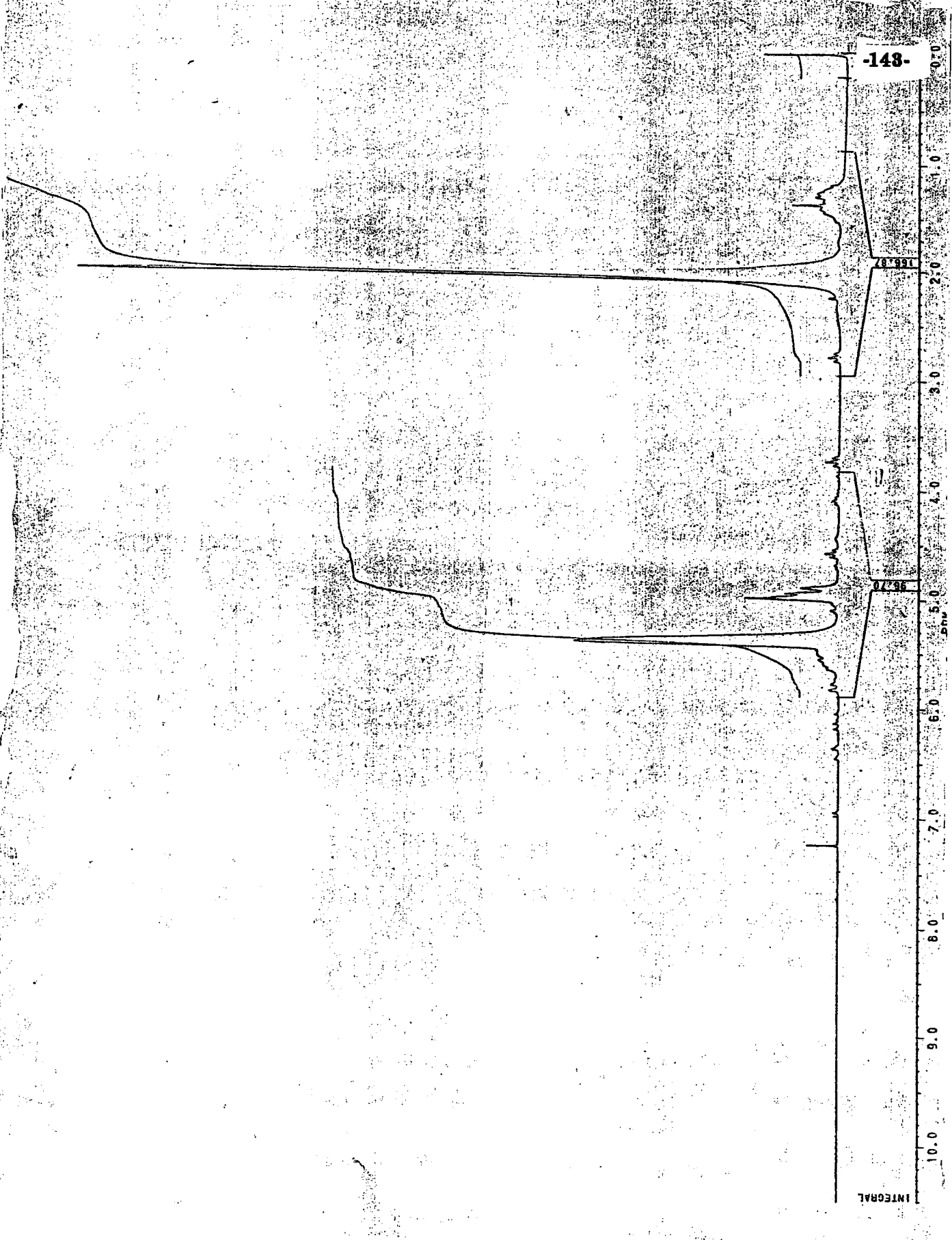
รูปที่ 2 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13 ของ  $\alpha,\omega$ ไฮครอกซีเทอร์มินเนต พอลิวิตะไดอิน



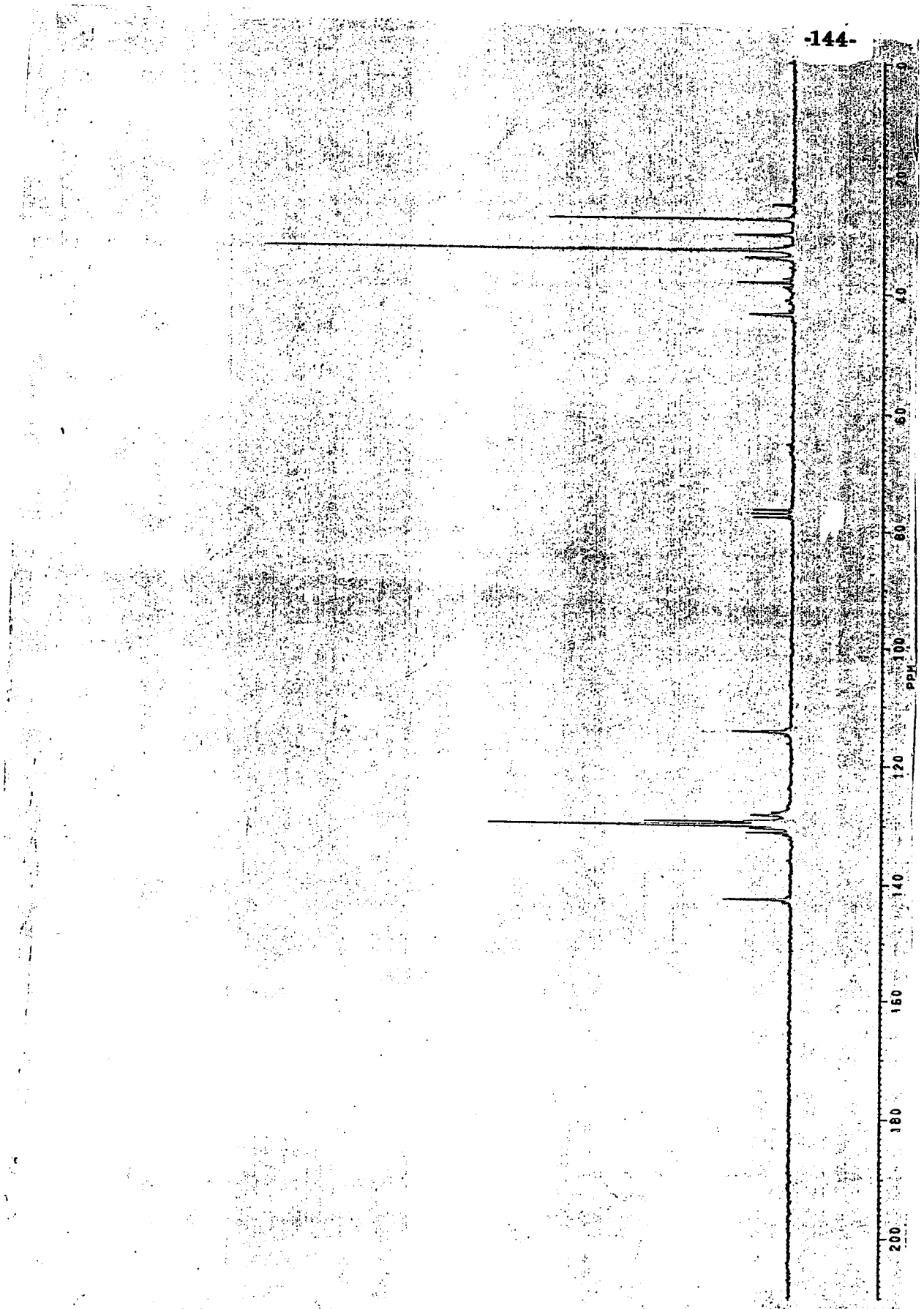
รูปที่ 8 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิวิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 7 ชม.



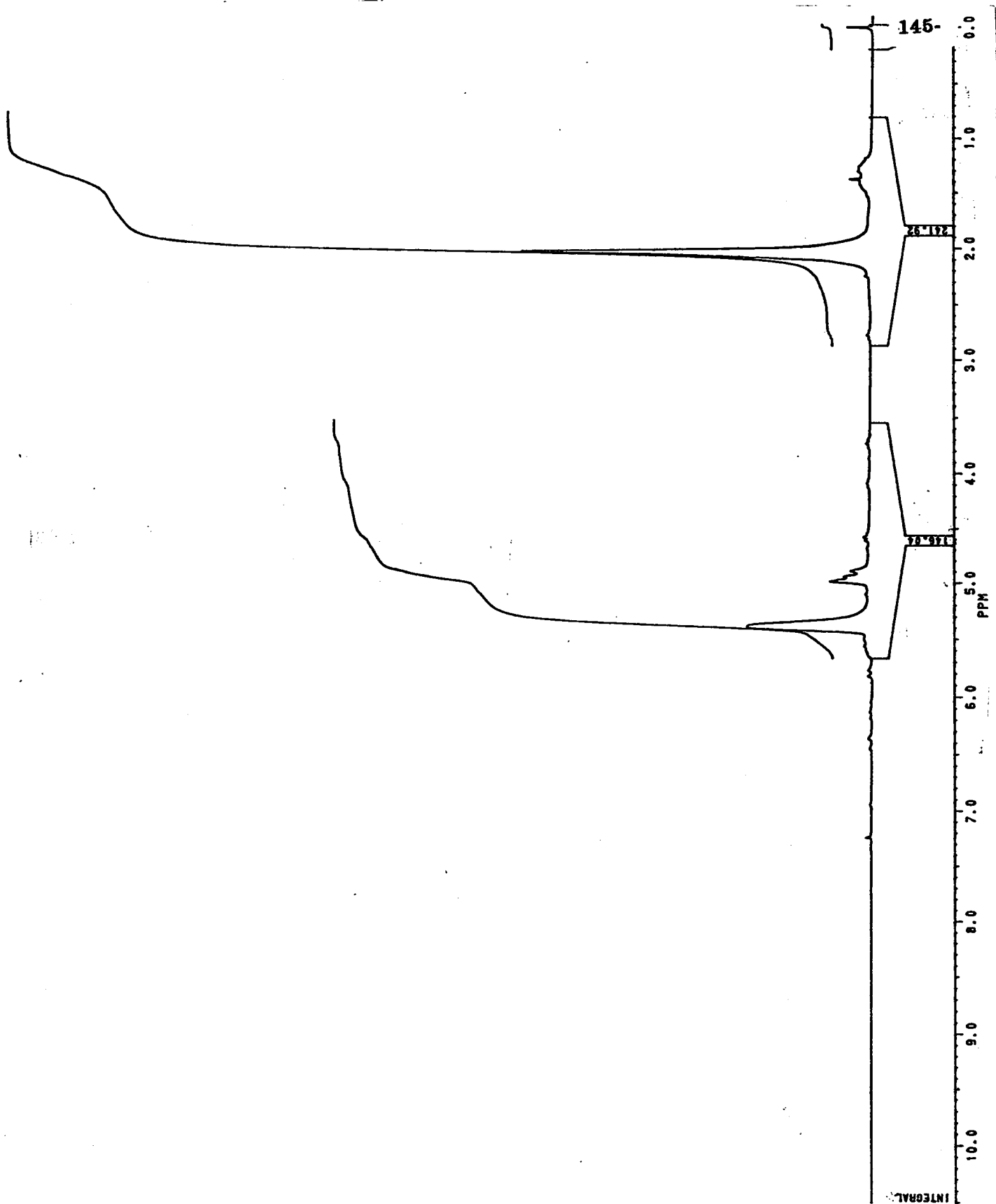
รูปที่ 4 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ $\alpha,\omega$ -อะคริไลด์ พอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์เวลา 7 ชม.



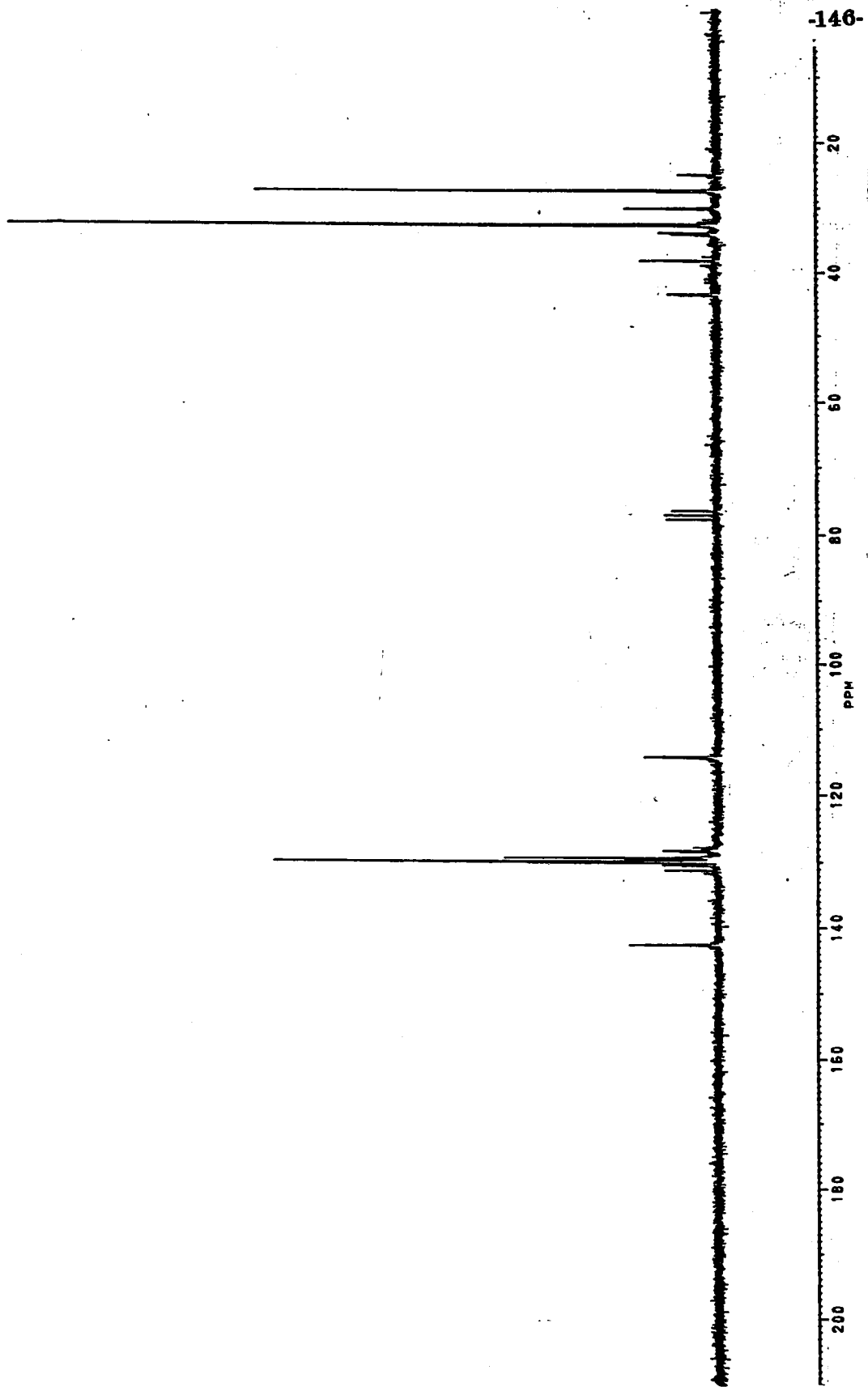
รูปที่ 5 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิต พอลิวิตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



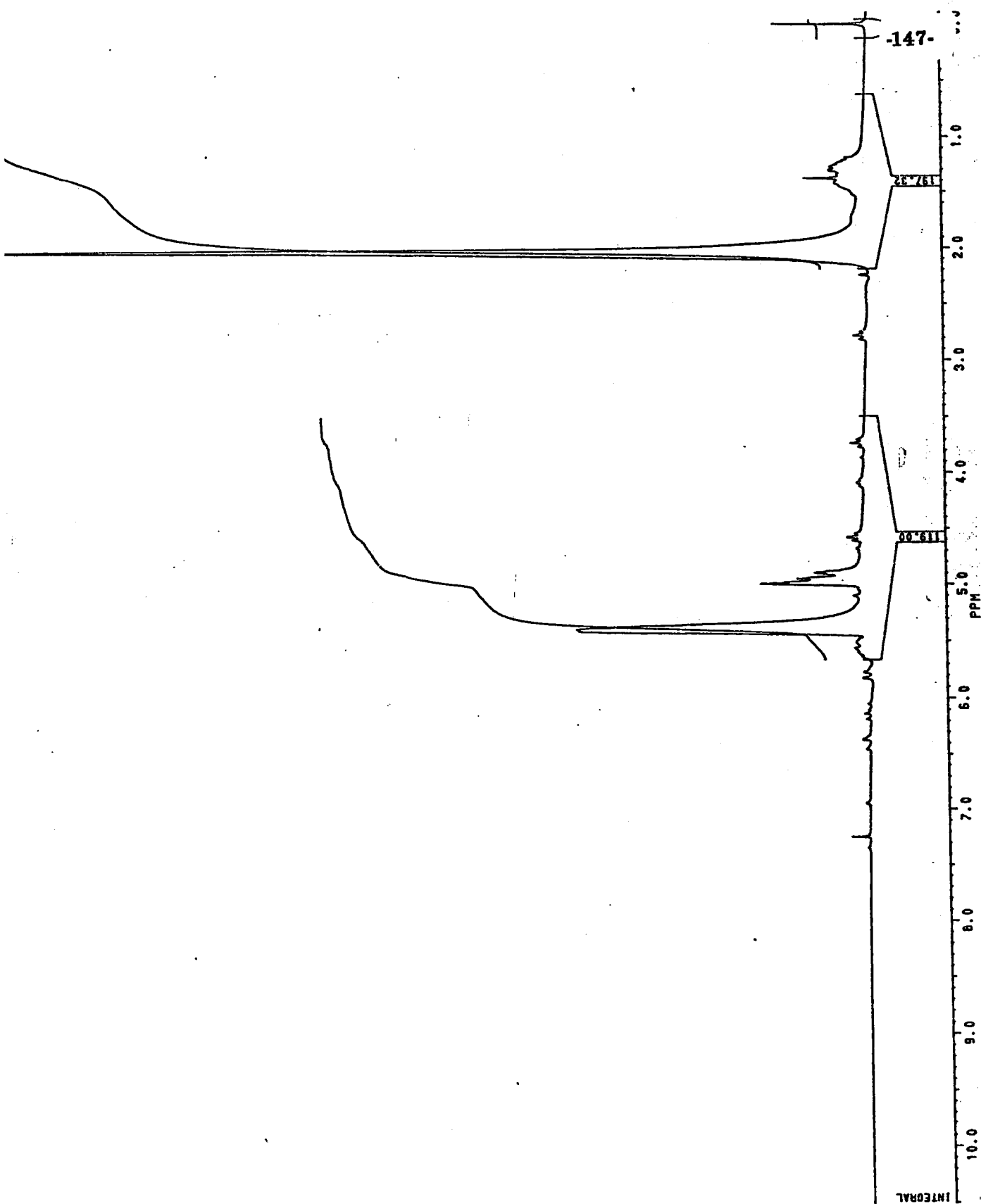
รูปที่ 6 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ $\alpha,\omega$ -อะคริไลด พอลิพิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือโซเดียมไฮดรอกไซด์



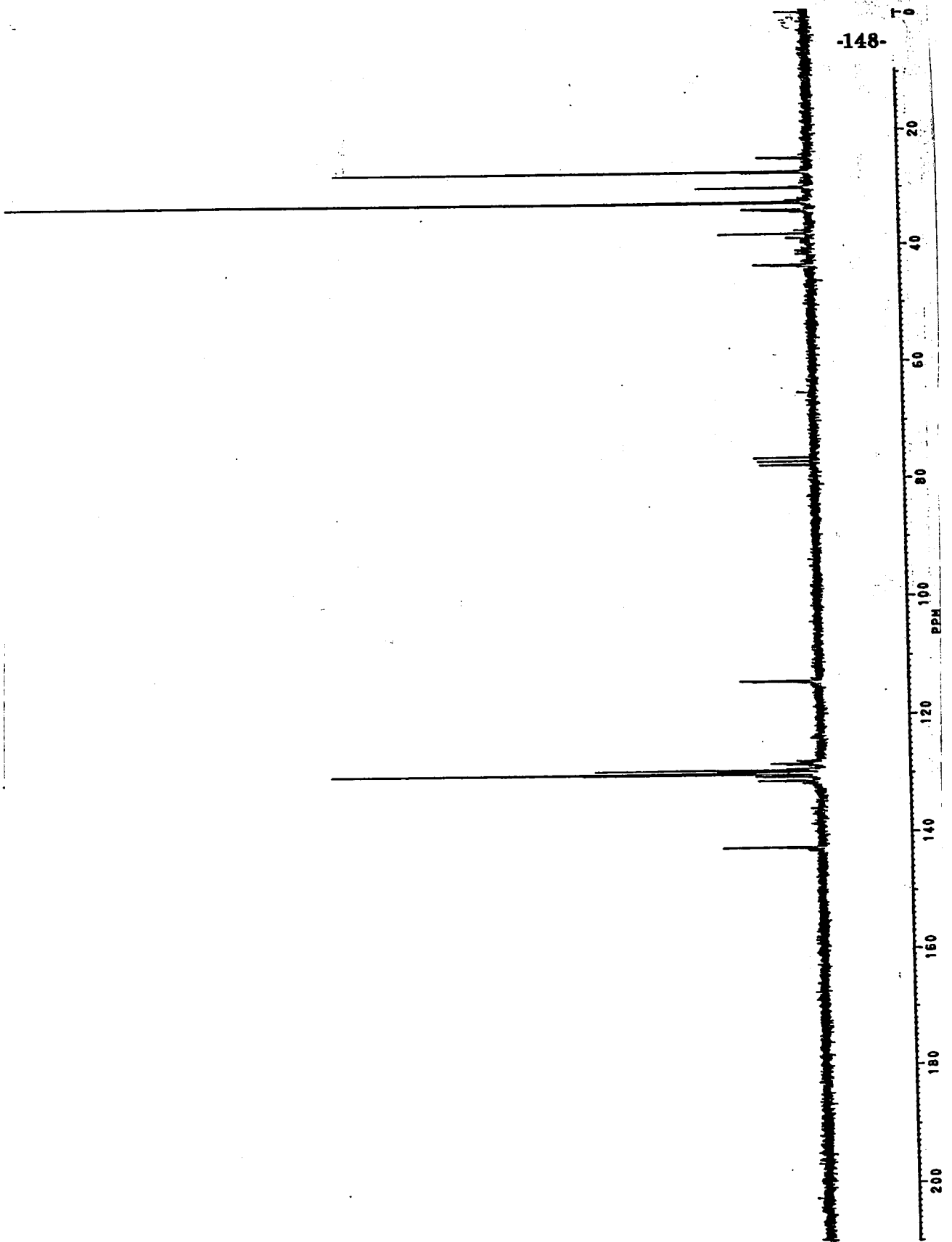
รูปที่ 7 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอน  $\alpha,\omega$ -อะคริไลด์ พอลิบิว  
 ตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่ง  
 ปฏิกริยา คือโซเดียมไฮดรอกไซด์



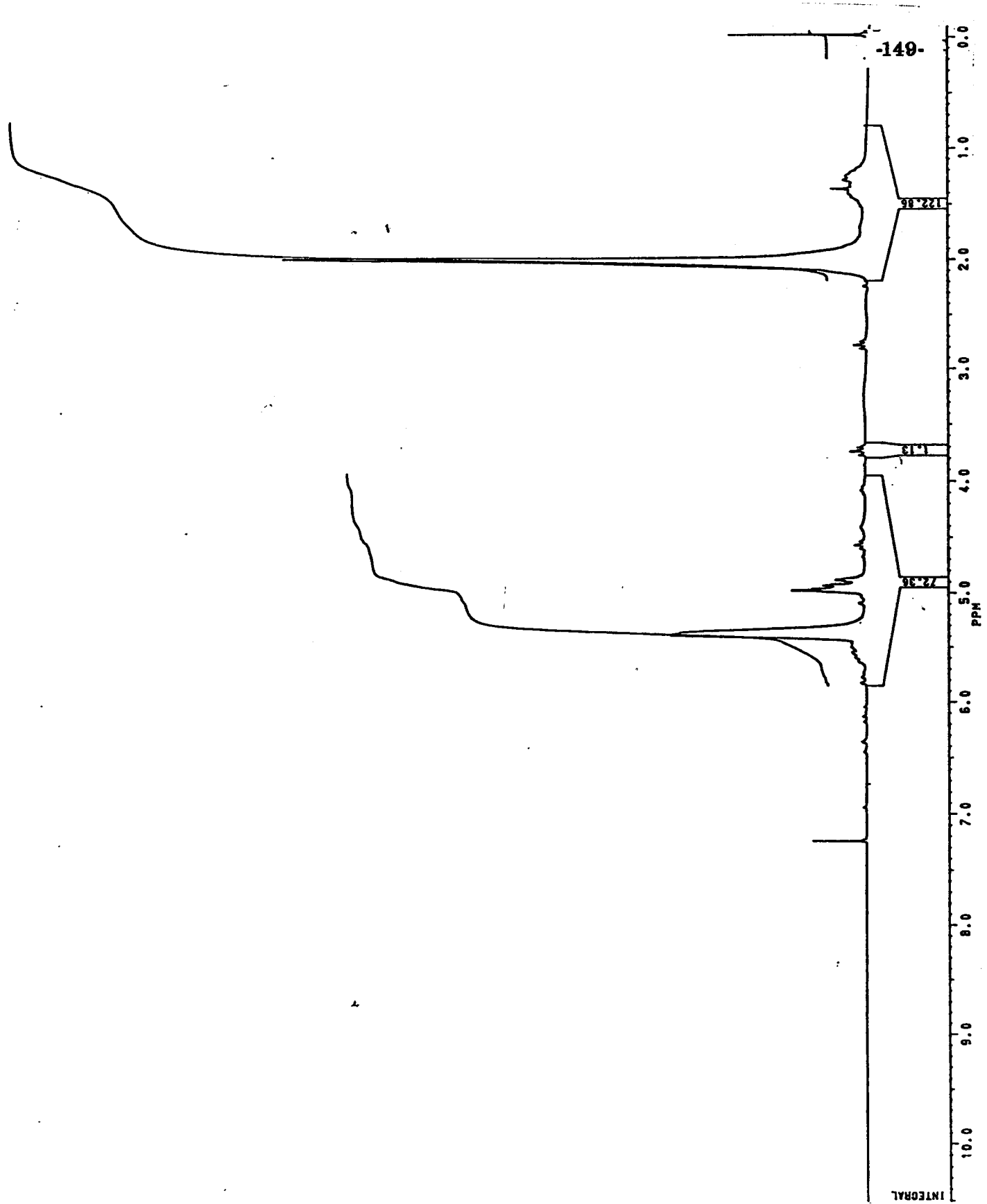
รูปที่ 8 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ  $\alpha,\omega$ -อะคริลอยด์  
พอลิวิตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์เวลา  
24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



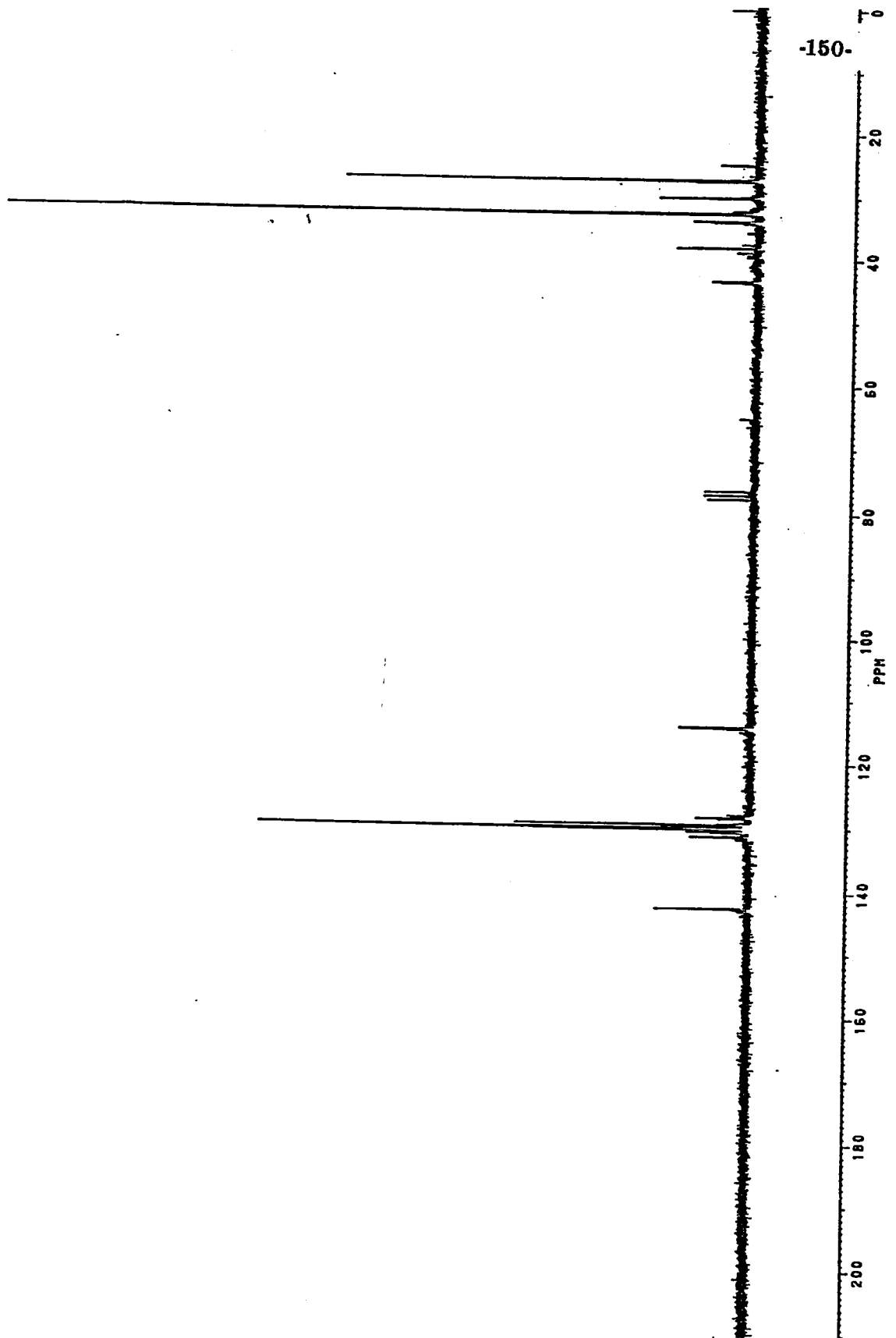
รูปที่ ๑ ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลด์ พอลิวิตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม  
ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



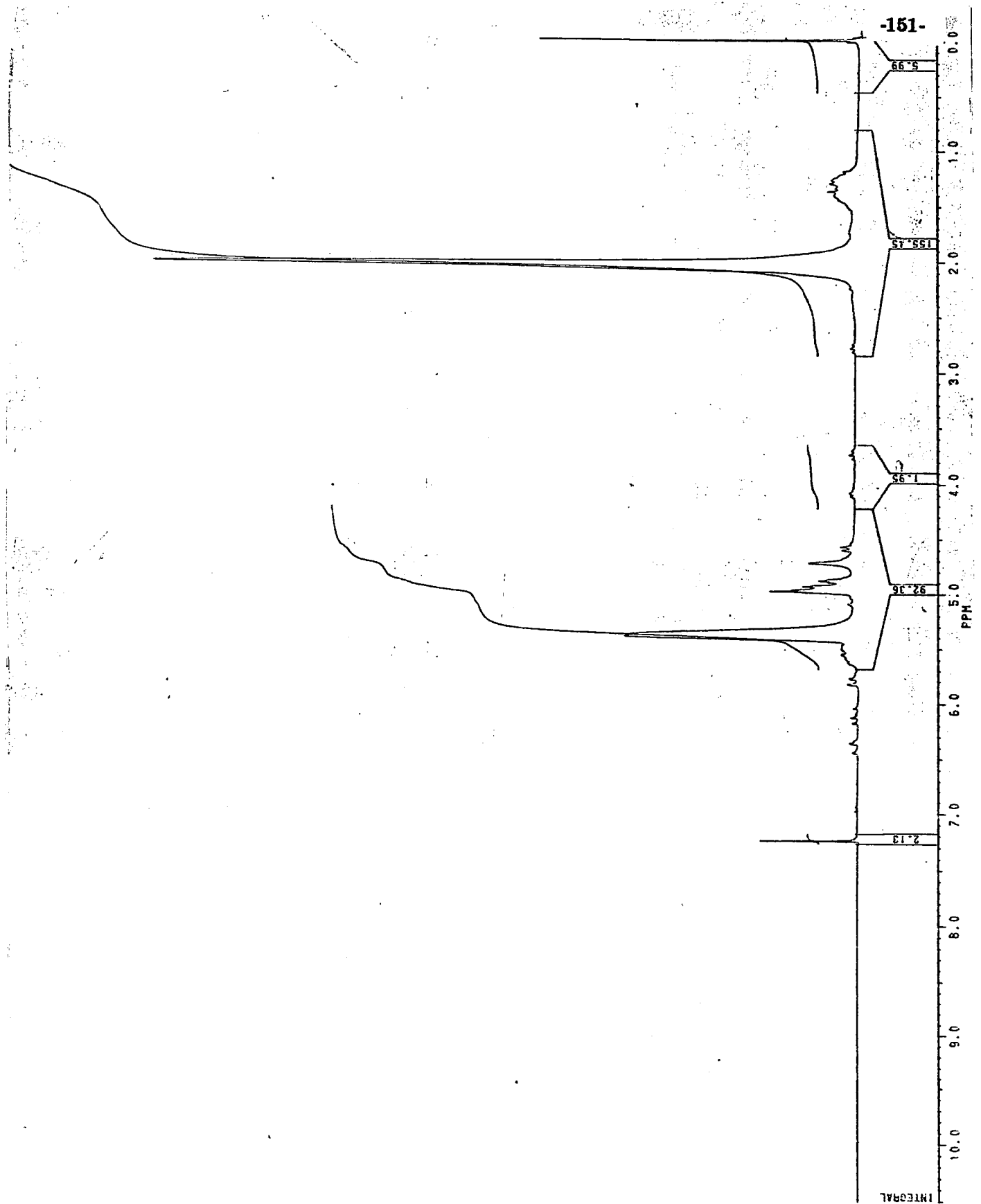
รูปที่ 10 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิวิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



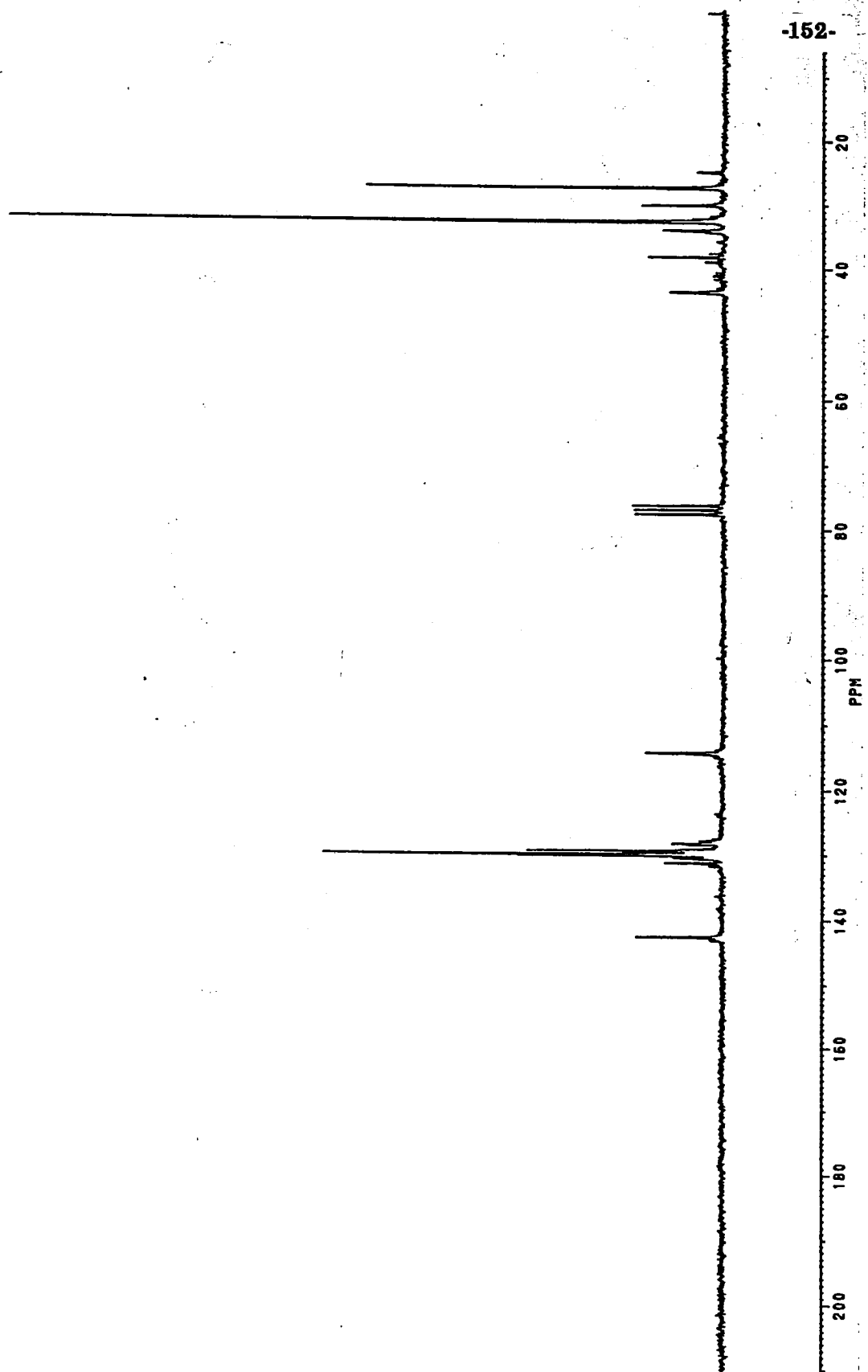
รูปที่ 11 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิวิตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้สภาวะการสังเคราะห์เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



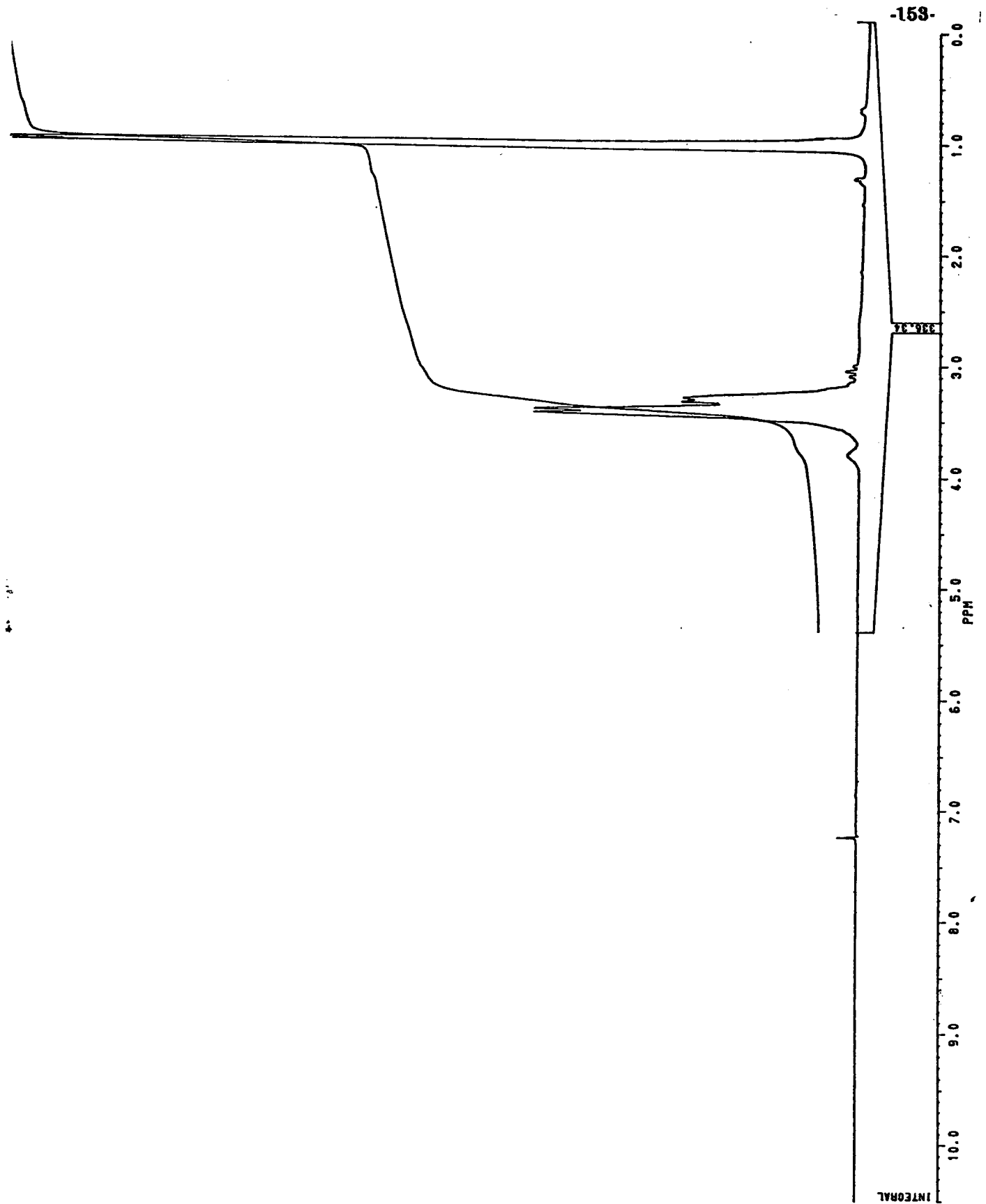
รูปที่ 12 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิล พอลิบิวตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือโซเดียมไฮดรอกไซด์



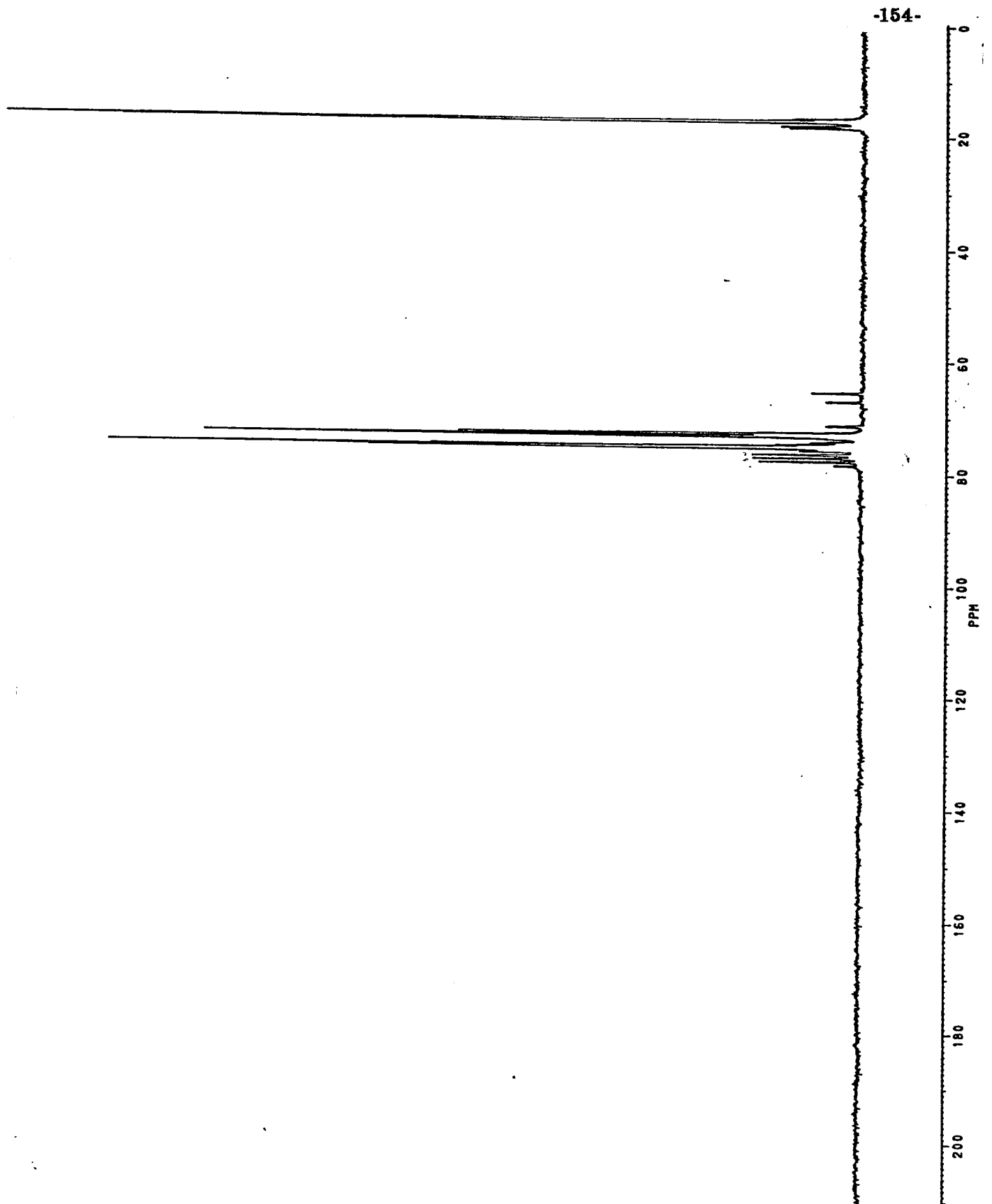
รูปที่ 13 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิล  
 พอลิวิตะไดอิน แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา  
 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



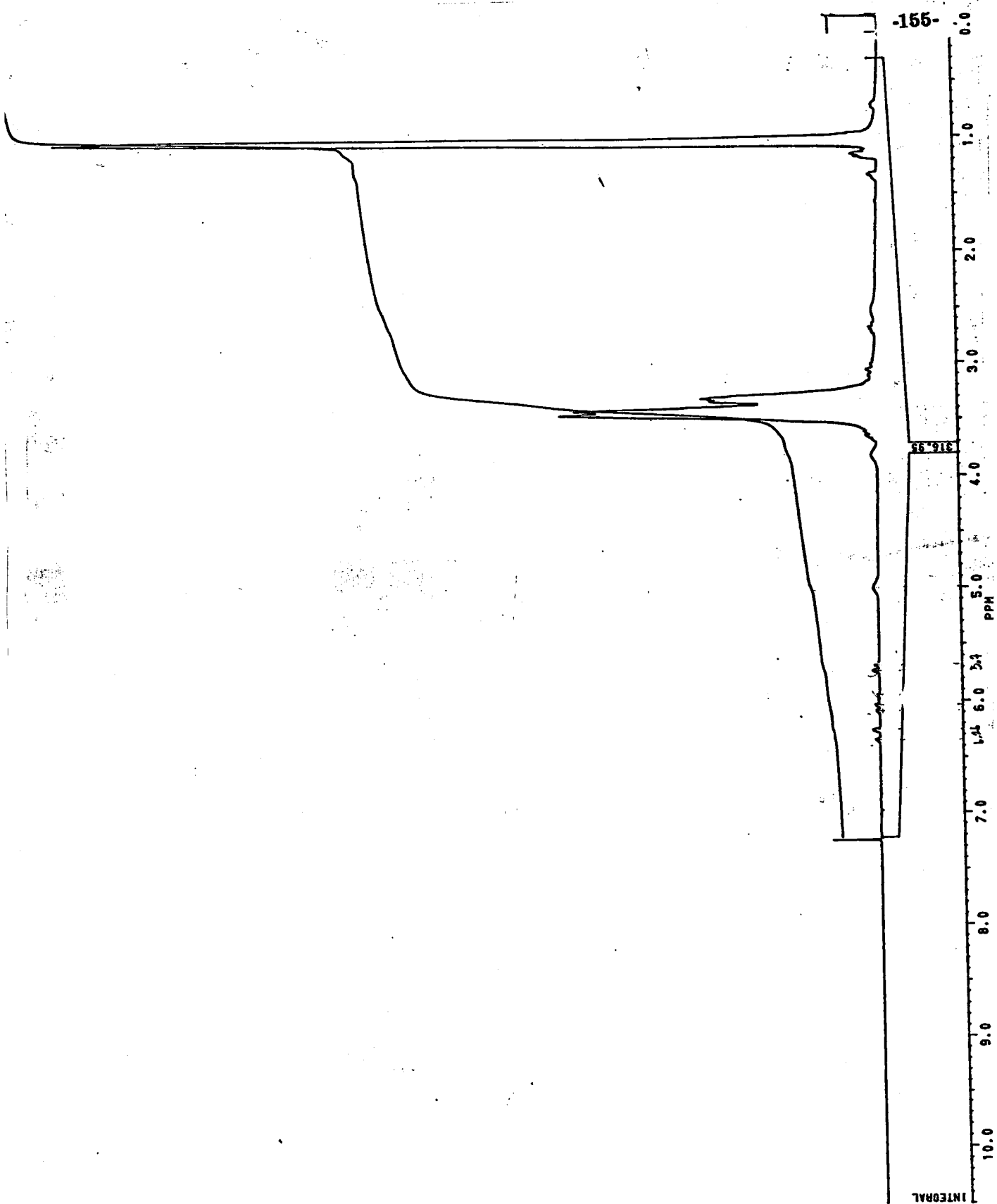
รูปที่ 14 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ $\alpha,\omega$ -อะครีโลลิด พอลิบิวตะไดอีน แมคโครมอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



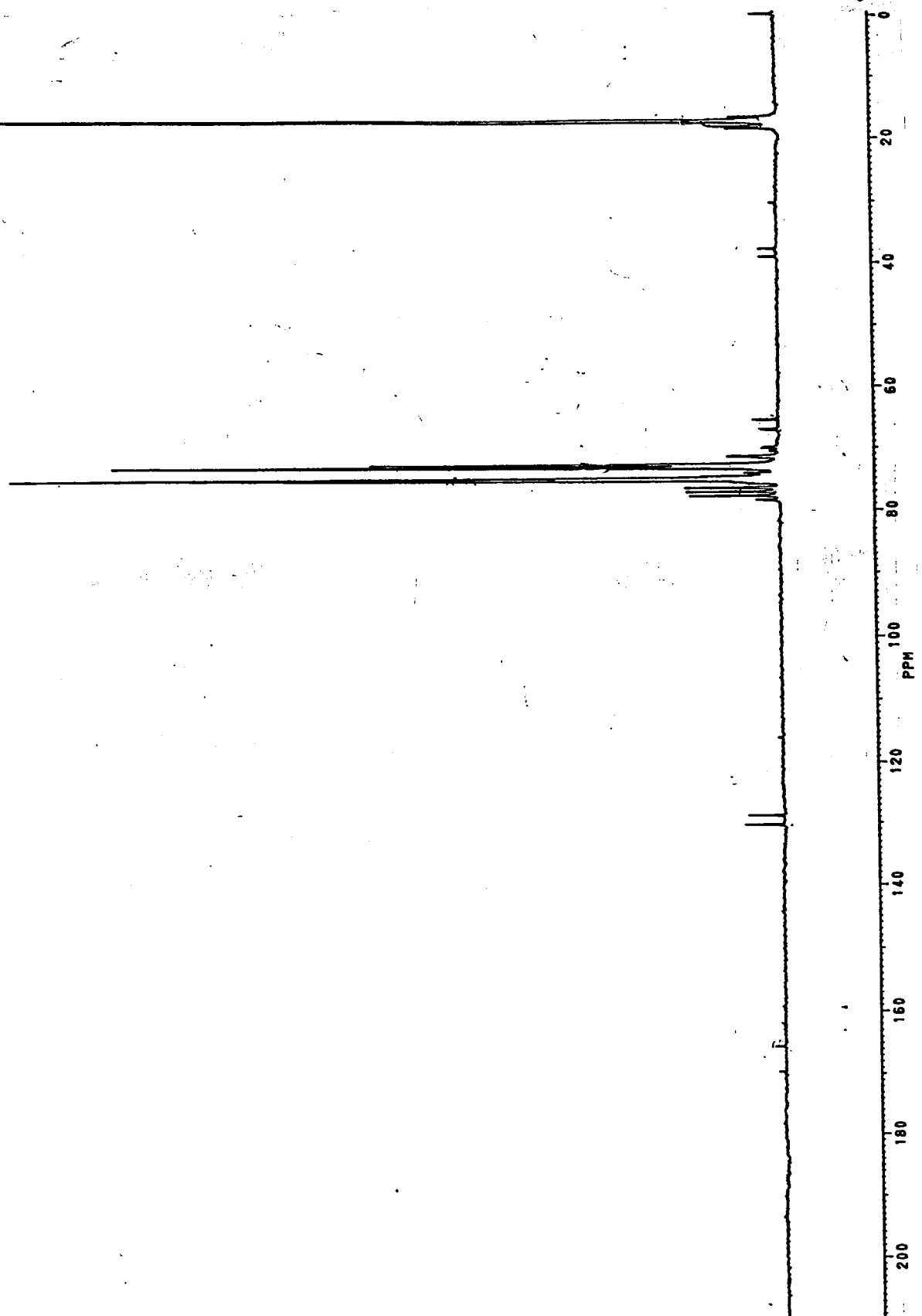
รูปที่ 15 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอน ของ  $\alpha$ -O-ไฮดรอกซีเทอร์มินเตท พอลิพรอฟีลีนไกลคอล



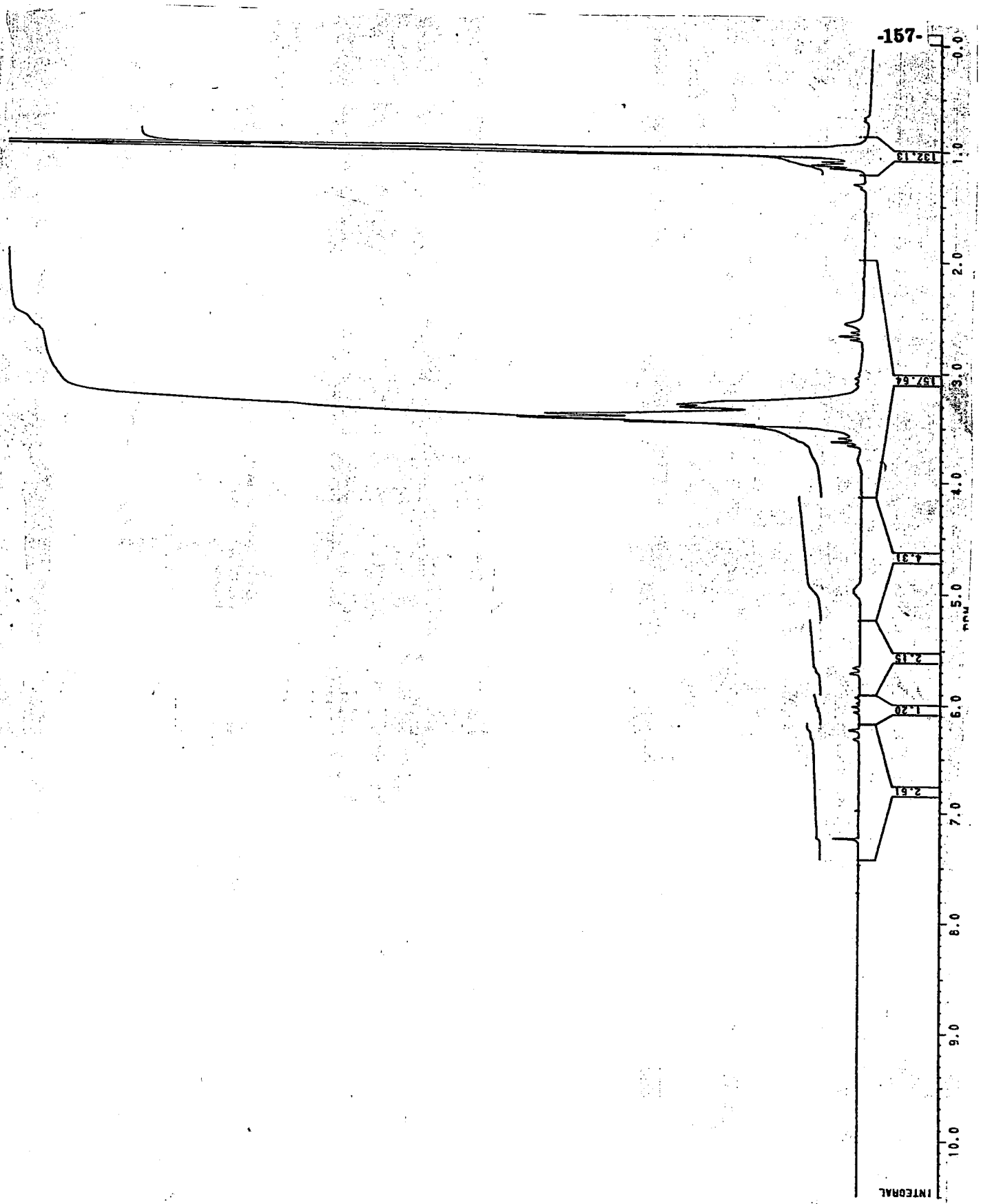
รูปที่ 16 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13 ของ  $\alpha,\omega$ ไฮดรอกซีเทอร์มินเตท พอลิพรอพิลีนไกลคอล



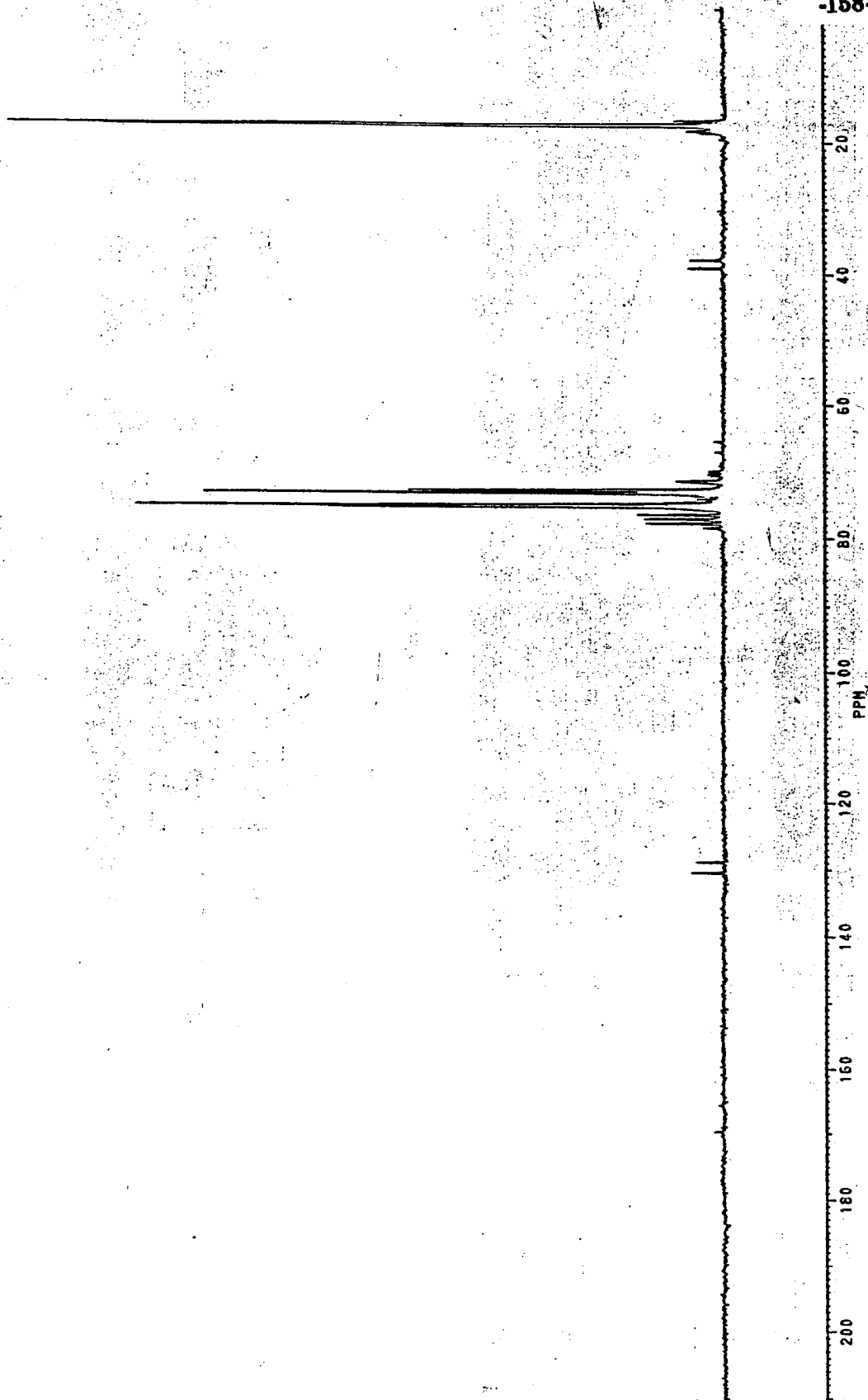
รูปที่ 17 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์เปกตรัมชนิดโปรตอนของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลดิล พอลิพรอพิลีนไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สถานะการสังเคราะห์ เวลา 7 ชม.



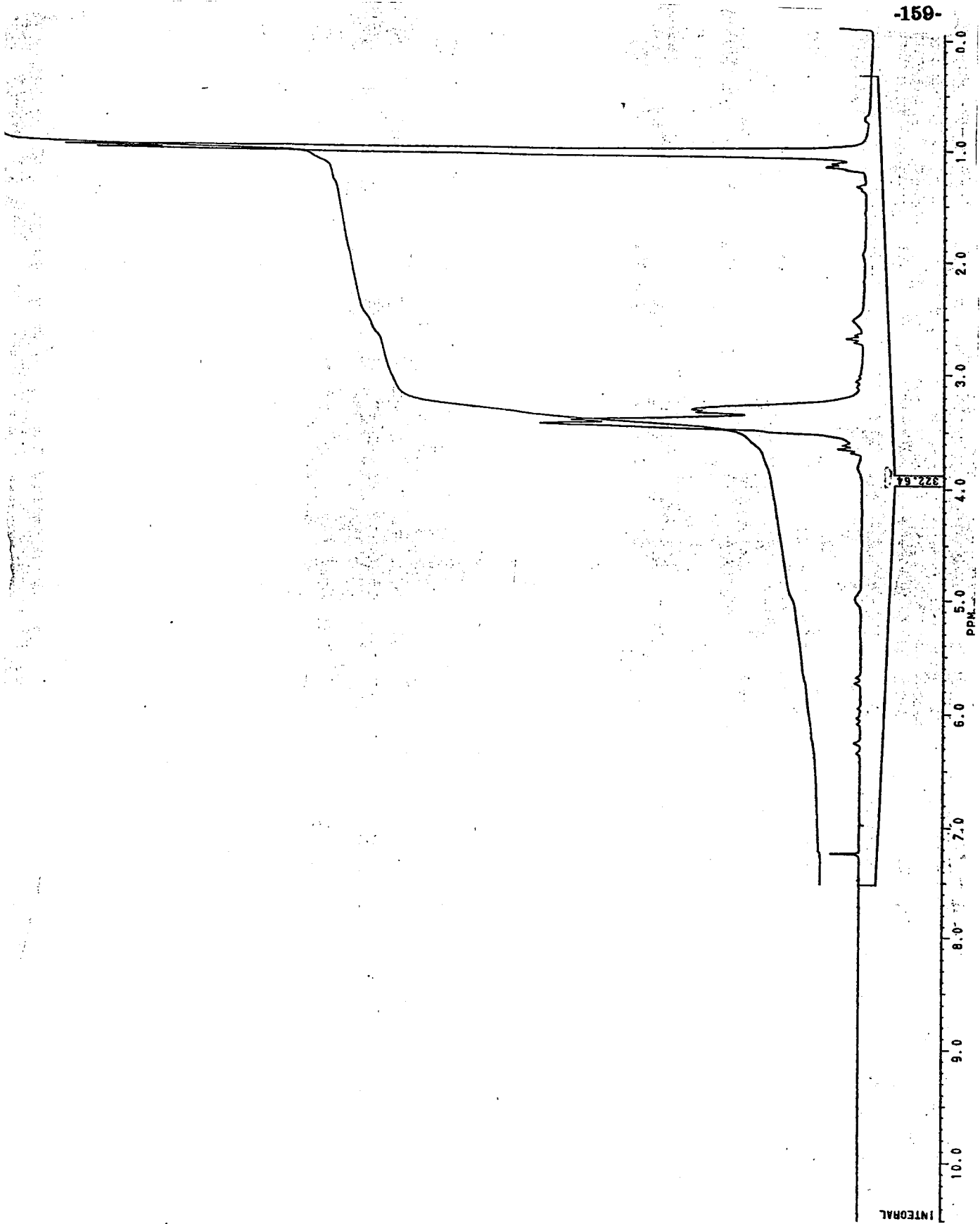
รูปที่ 18 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ  $\alpha,\omega$ -อะคริลอิลิด พอลิพรอพีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 7 ชม.



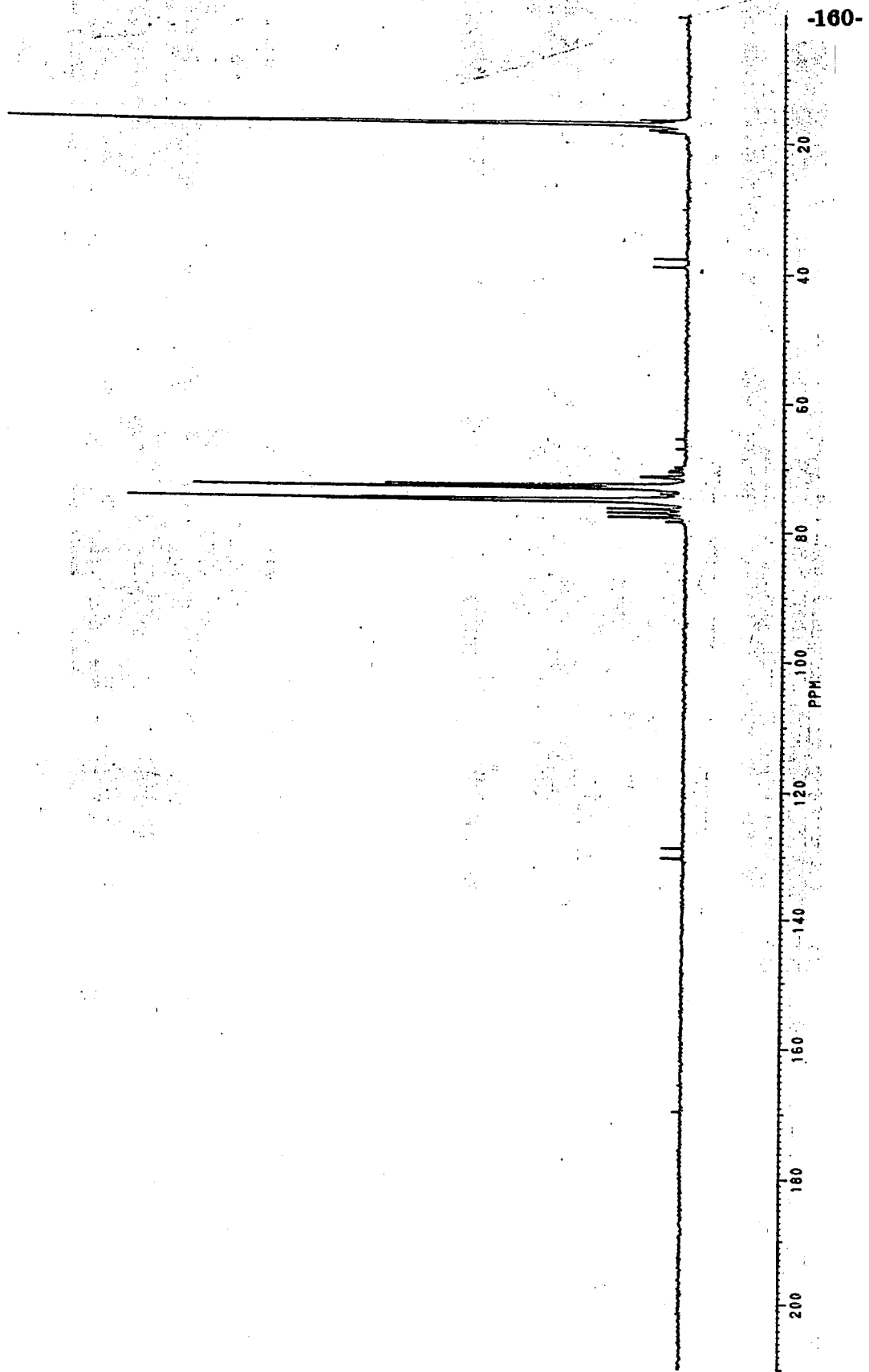
รูปที่ 19 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิพรอพีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สถานะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



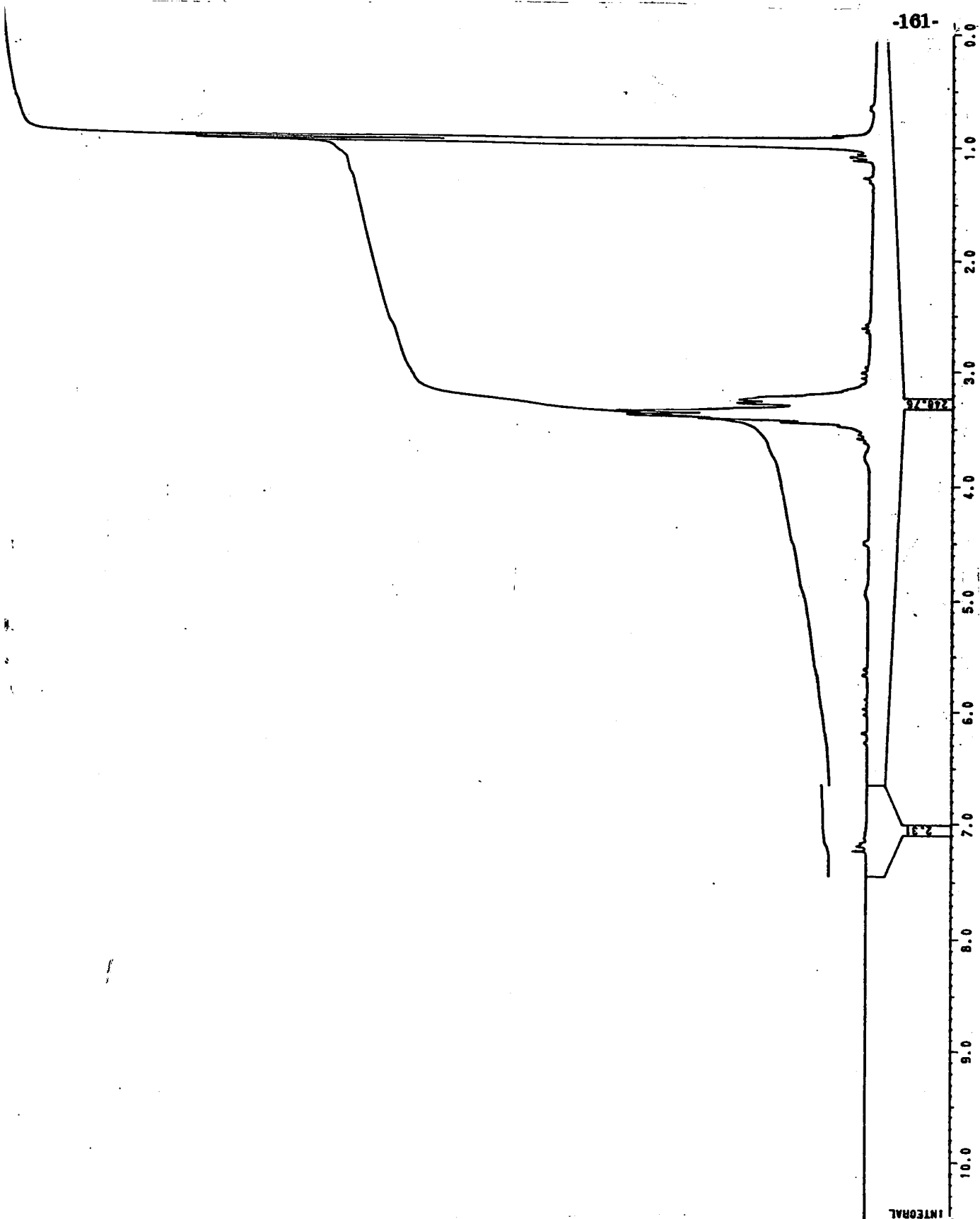
รูปที่ 20 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ  $\alpha,\omega$ -อะคริลอยด์  
พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สถานะการสังเคราะห์  
เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



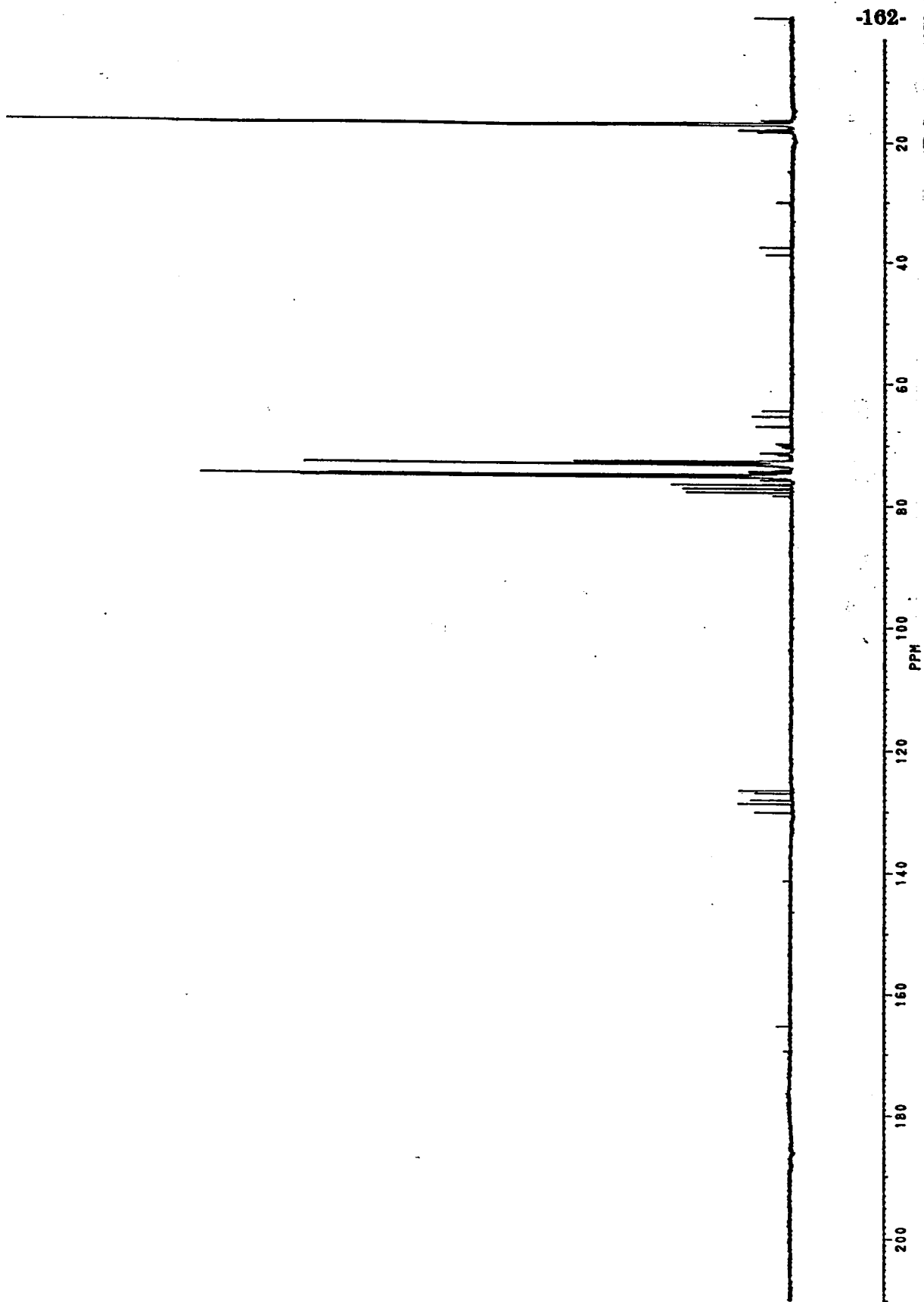
รูปที่ 21 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สถานะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



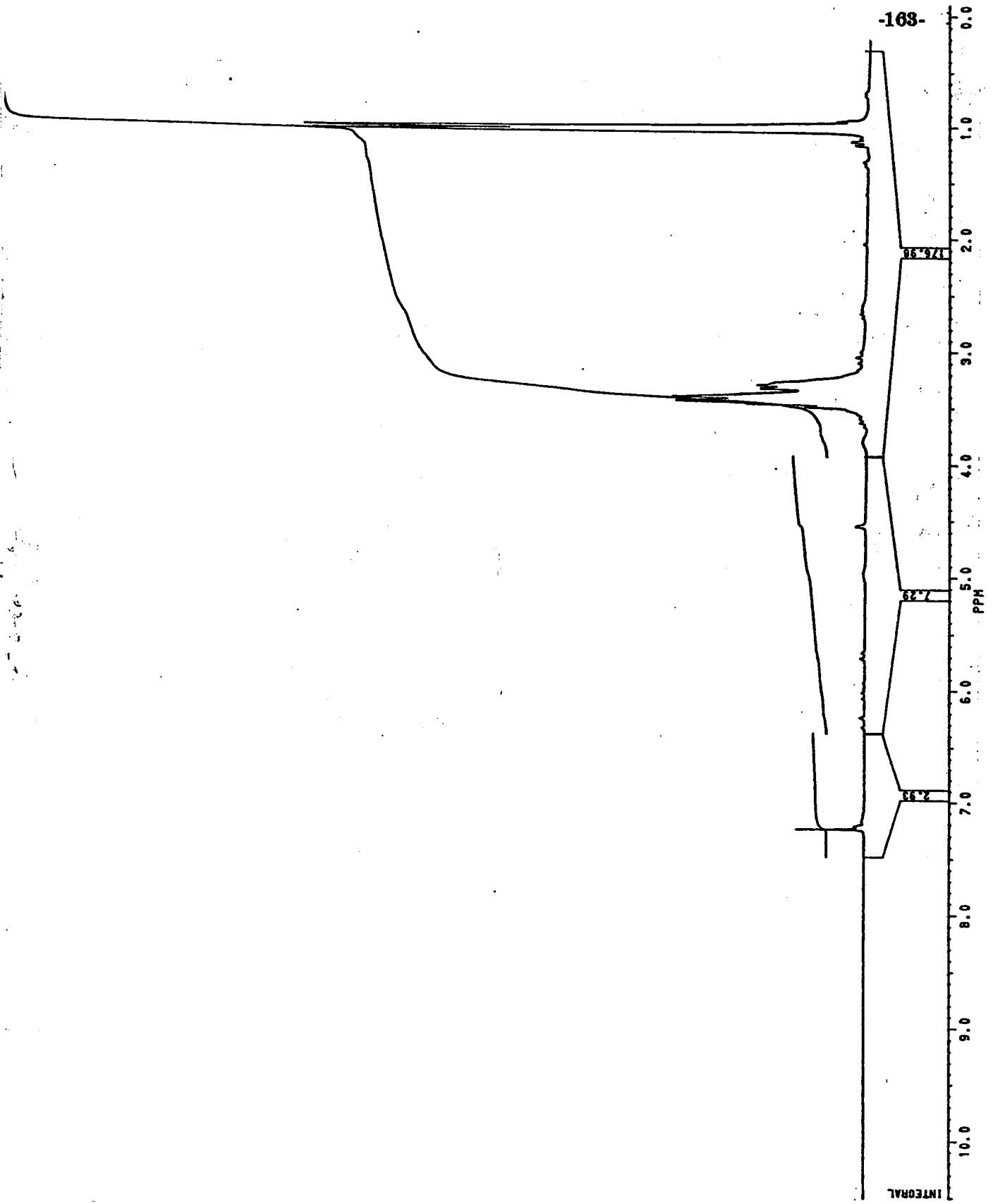
รูปที่ 22 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด  
 พอลิพรอพีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สถานะการสังเคราะห์  
 เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



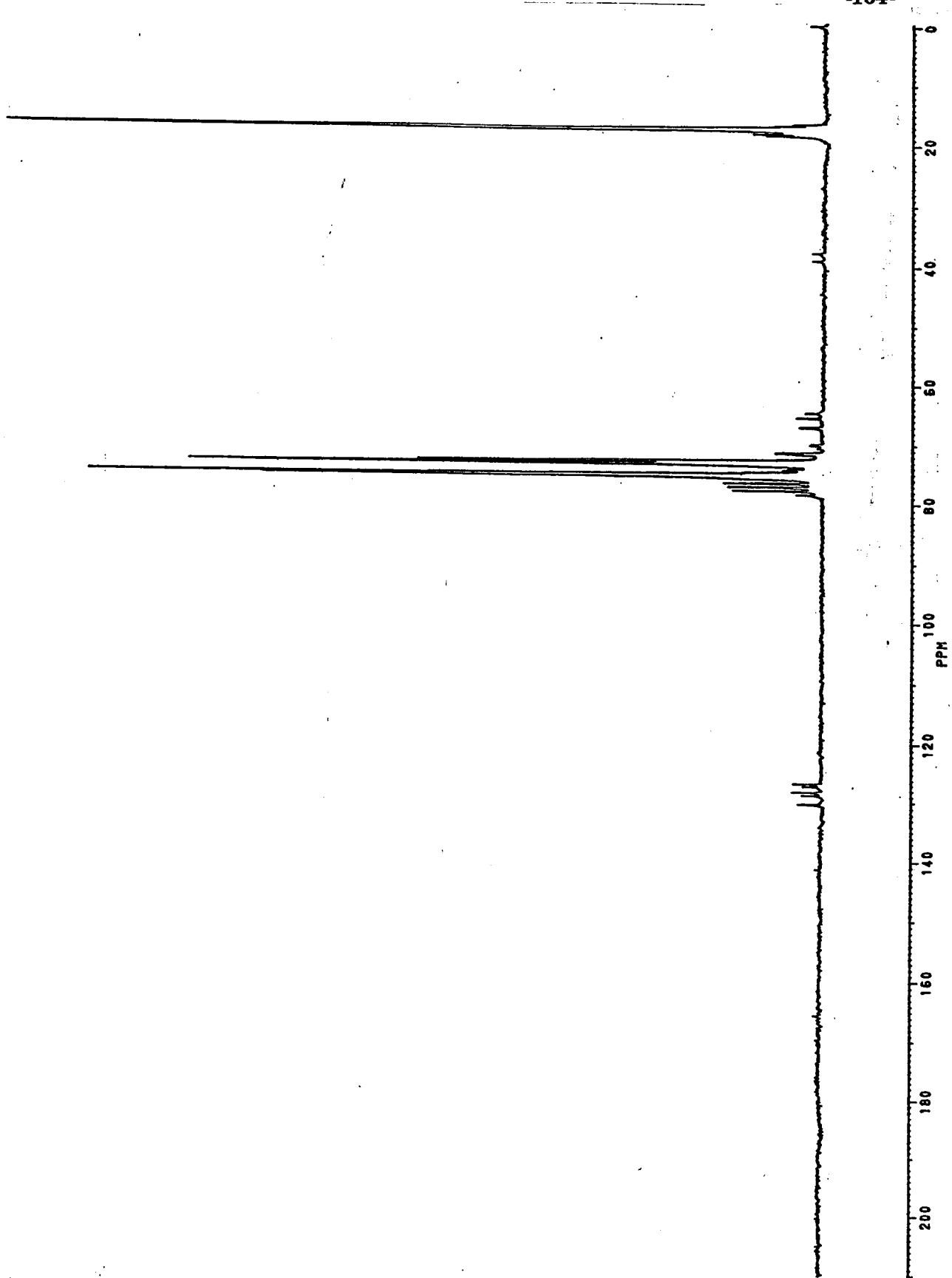
รูปที่ 23 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลดิล พอลิพรอพิลีน ไกลคอลด แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



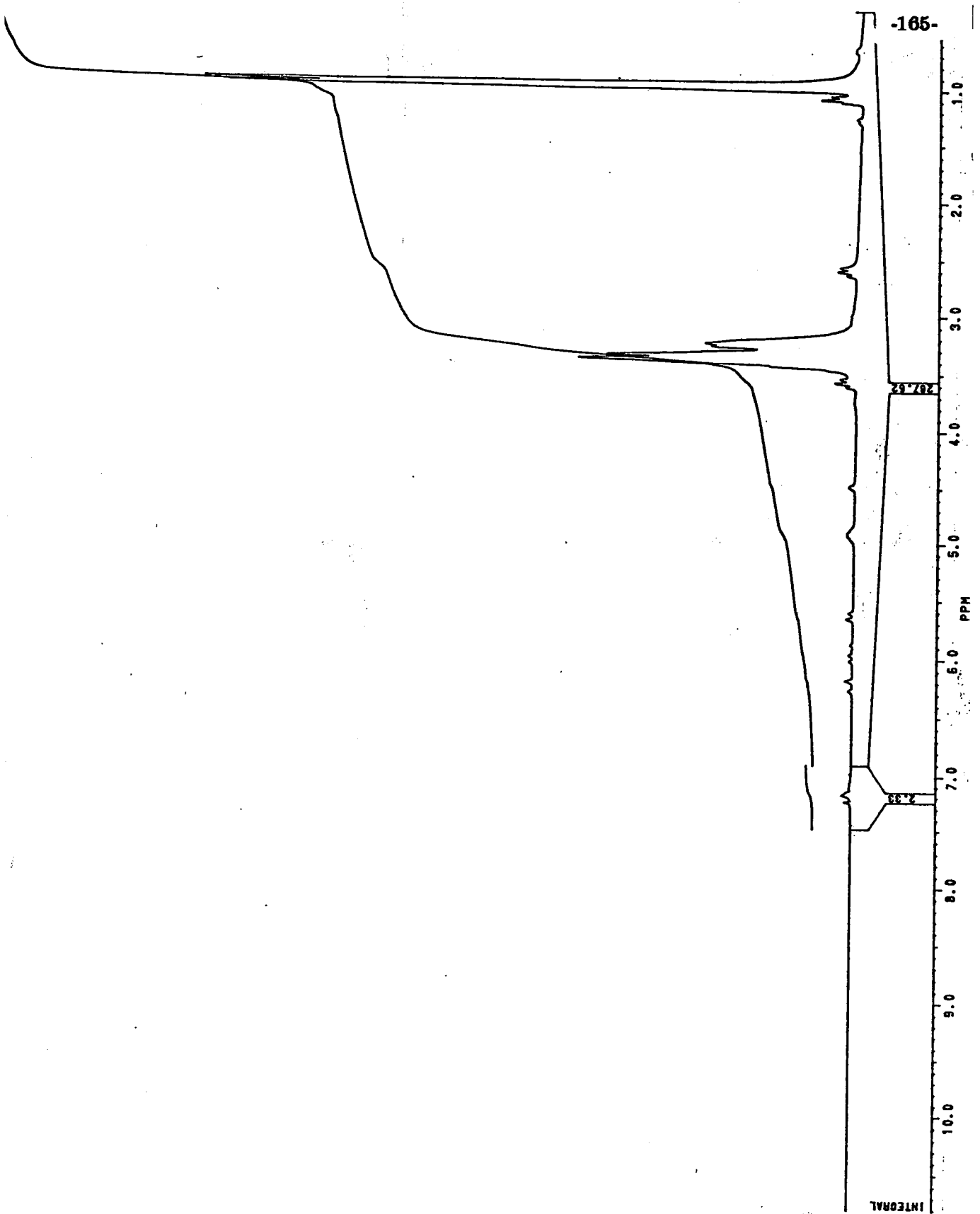
รูปที่ 24 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ  $\alpha,\omega$ -อะคริลอยด์  
 พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์  
 เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



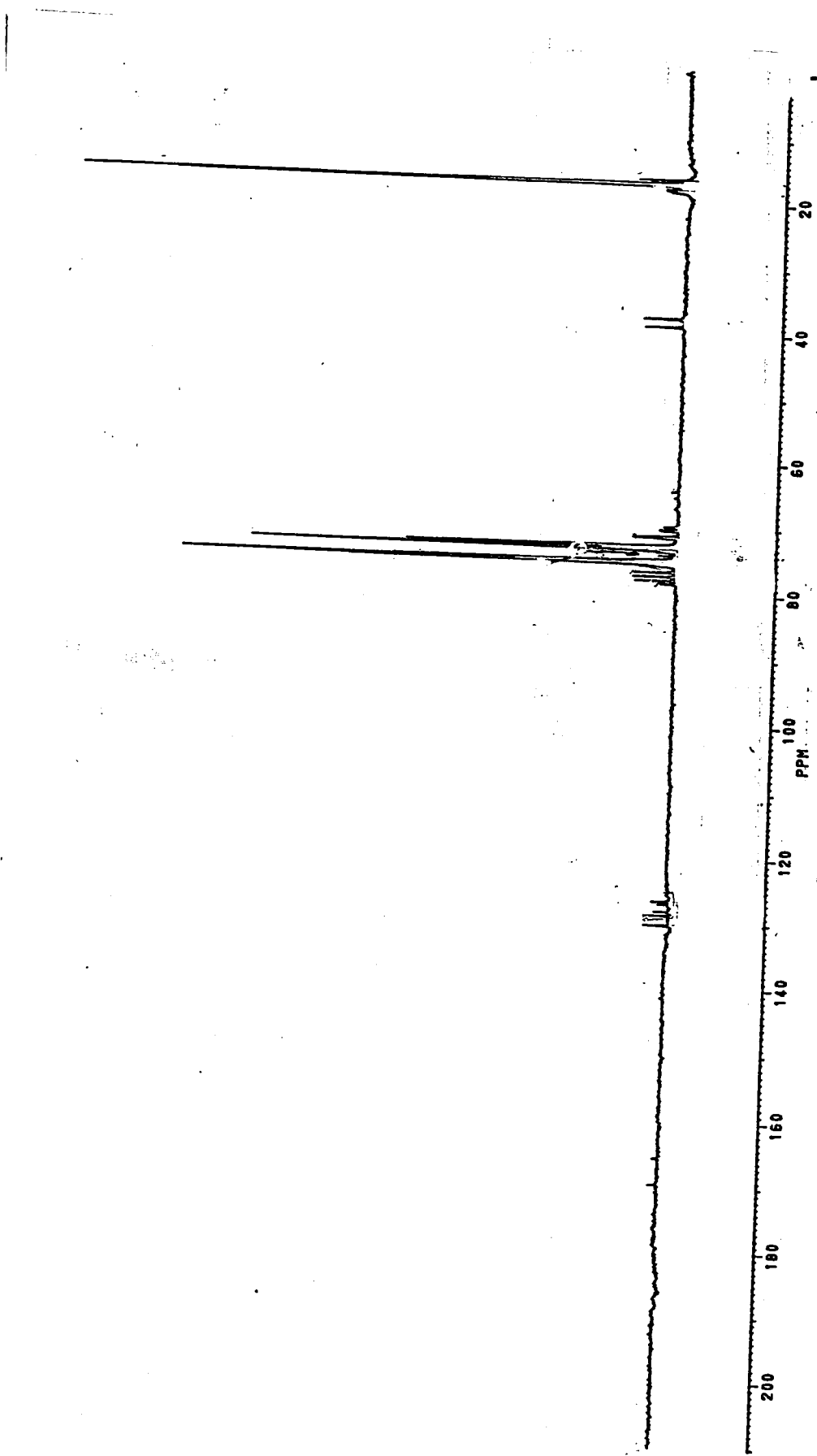
รูปที่ 25 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลด์ พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



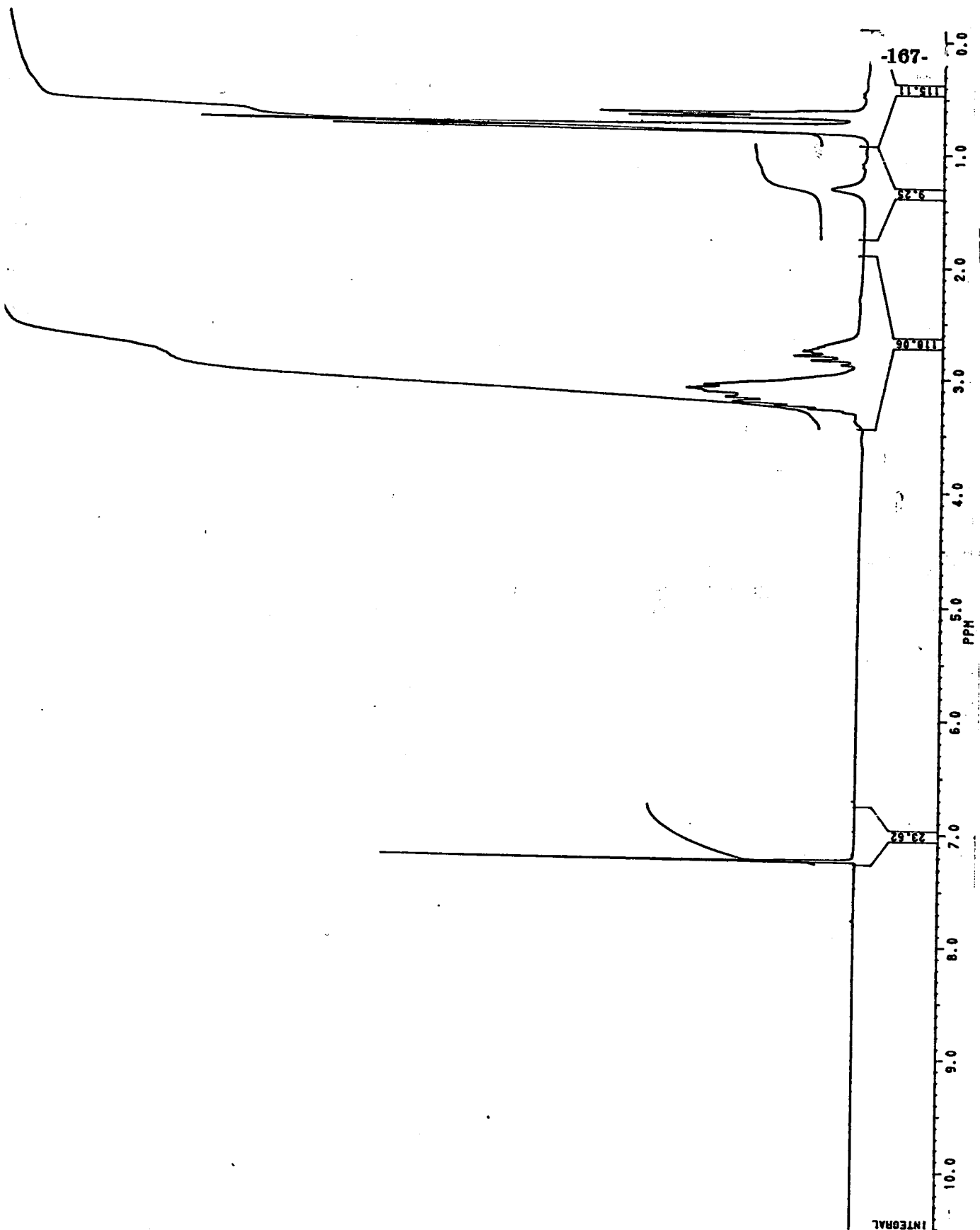
รูปที่ 26 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลด์ พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



รูปที่ 27 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิล พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



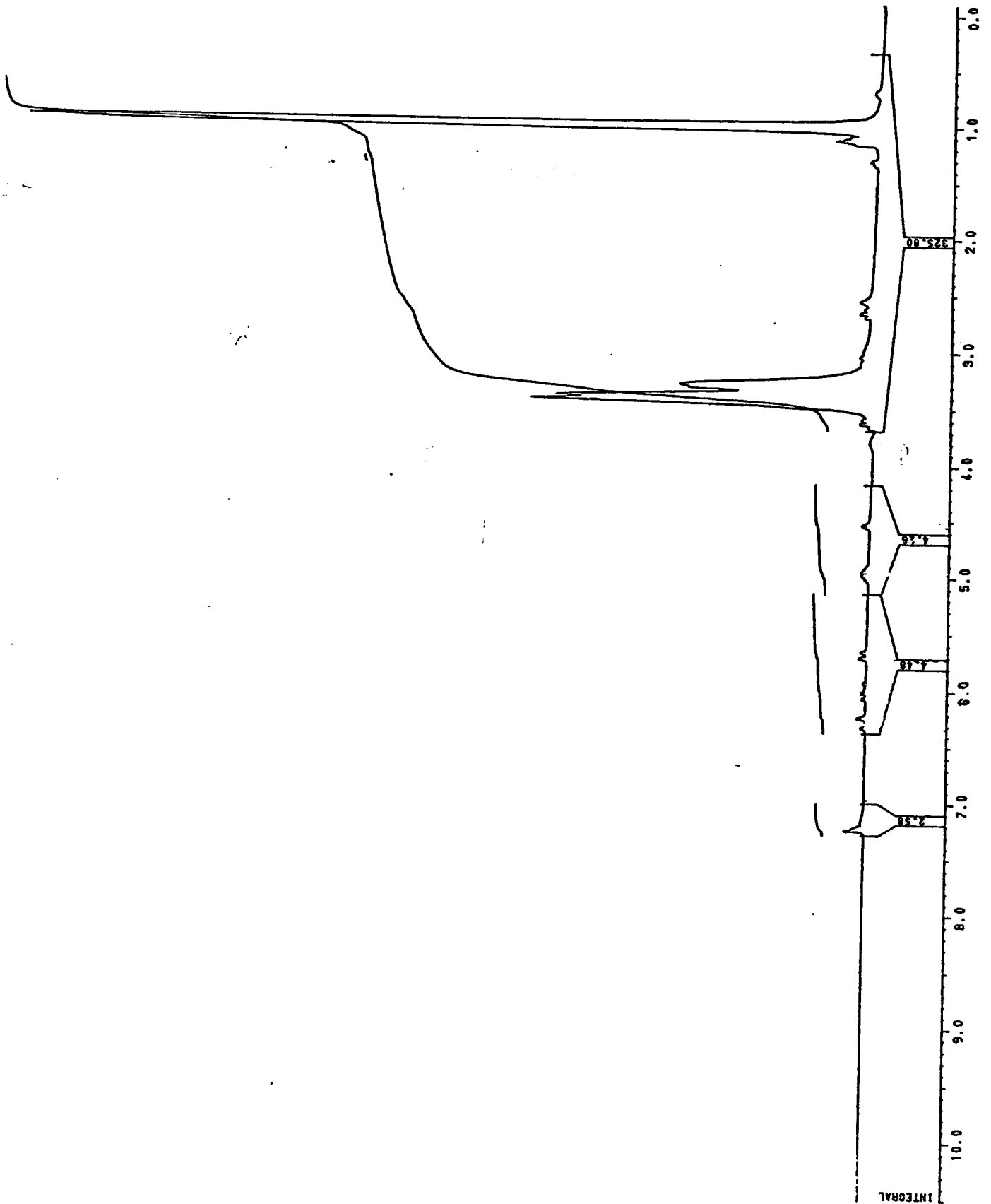
รูปที่ 28 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลดิล  
พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์  
เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



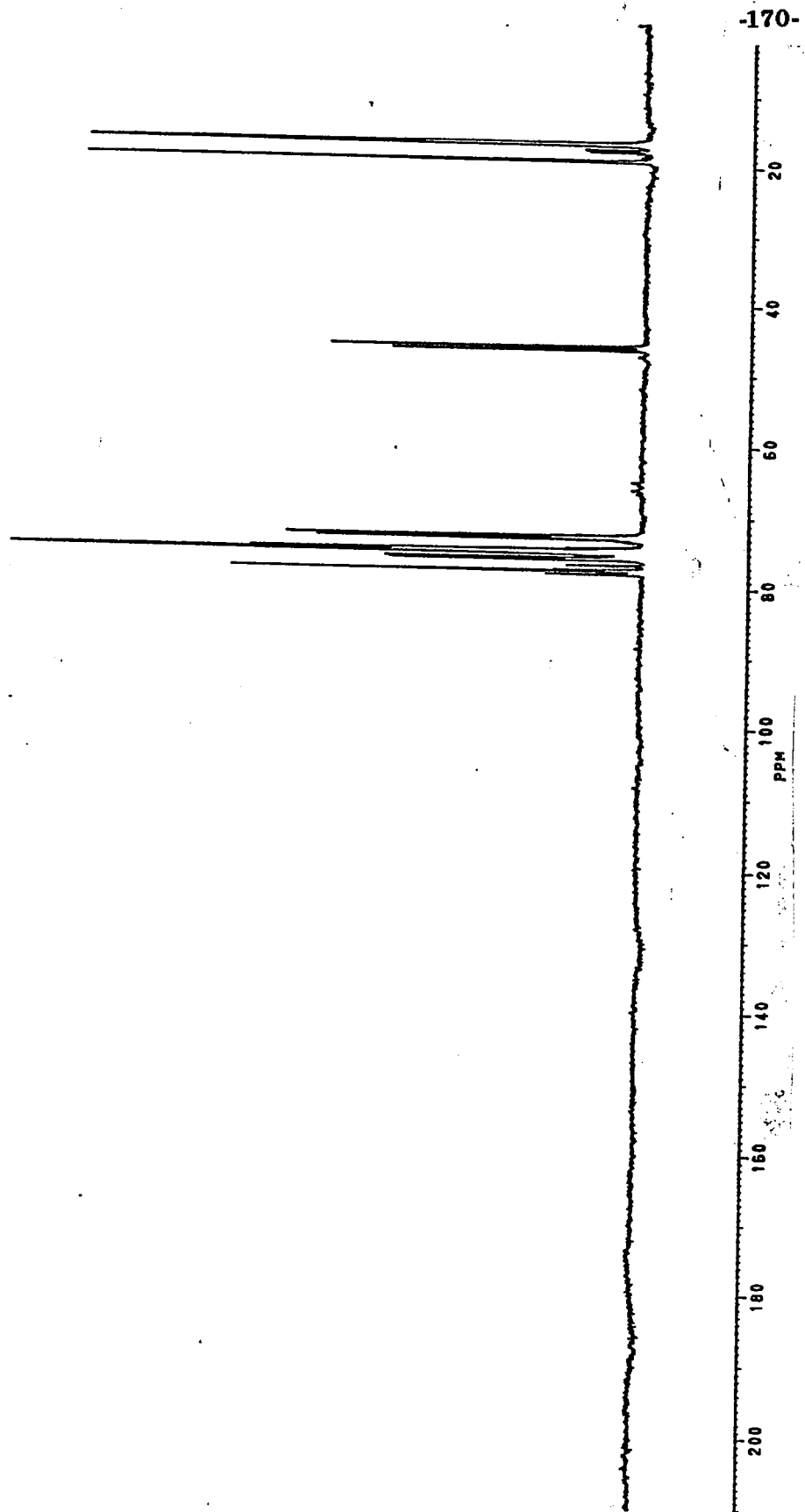
รูปที่ 29 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สถานะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



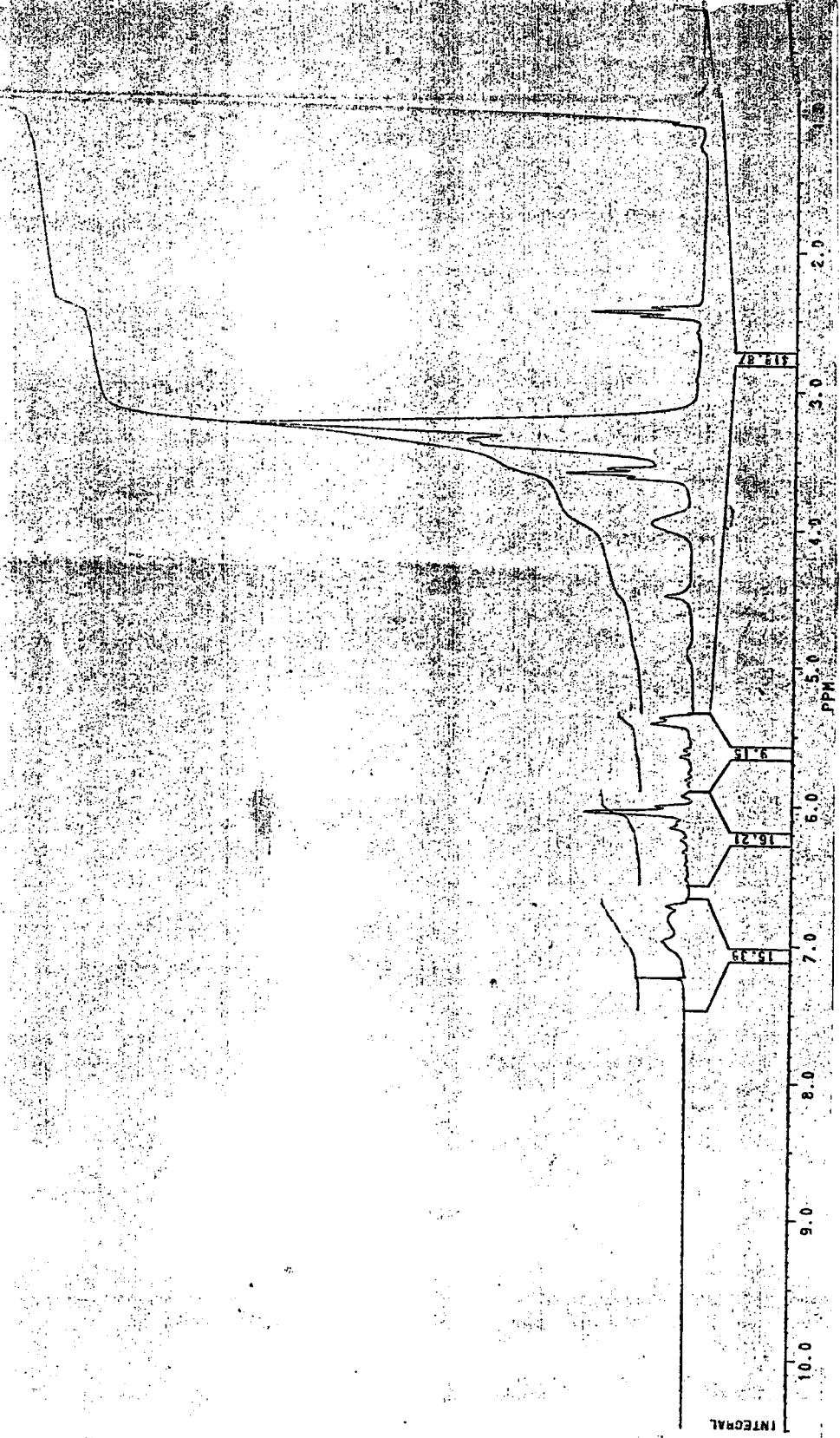
รูปที่ 30 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิพรอพีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



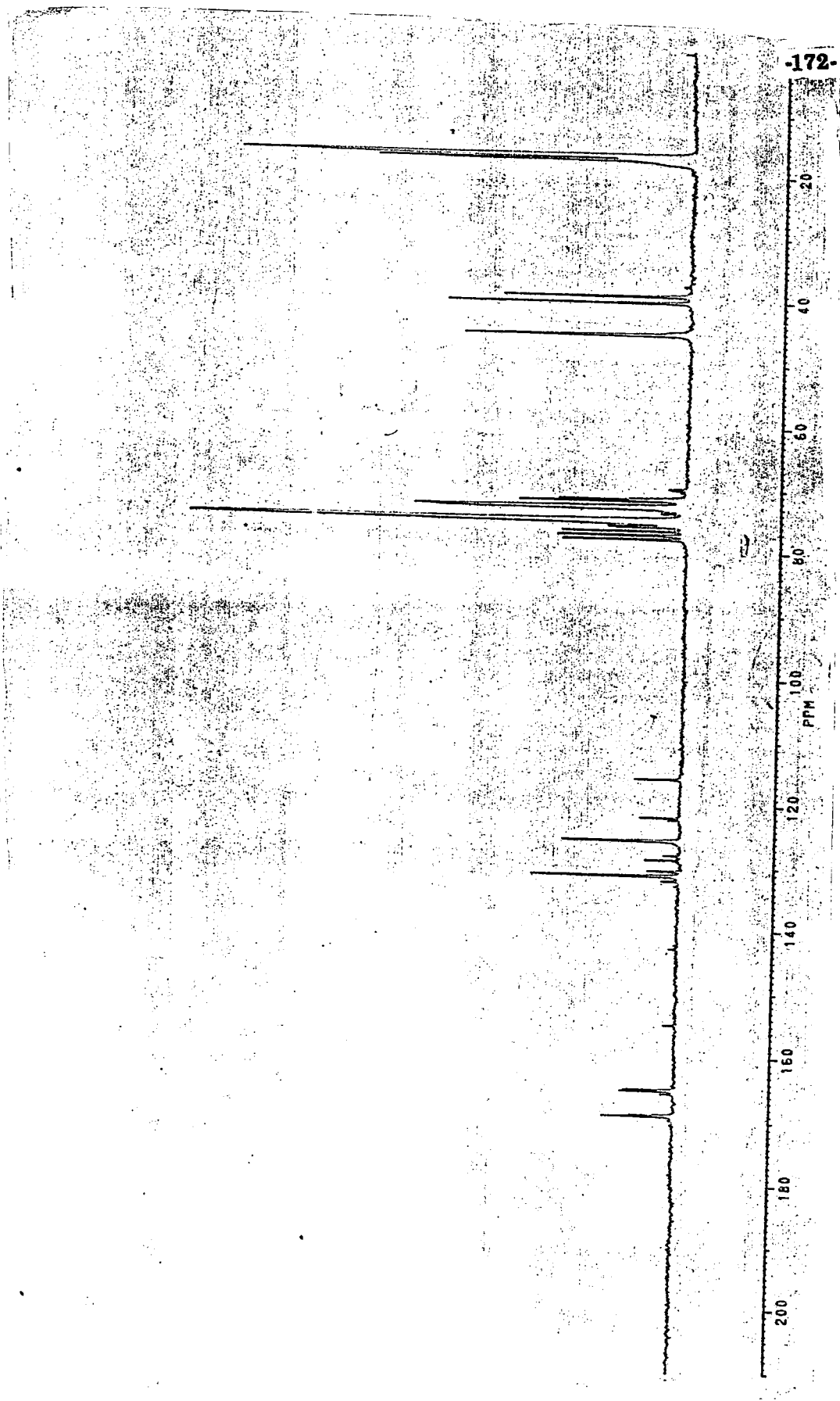
รูปที่ 31 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ โอ-โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล



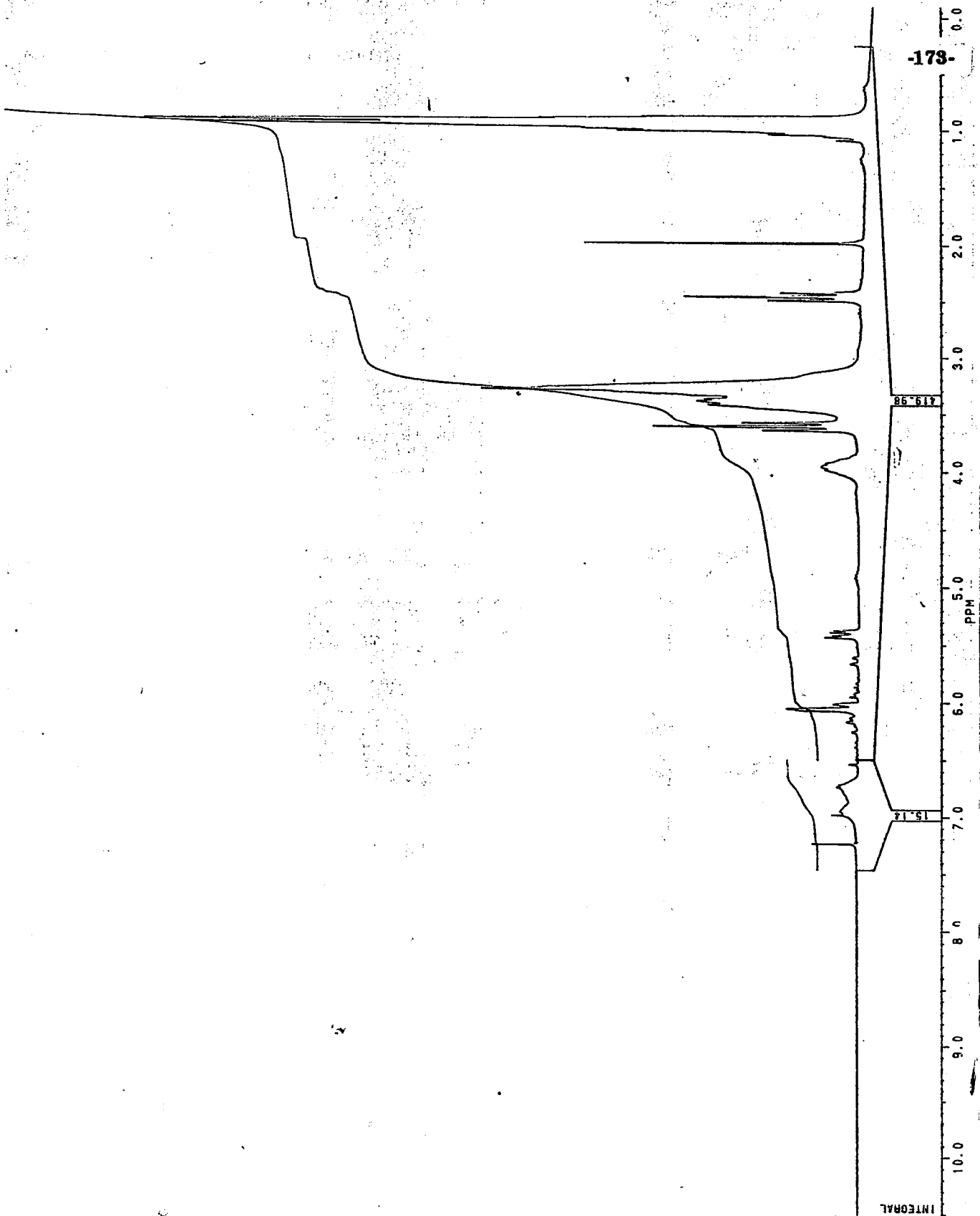
รูปที่ 32 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13 ของ โอลิโอฟิลีน (โพลีพรอพิลีน) โอลิโอฟิลีน ไกลคอล



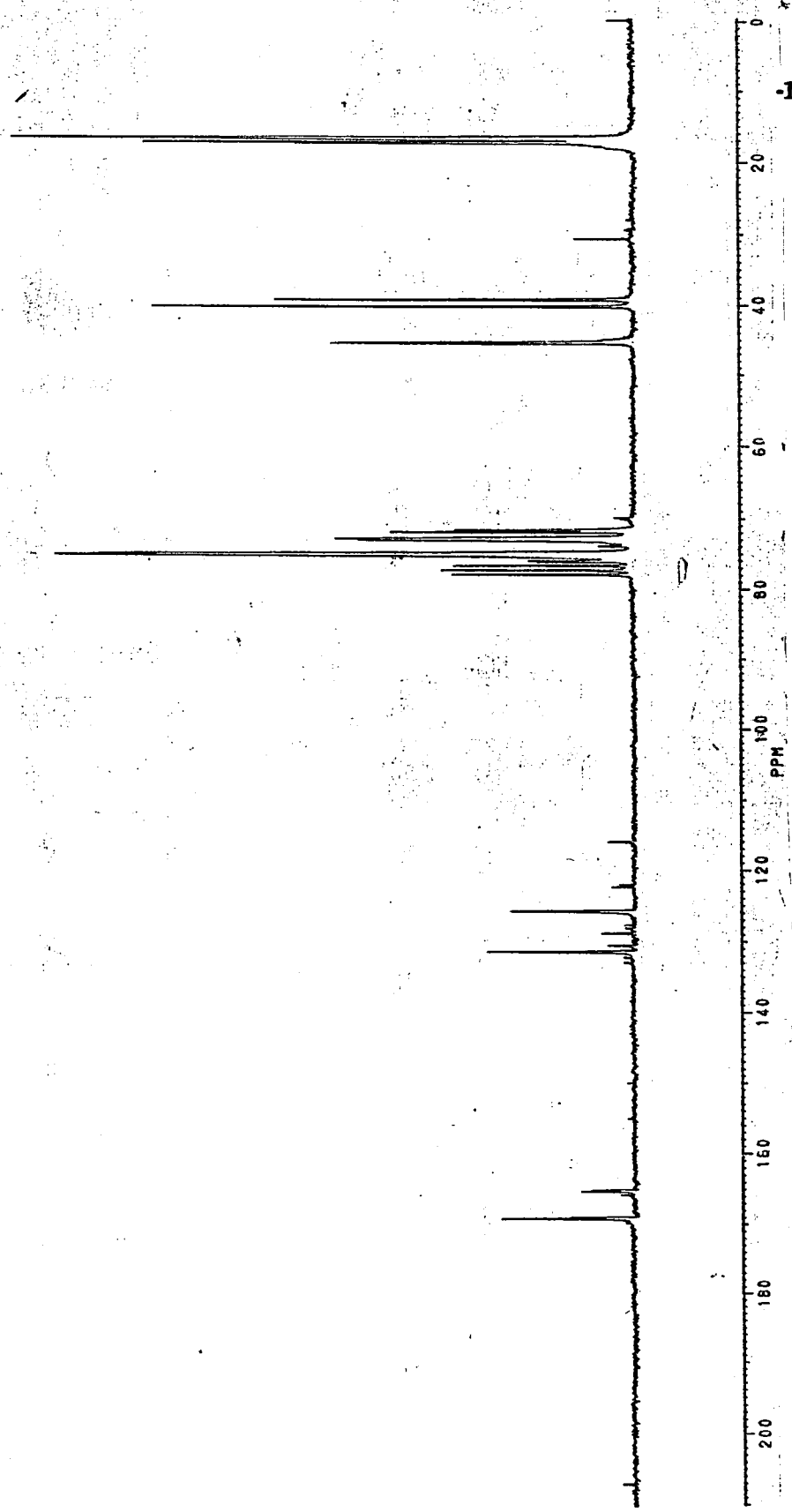
รูปที่ ๖๖ ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์เปกตรัมชนิดโปรตอนของ เอ็น เอ็น-อะคริไลดิล-  
โอ-โอ-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์  
ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 7 ชม.



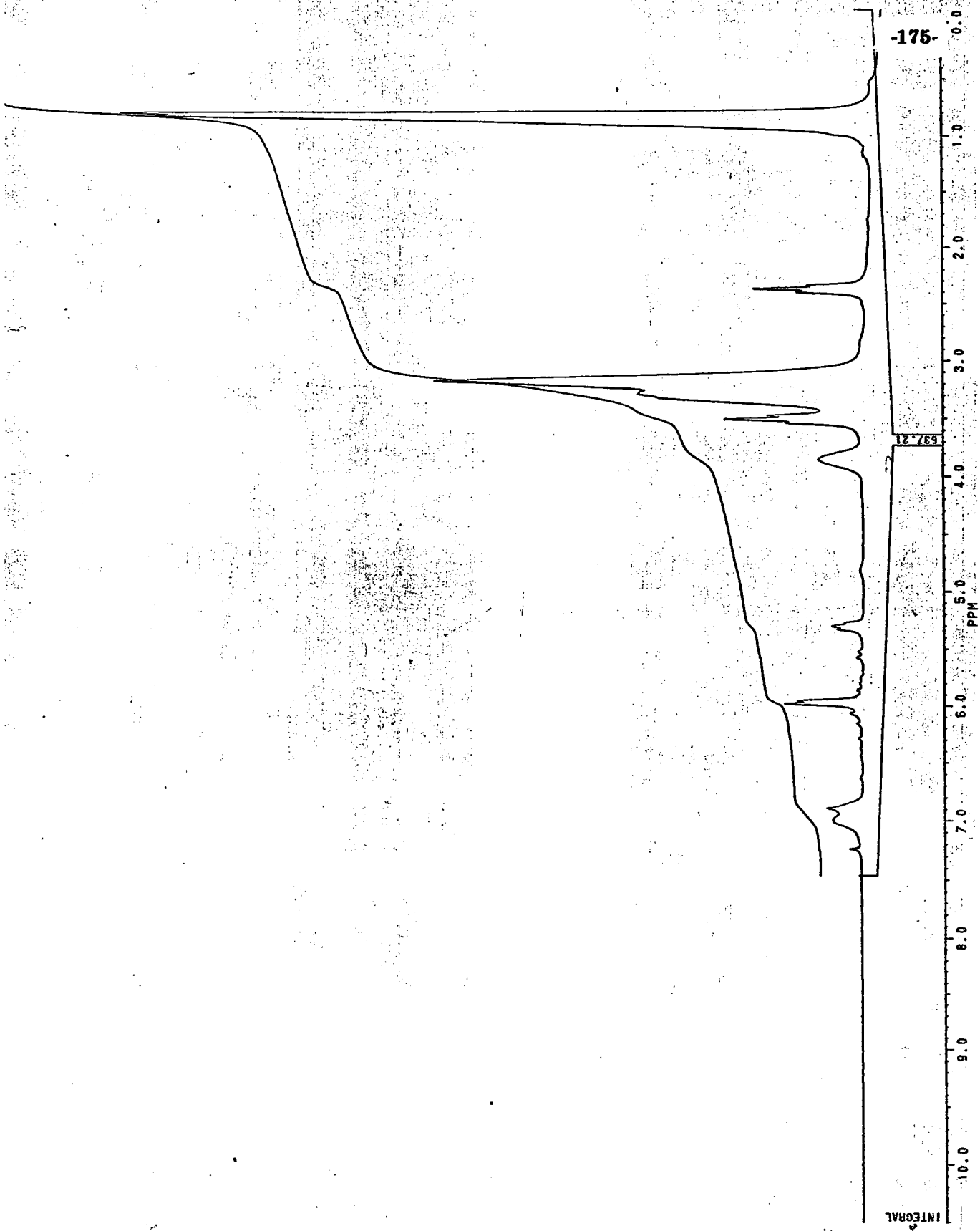
รูปที่ 34 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ เอ็น เอ็น-อะครี  
 โลอิล-โอ-โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพรพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่  
 สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 7 ชม.



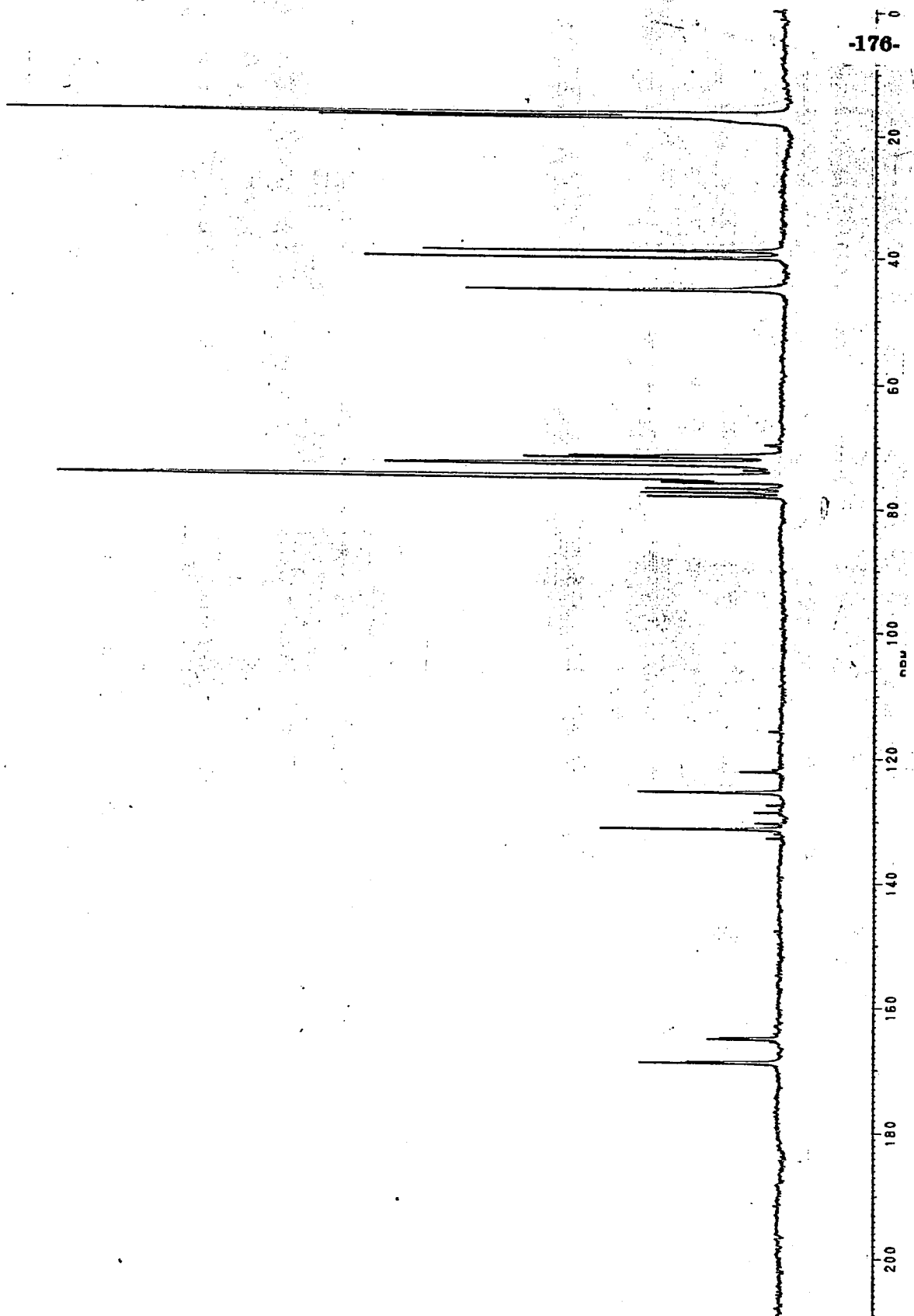
รูปที่ 35 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ เอ็น เอ็น-อะคริโลอิล โอ-โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพริพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยาคือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ 36 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13 ของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิล-โอ-โอ-บิส(-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ 37 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ เอ็น เอ็น-อะคริไลดิล  
 โอ-โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พอลิฟอสฟีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สัง  
 เคราะห์ได้ สถานะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก

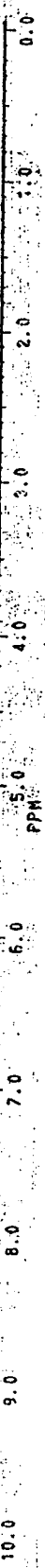


รูปที่ 38 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ เอ็น เอ็น-อะควิ  
โลอิด-โอ-โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพอฟีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่  
สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก

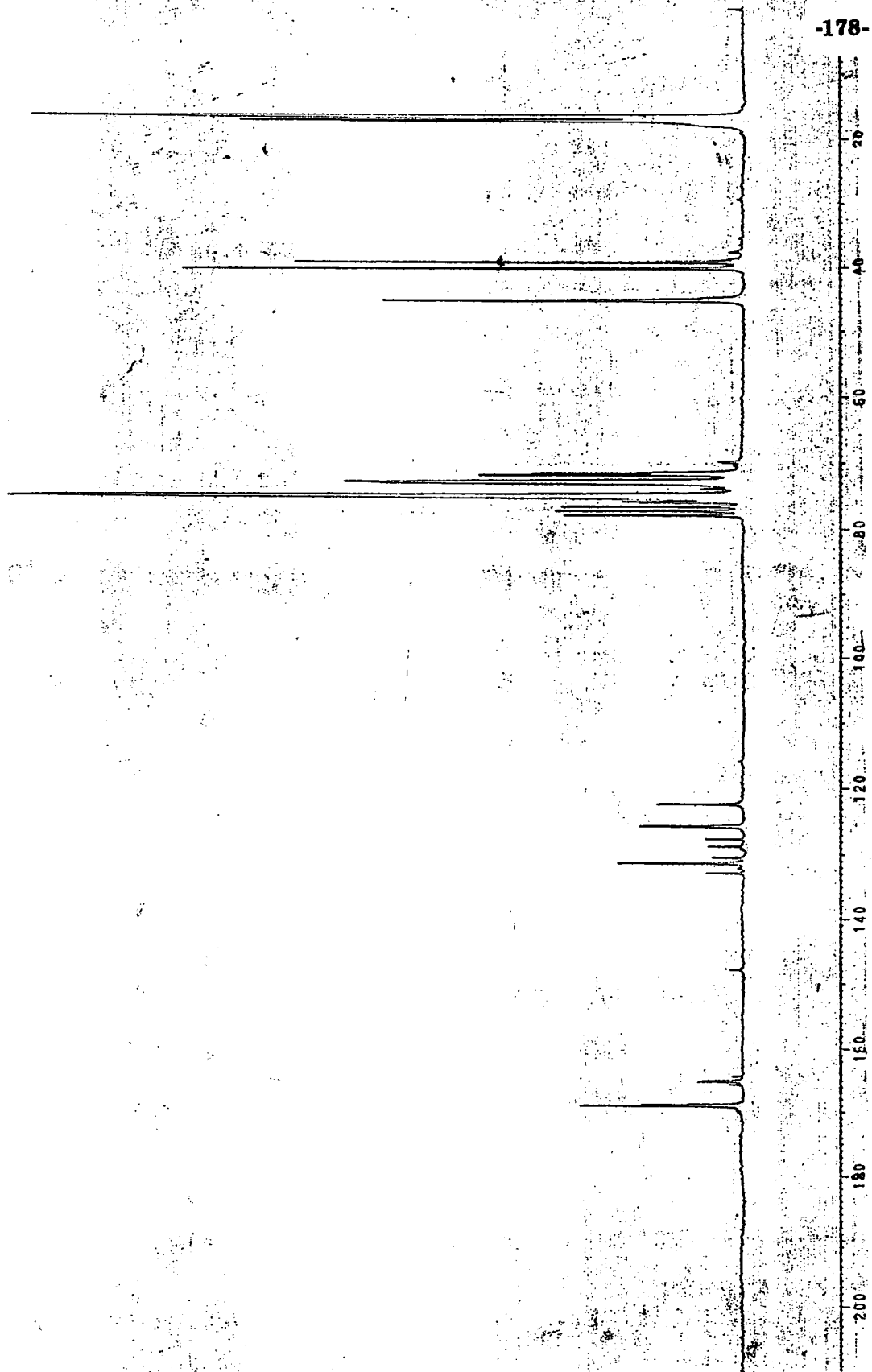
-177-

AC 1ET

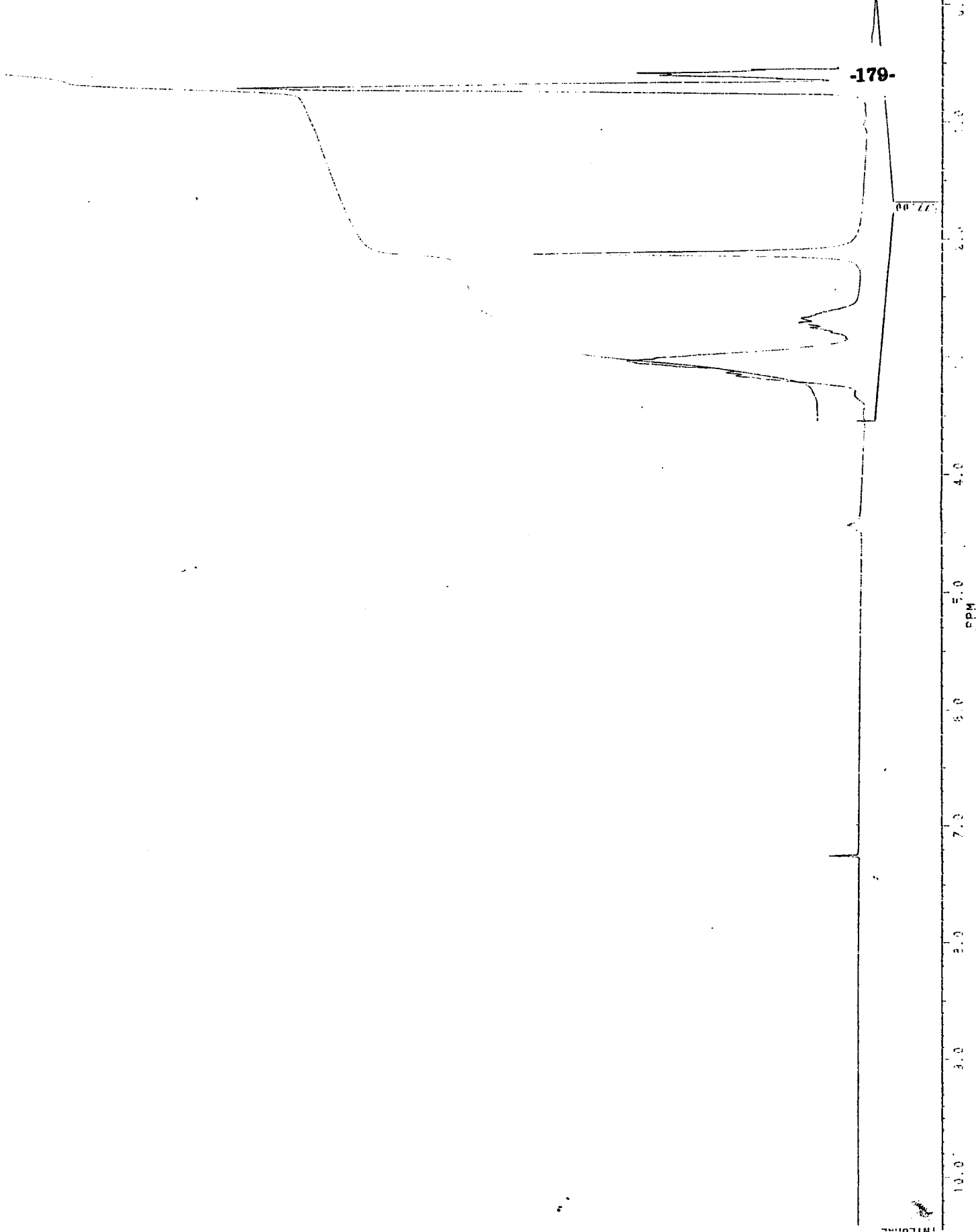
INTEGRAL



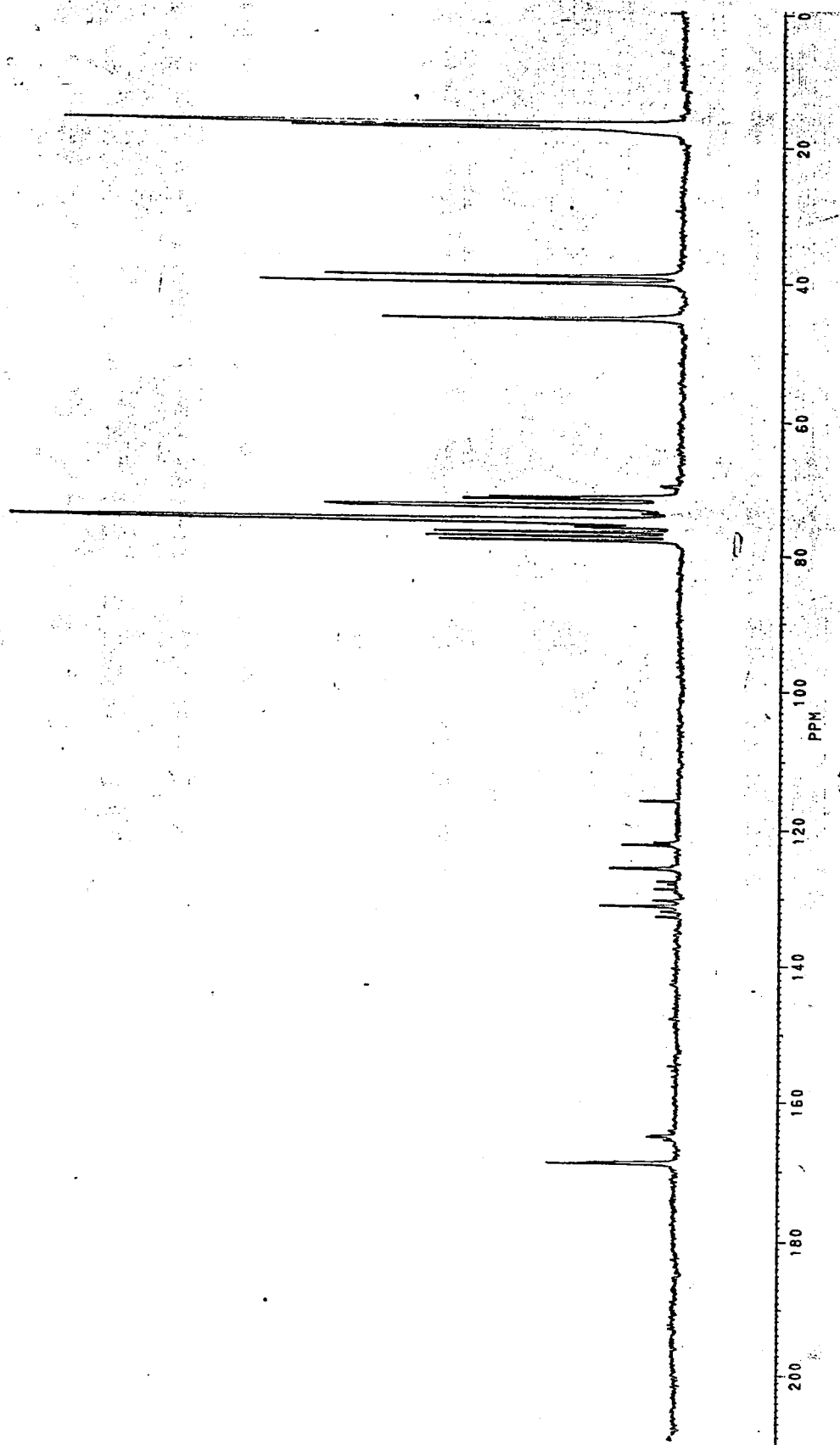
รูปที่ 39 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิด โอลีโอ-บิส-(-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพอฟีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์



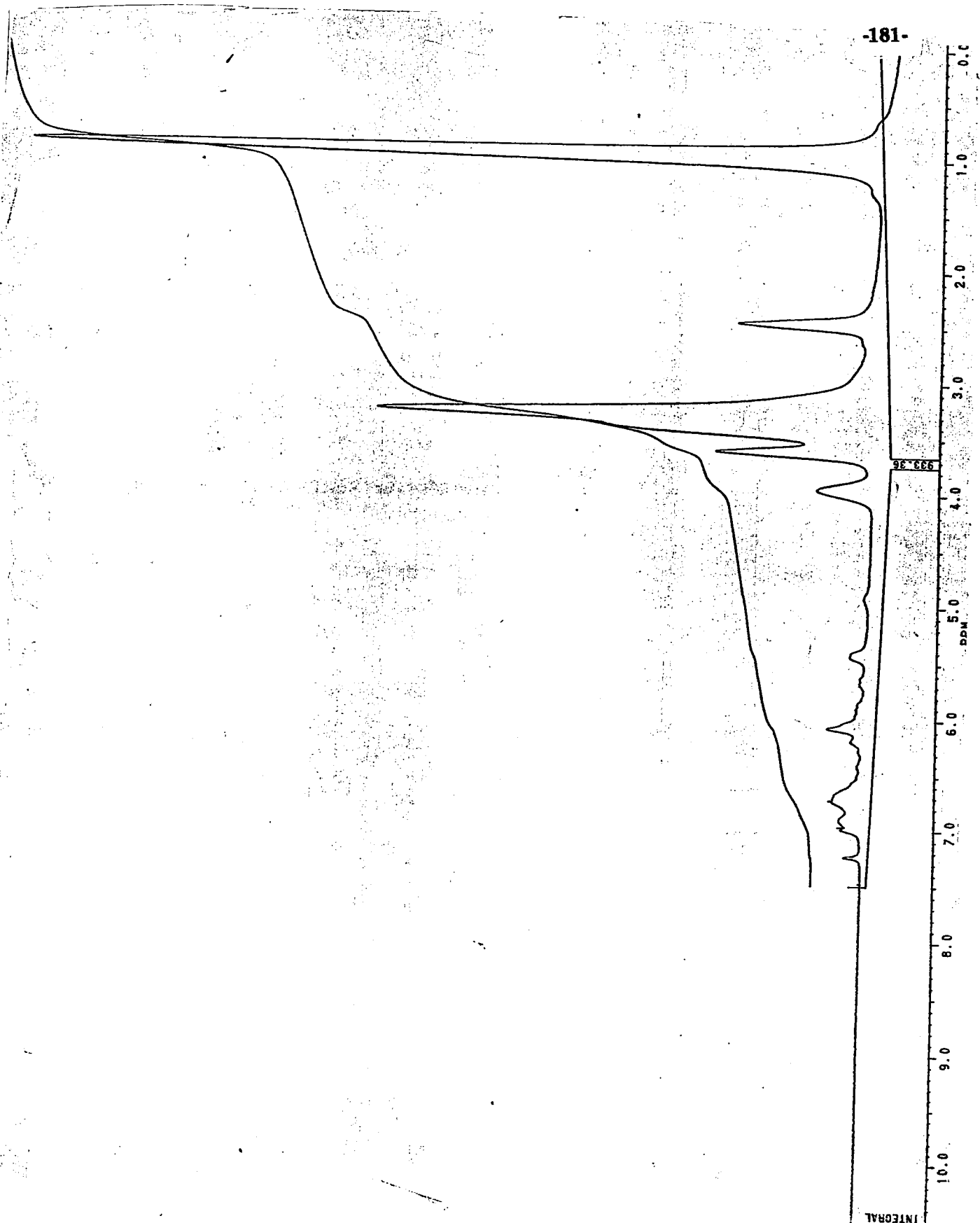
รูปที่ 40 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13ของ เอ็น เอ็น-อะครี  
โลอิด โอ-โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พอลิฟอสฟีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์  
ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียม  
ไฮดรอกไซด์



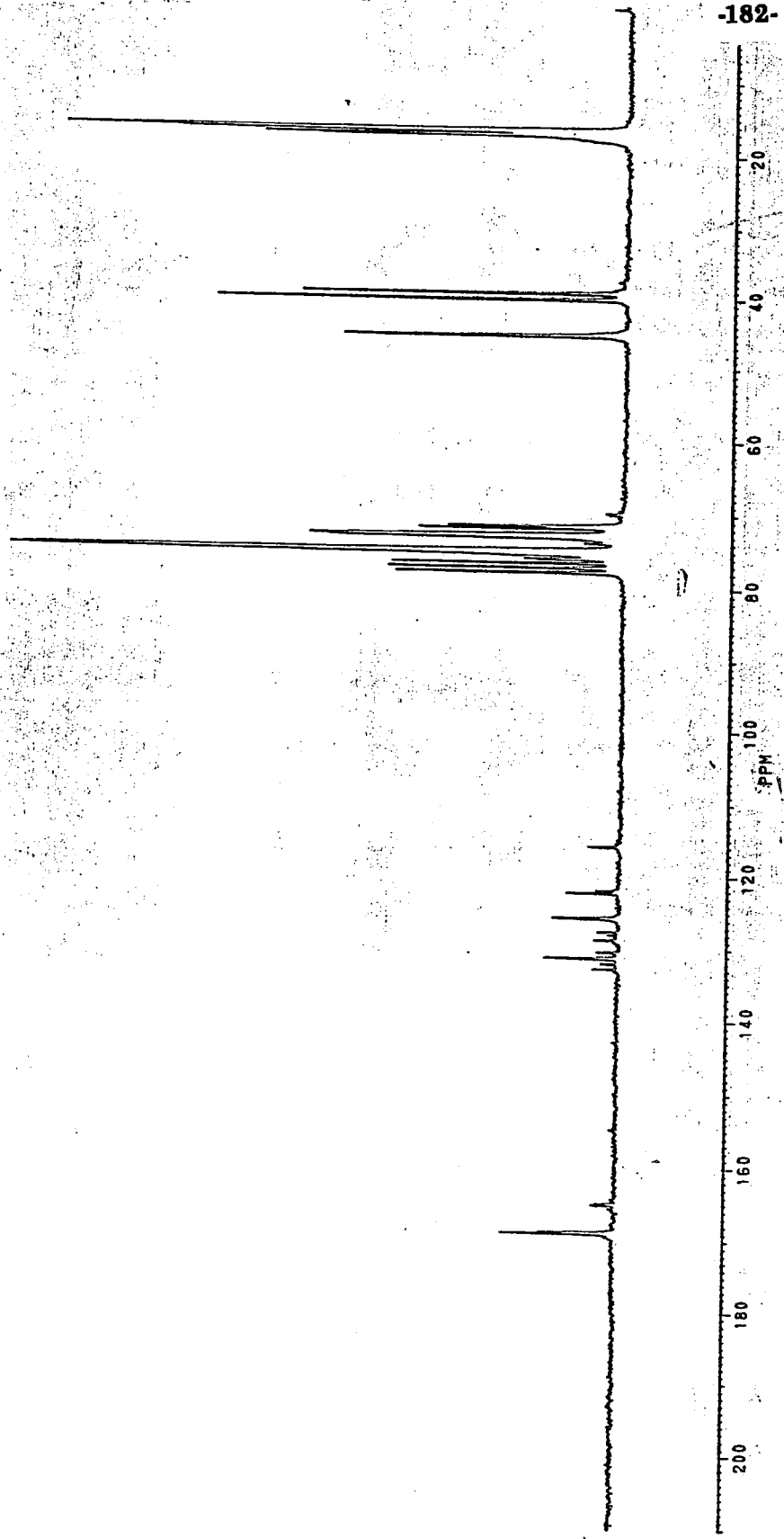
รูปที่ 41 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิล  
 โอ-โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพอฟีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สัง  
 เคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



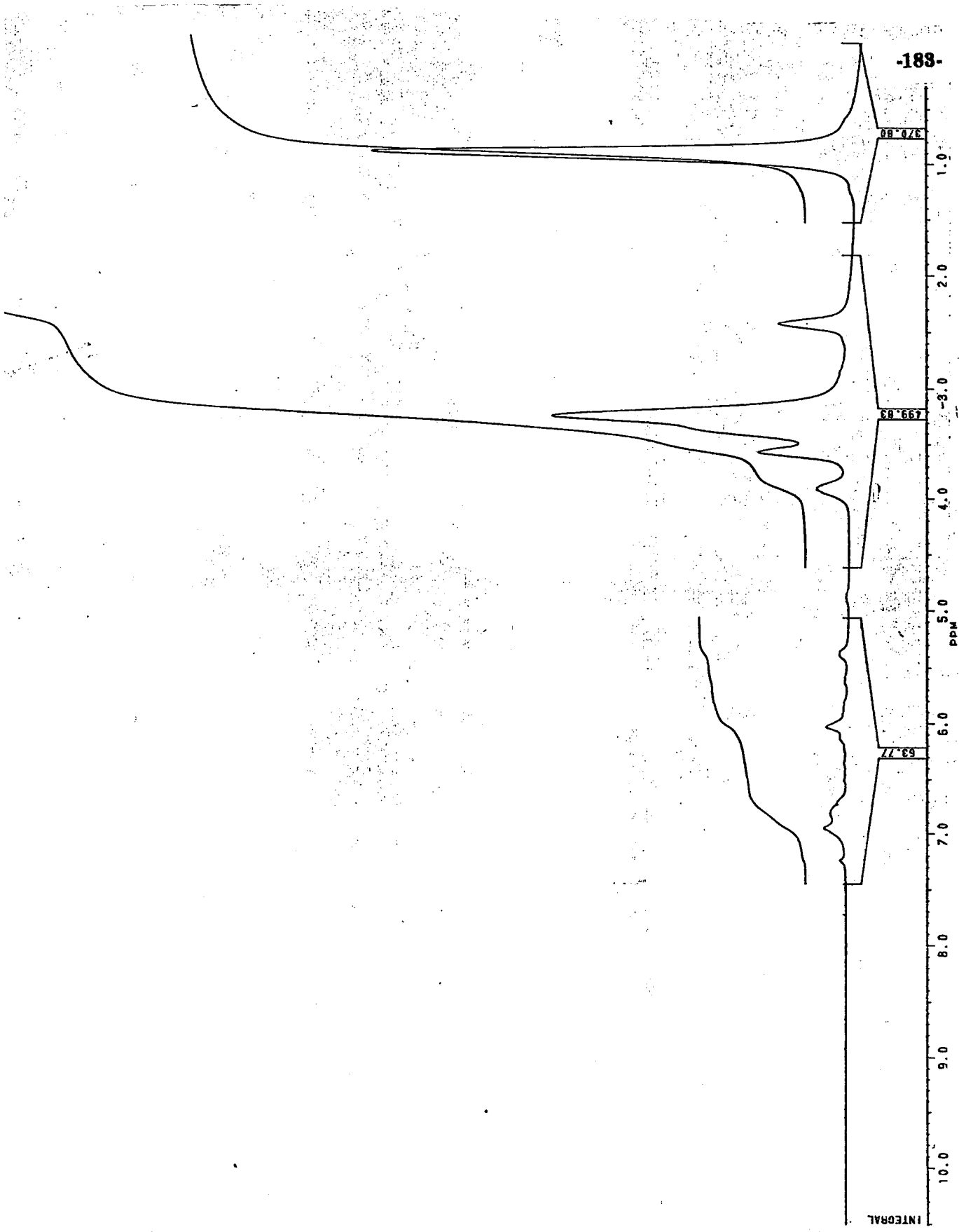
รูปที่ 42 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13 ของ เอ็น เอ็น-อะครี  
โลอิล-โอ-โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอฟิล) พอลิพอฟีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่  
สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



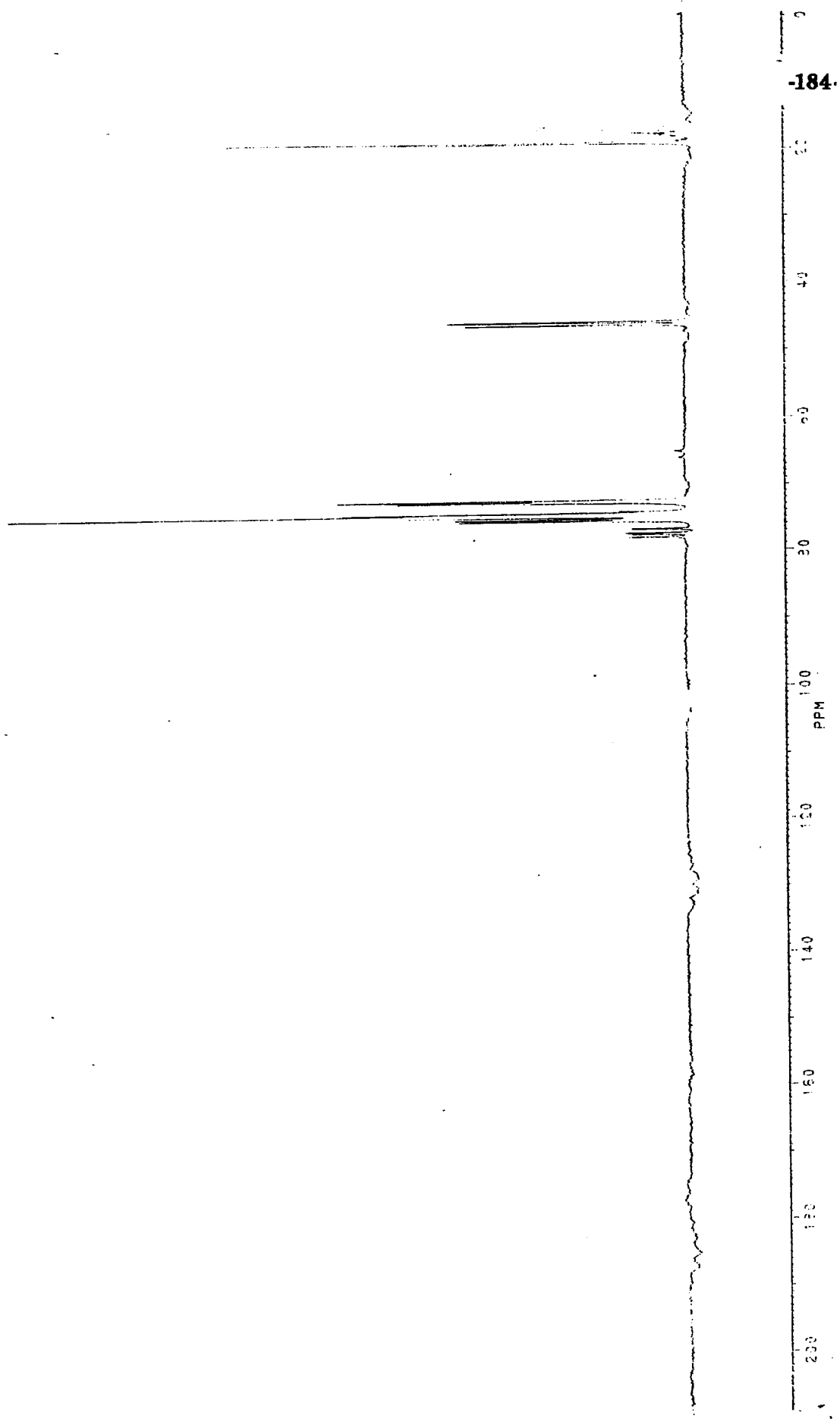
รูปที่ 43 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ เอ็น เอ็น-อะครีโลอิล  
 โอ-โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พอลิฟอสฟีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่  
 สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮ  
 ดรอกไซด์



รูปที่ 44 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13 ของ เอ็น เอ็น-อะคริ  
โลอิล-โอ-โอ-บิส-(-2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพอฟีลีน ไกลคอล แมโครมอนอเมอร์ที่  
สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮ  
ดรอกไซด์



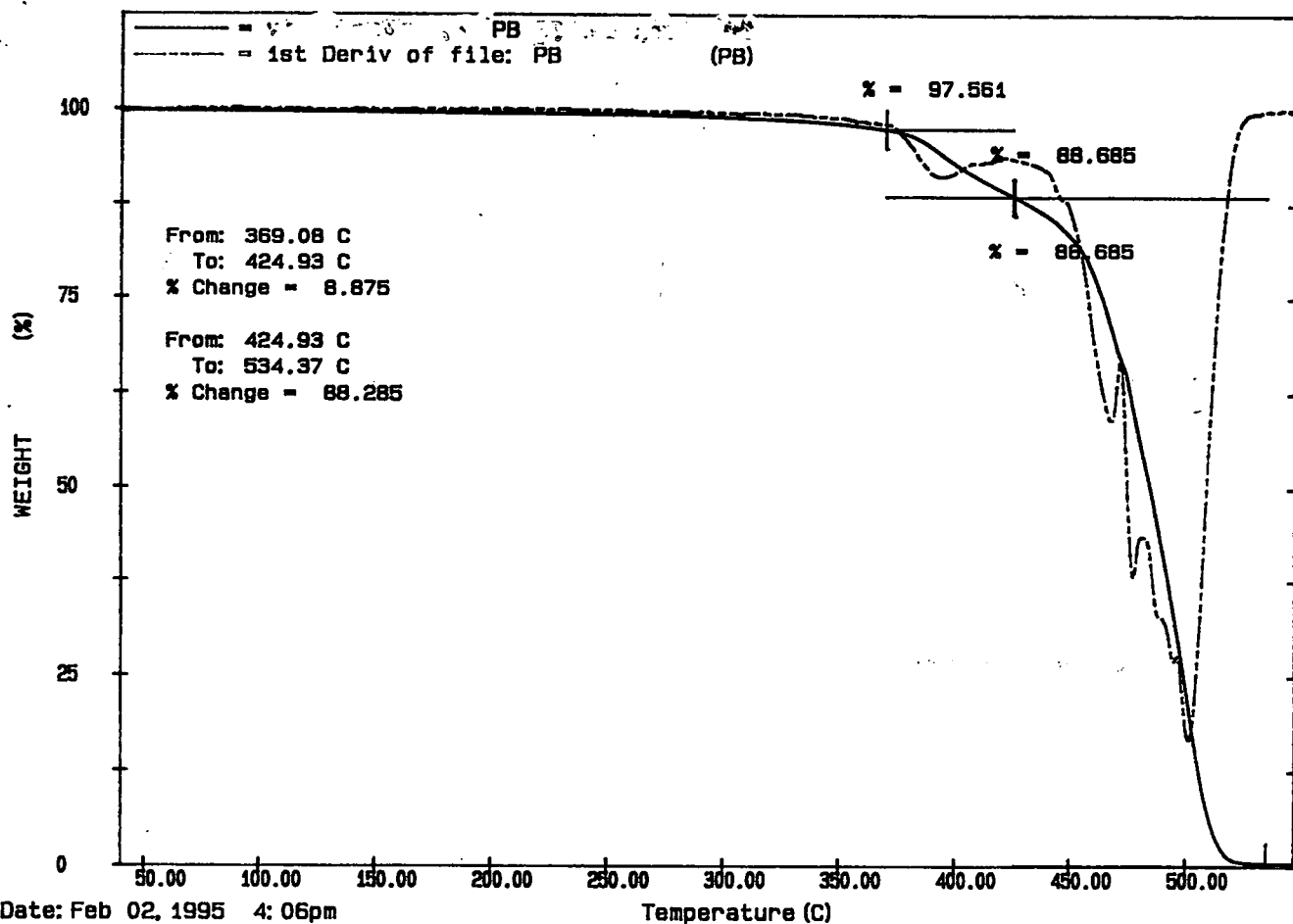
รูปที่ 45 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดโปรตอนของ เอ็น เอ็น-อะคริไลด์  
 โอ-โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พอลิพอฟีลีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์ที่สัง  
 เคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก



รูปที่ 46 ค แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมชนิดคาร์บอน-13 ของ เอ็น เอ็น-อะคริ  
 โลอิล-โอ-โอ-บิส-(2-อะมิโน พรอพิล) พอลิฟอสฟีน ไกลคอล แมคโครมอนอเมอร์  
 ที่สังเคราะห์ได้ สภาวะการสังเคราะห์ เวลา 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ กรดซัลฟูริก

## ภาคผนวก ง

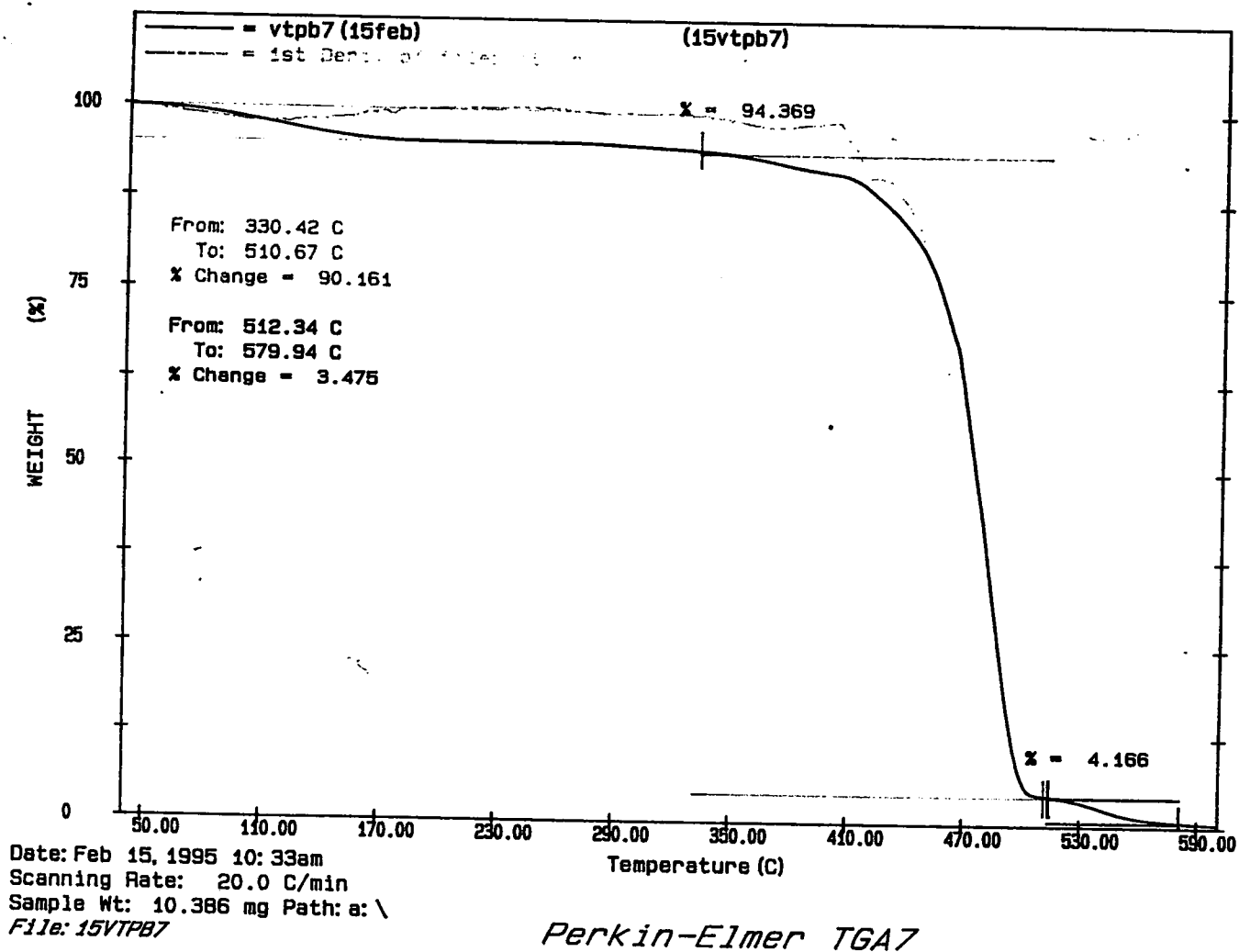
แสดงเทอร์โมแกรมของ  
แมคโครมोनอเมอร์ที่สภาวะต่างกัน



Date: Feb 02, 1995 4:06pm  
Scanning Rate: 20.0 C/min  
Sample Wt: 13.940 mg Path: a:\  
File: PB NIPON

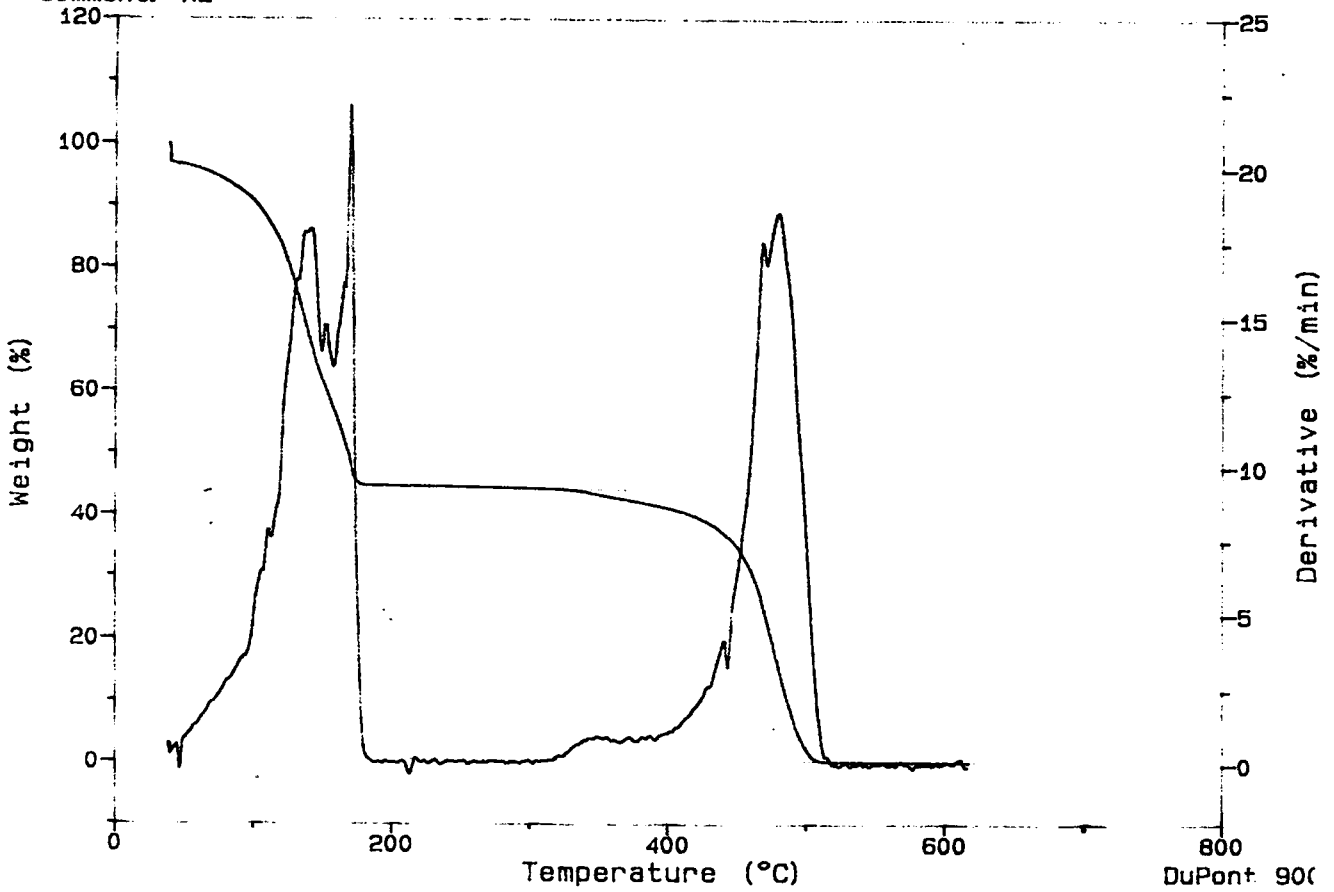
Perkin-Elmer TGA7

รูปที่ 1ง กราฟแสดงเทอร์โมแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ ๐,๐ ไฮดรอกซีเทอร์มินเนตเตต พอลิวิตะไดอิน(สารตั้งต้น)



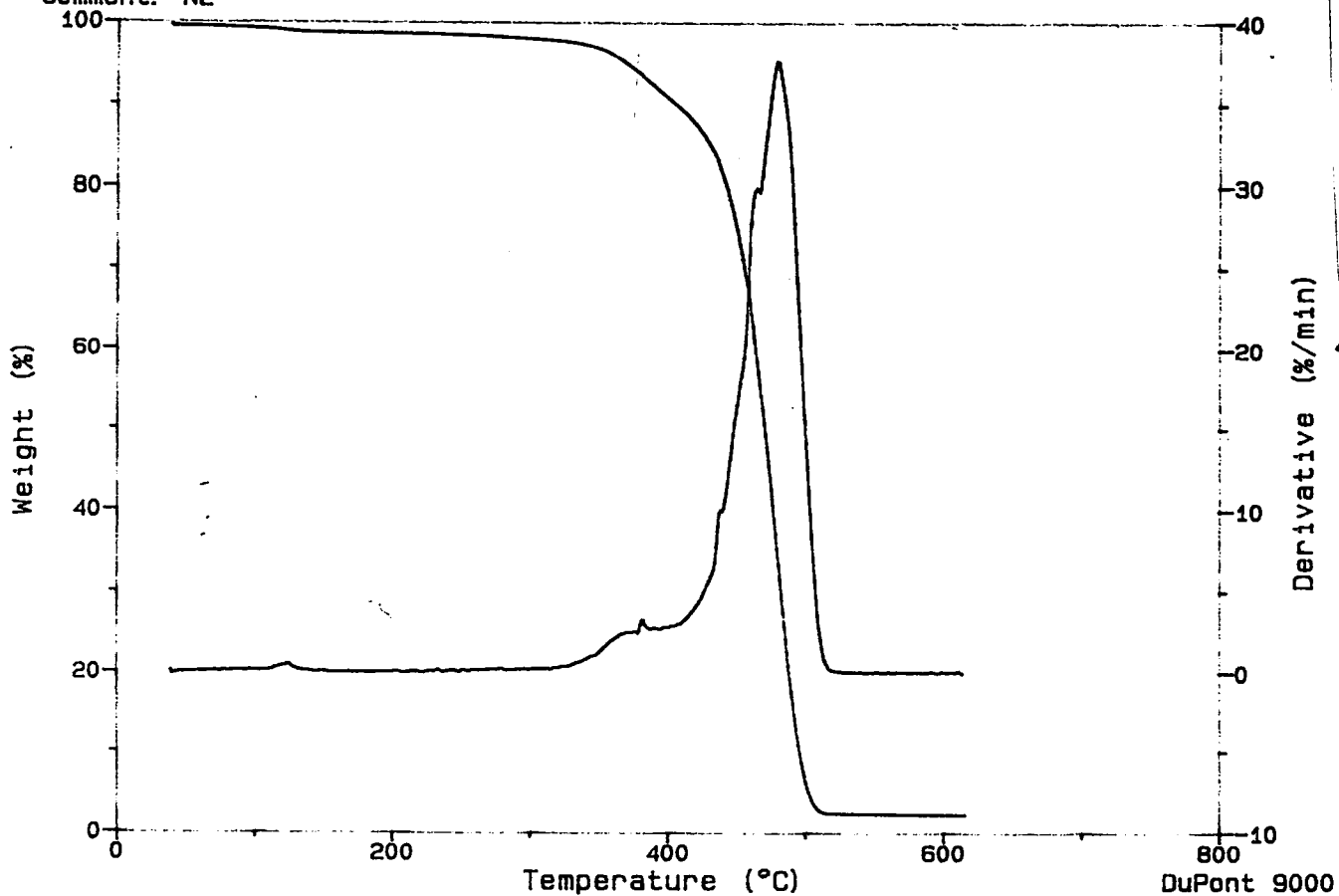
รูปที่ 2ง กราฟแสดงเทอร์มาโครแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ CC,0 อะครีโลลิส พอลิบิวตะไดอิน  
สถานะการทดลอง 7 ชม.

Sample: VTPB16A Run: 18  
Size: 13.6600 mg Kcell: 1.0000 TGA Operator: NID  
Method: VTPB16A  
Comment: N2



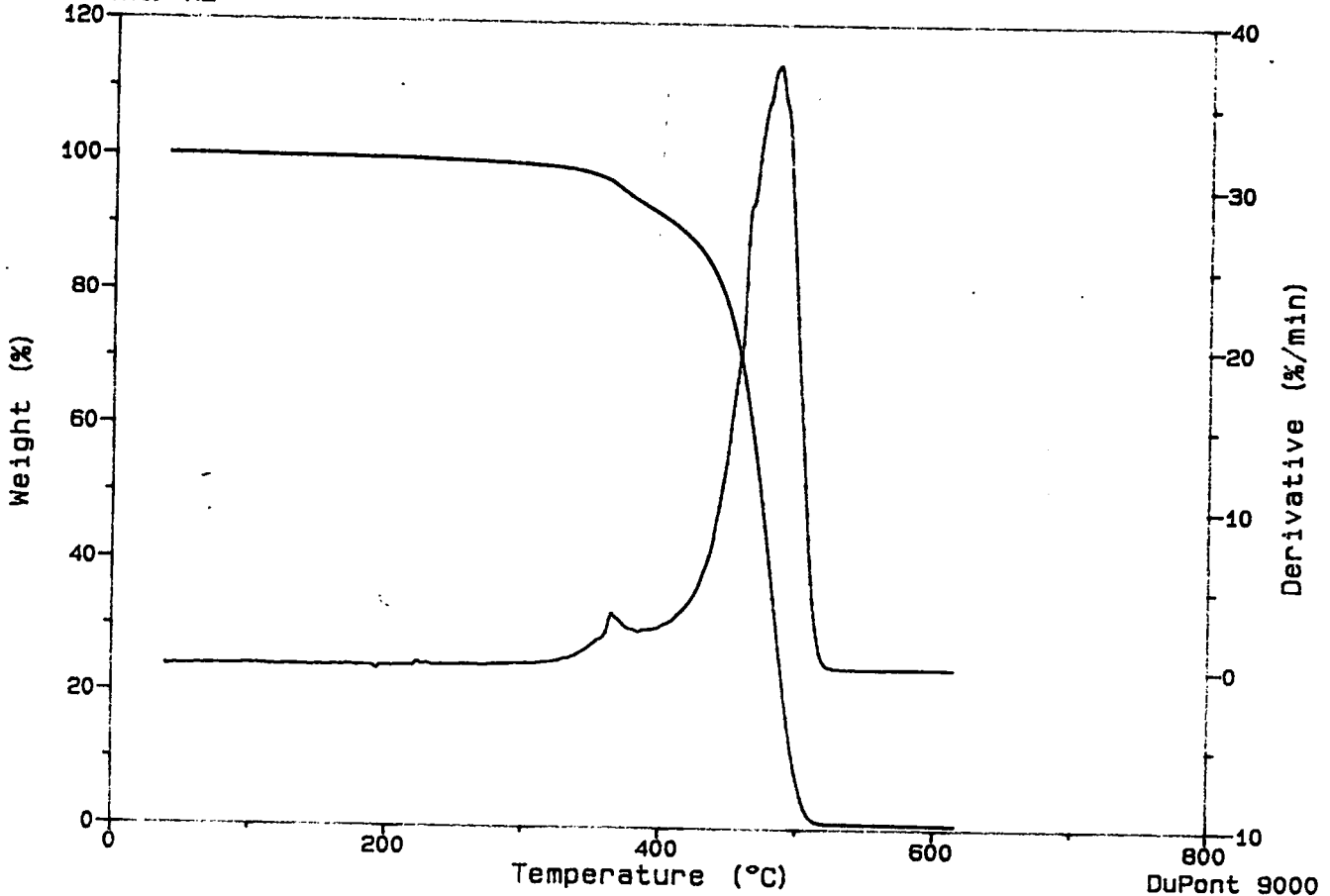
รูปที่ 3ง กราฟแสดงเทอร์มาโทกราฟรรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ OC, (W) อะครีโอดิส พอลิปีวตะไดอิน  
สภาวะการทดลอง 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา กรดซัลฟูริก 98 %

Sample: VTPB16B Run: 17  
Size: 15.8990 mg Kcell: 1.0000 TGA Operator: NID  
Method: VTPB16B  
Comment: N2

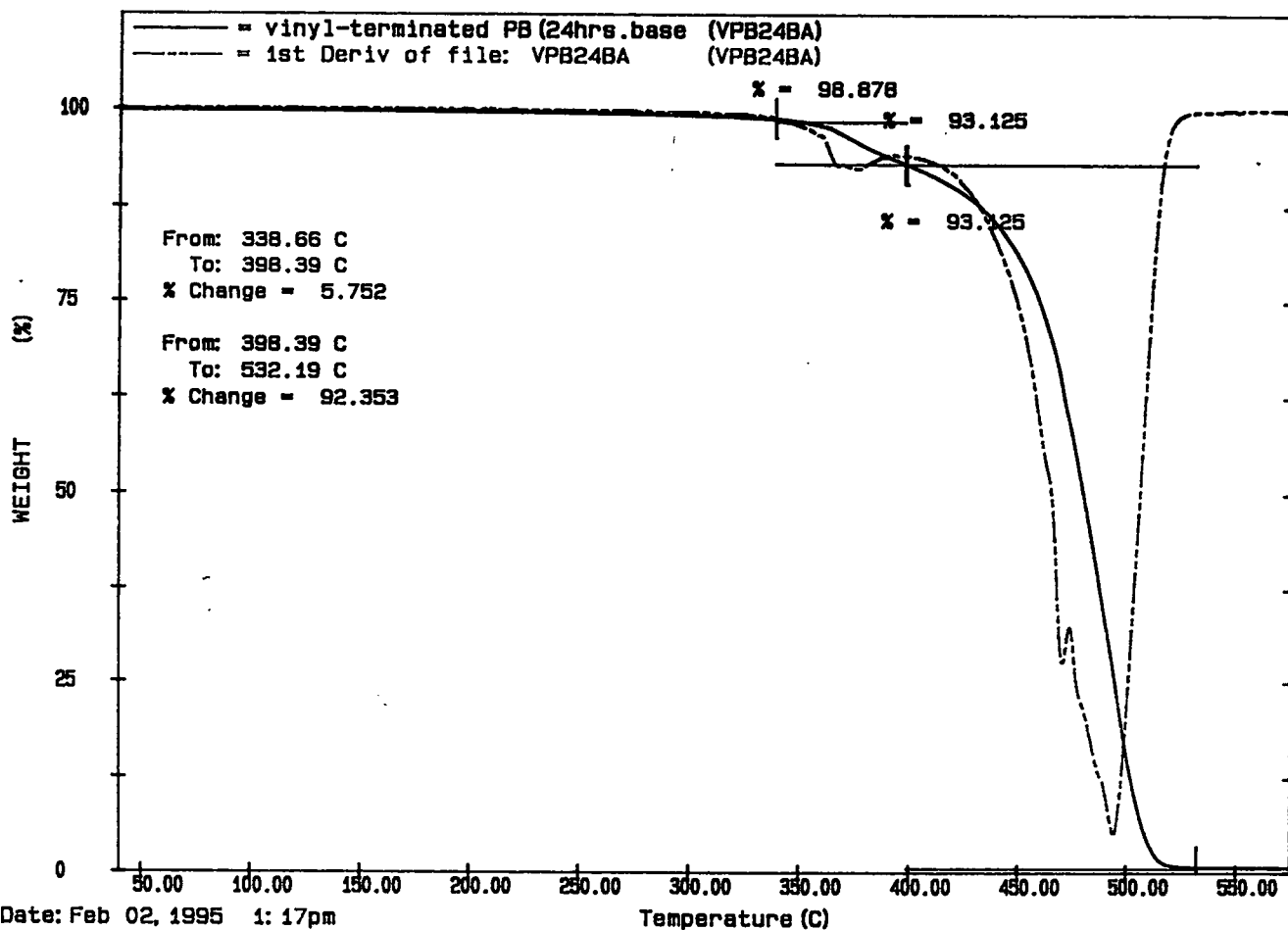


รูปที่ 4ง กราฟแสดงเทอร์มาโตแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ ๐๐,๐ อะครีโลอิด พอลิปีวตะไดอิน  
สภาวะการทดลอง 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา โซเดียมไฮดรอกไซด์

Sample: VTPB24A Run: 22  
Size: 25.4200 mg Kcell: 1.0000 TGA Operator: NID  
Method: VTPB24A  
Comment: N2



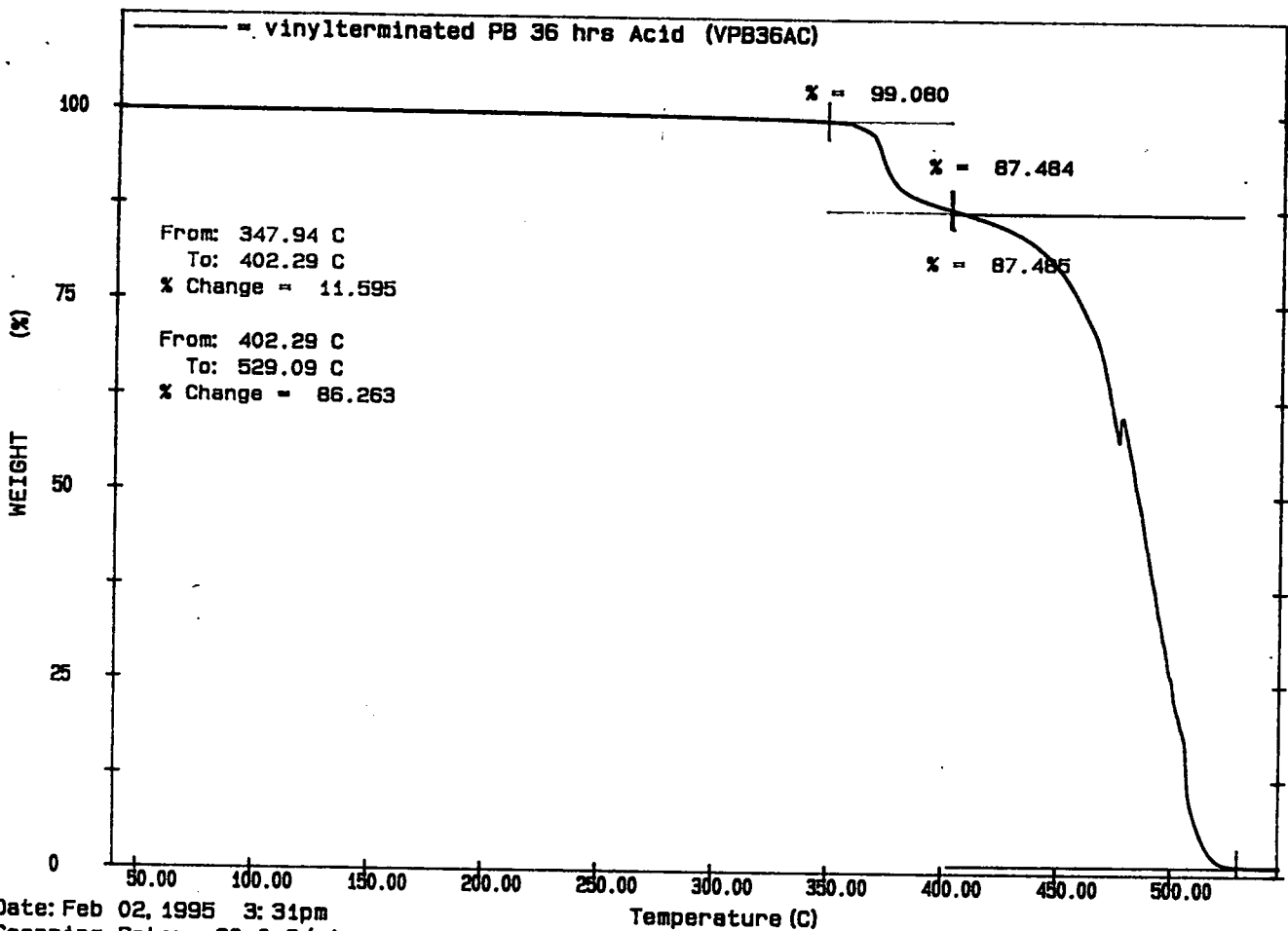
รูปที่ 5ง กราฟแสดงเทอร์มาโตแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ ๙,๐ อะครีโลล พอลิวิตะไดอิน  
สภาวะการทดลอง 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา กรดซัลฟูริก 98 %



Date: Feb 02, 1995 1: 17pm  
Scanning Rate: 20.0 C/min  
Sample Wt: 20.293 mg Path: a:\  
File: VPB24BA

Perkin-Elmer TGA7

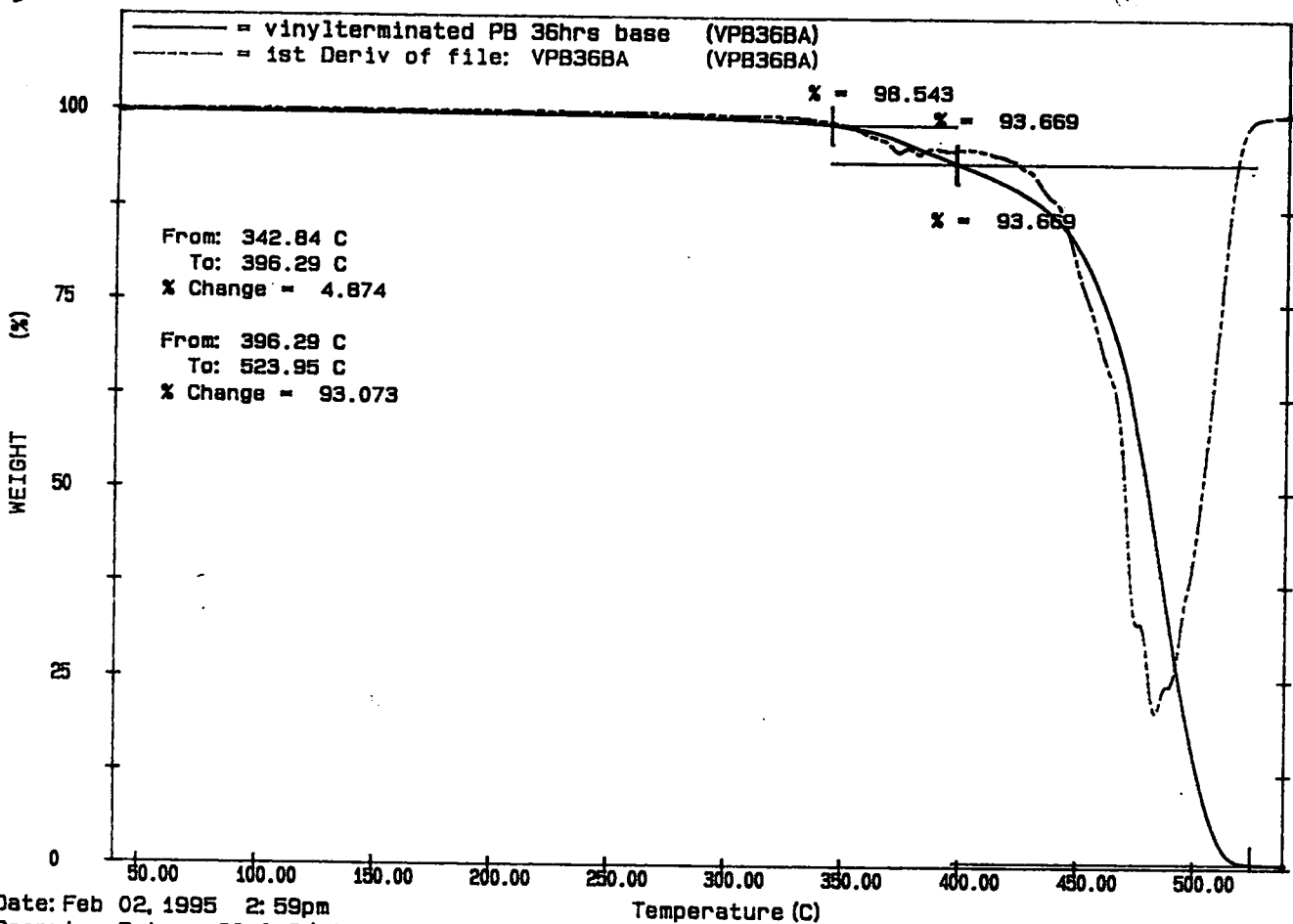
รูปที่ ๘๖ กราฟแสดงเทอร์โมกราฟีระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ ๐๐,๐ อะครีโลลิด พอลิวิตะไดอิน  
สภาวะการทดลอง 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา โซเดียมไฮดรอกไซด์



Date: Feb 02, 1995 3: 31pm  
Scanning Rate: 20.0 C/min  
Sample Wt: 37.916 mg Path: a:\  
File: VPB36AC NIPON

Perkin-Elmer TGA7

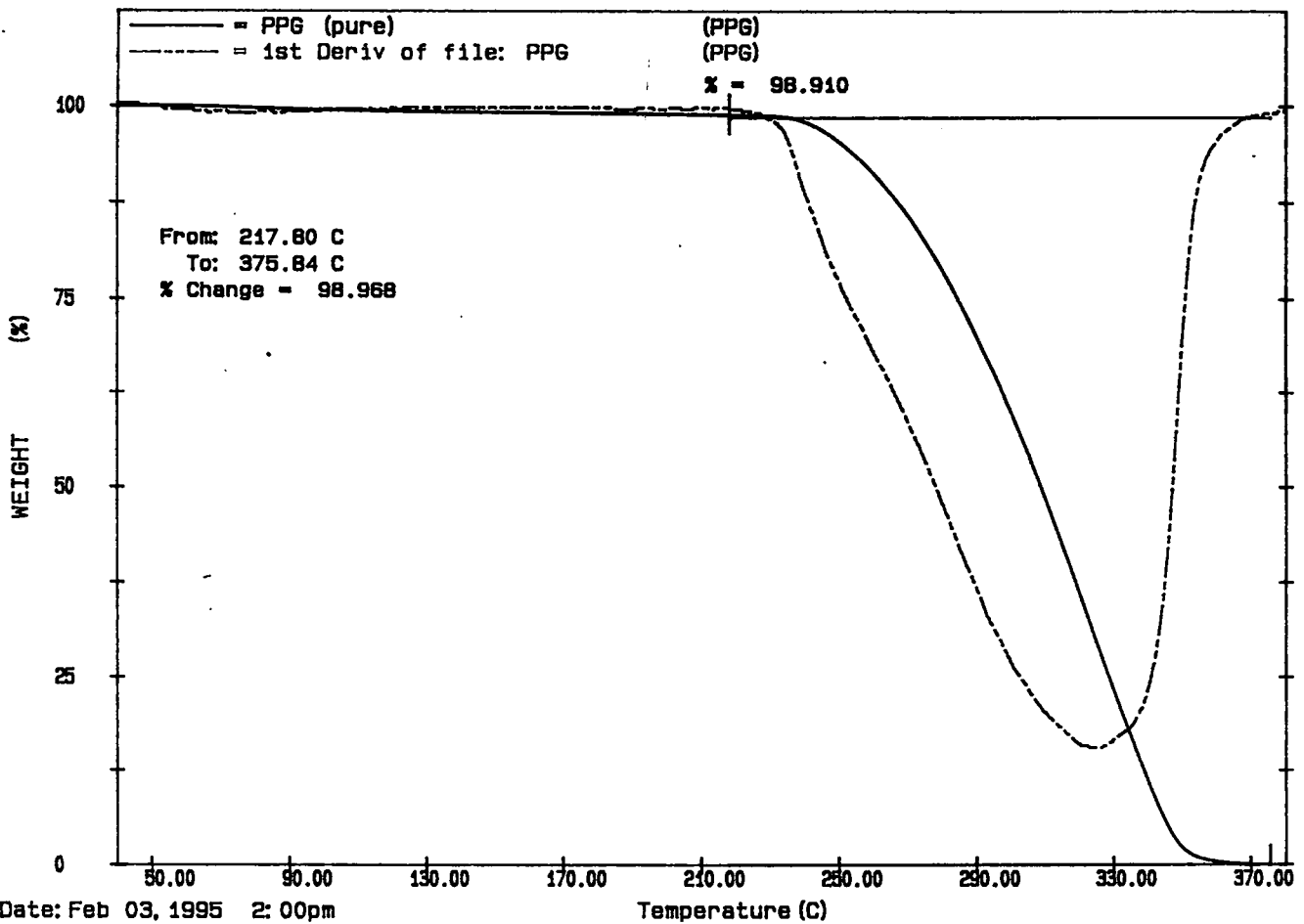
รูปที่ 7ง กราฟแสดงเทอร์โมแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ  $\alpha,\omega$  อะครีโลอิด พอลิปีวตะไดอิน  
สถานะการทดลอง 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา กรดซัลฟูริก 98 %



Date: Feb 02, 1995 2: 59pm  
Scanning Rate: 20.0 C/min  
Sample Wt: 18.342 mg Path: a: \  
File: VPB36BA NIPON

Perkin-Elmer TGA7

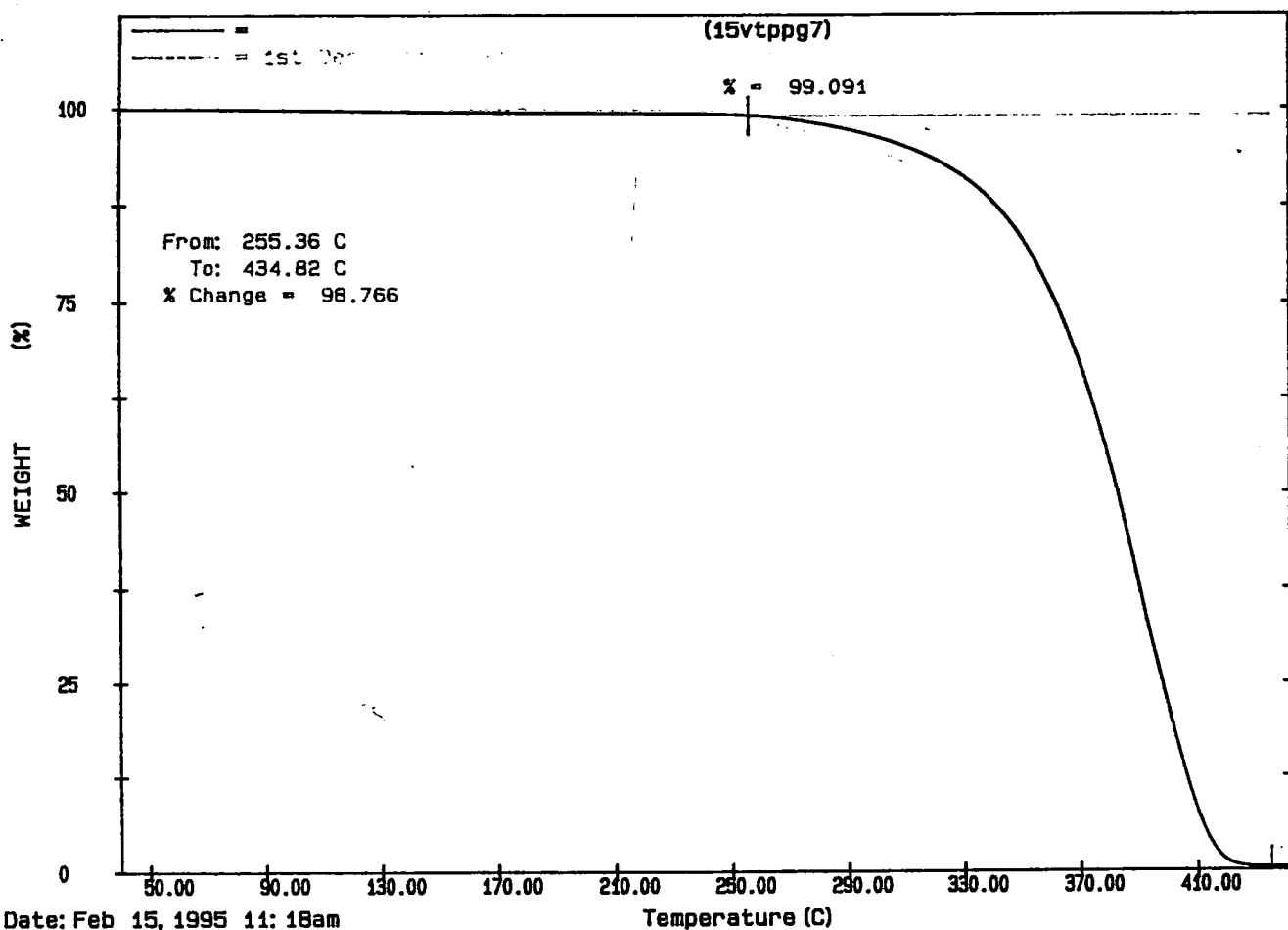
รูปที่ 8 กราฟแสดงเทอร์มาโทแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ ๙,๑ อะครีโลลิด พอลิวิตะไดอิน  
สถานะการทดลอง 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา โซเดียมไฮดรอกไซด์



Date: Feb 03, 1995 2:00pm  
Scanning Rate: 20.0 C/min  
Sample Wt: 9.787 mg Path: a:\  
File: PPG

Perkin-Elmer TGA7

รูปที่ ๑๖ กราฟแสดงเทอร์มาโครแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ ๐,๐ ไคโครกซีเทอร์มิเนตเตด พอลิพรอพิลีนไกลคอล(สารตั้งต้น)



Date: Feb 15, 1995 11: 18am  
Scanning Rate: 20.0 C/min  
Sample Wt: 21.099 mg Path: a:\  
File: 15VTPG7

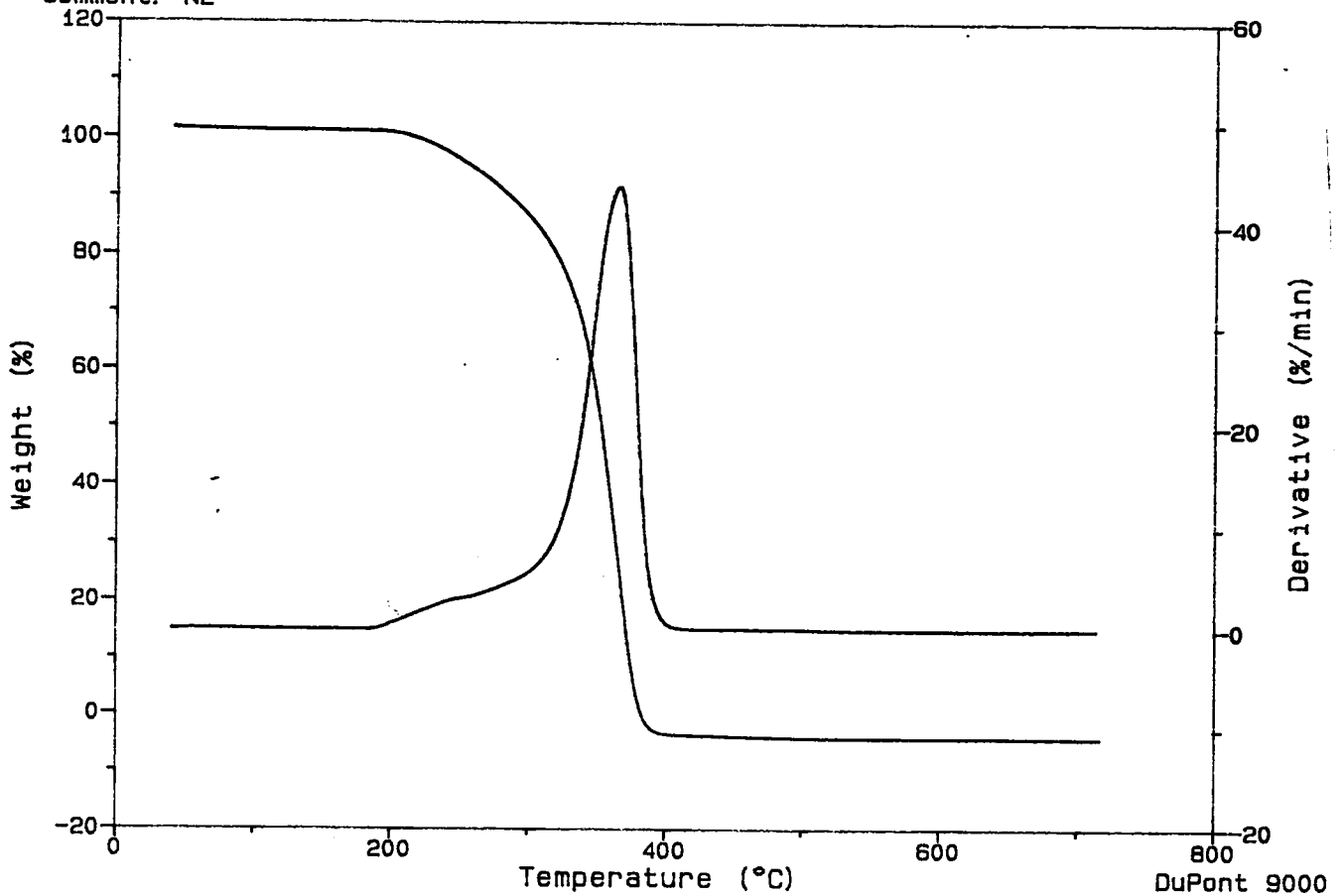
Perkin-Elmer TGA7

รูปที่ 10ง กราฟแสดงเทอร์มาโตแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ ๐๐,๐๐ อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีนไกลคอล  
สถานะการทดลอง 7 ชม.

Sample: VTPPG16A  
Size: 15.6480 mg Kcell: 1.0000  
Method: VTPPG16A  
Comment: N2

TGA

Run: 15  
Operator: NID



รูปที่ 11ง กราฟแสดงเทอร์มาโครแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ ๙,๑ อะครีโลล พอลิพรอพิลีนไกลคอล  
สภาวะการทดลอง 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา กรดซัลฟูริก 98 %

Sample: VTPPG16B

Run: 20

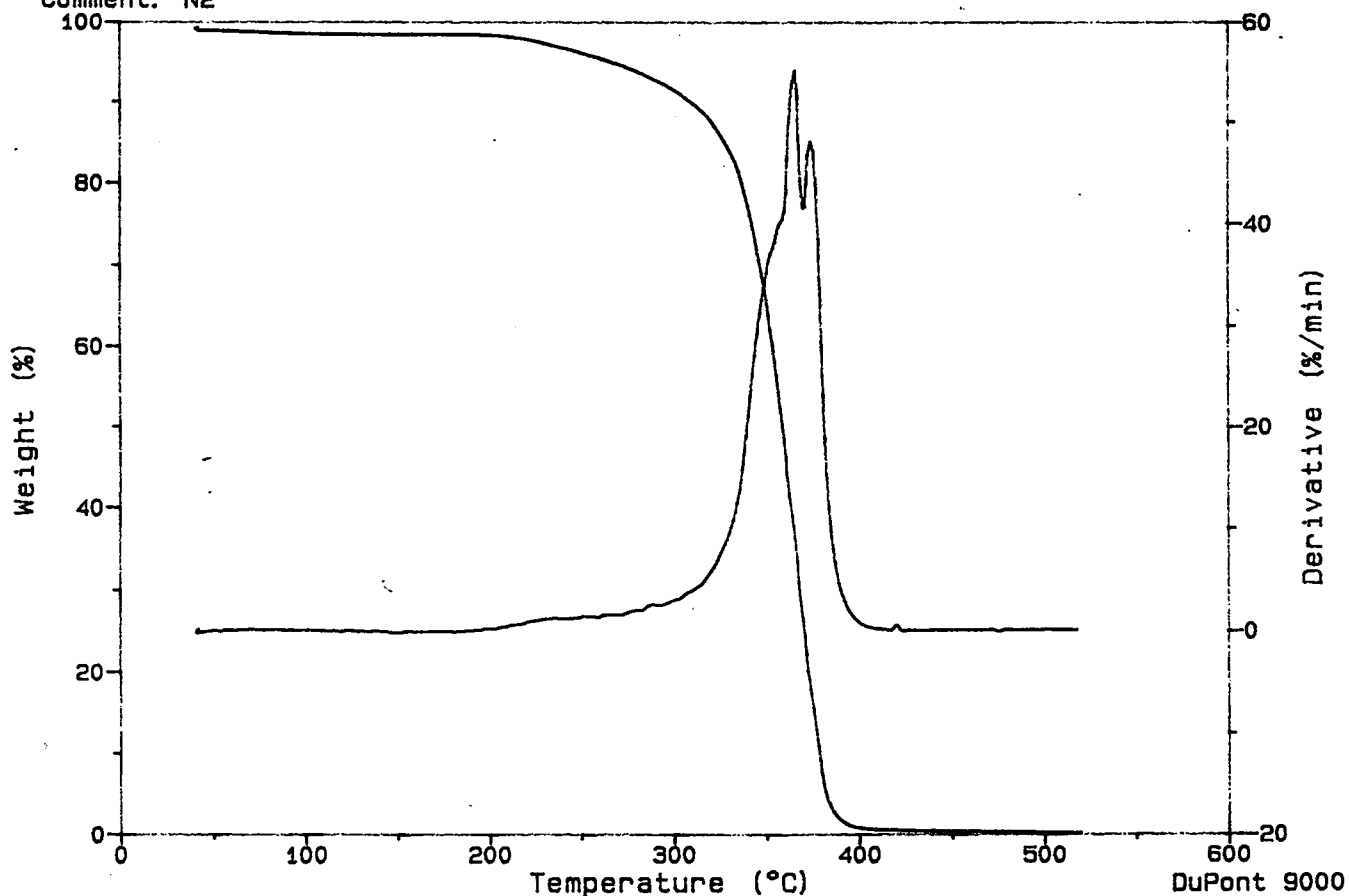
Size: 23.3700 mg Kcell: 1.0000

TGA

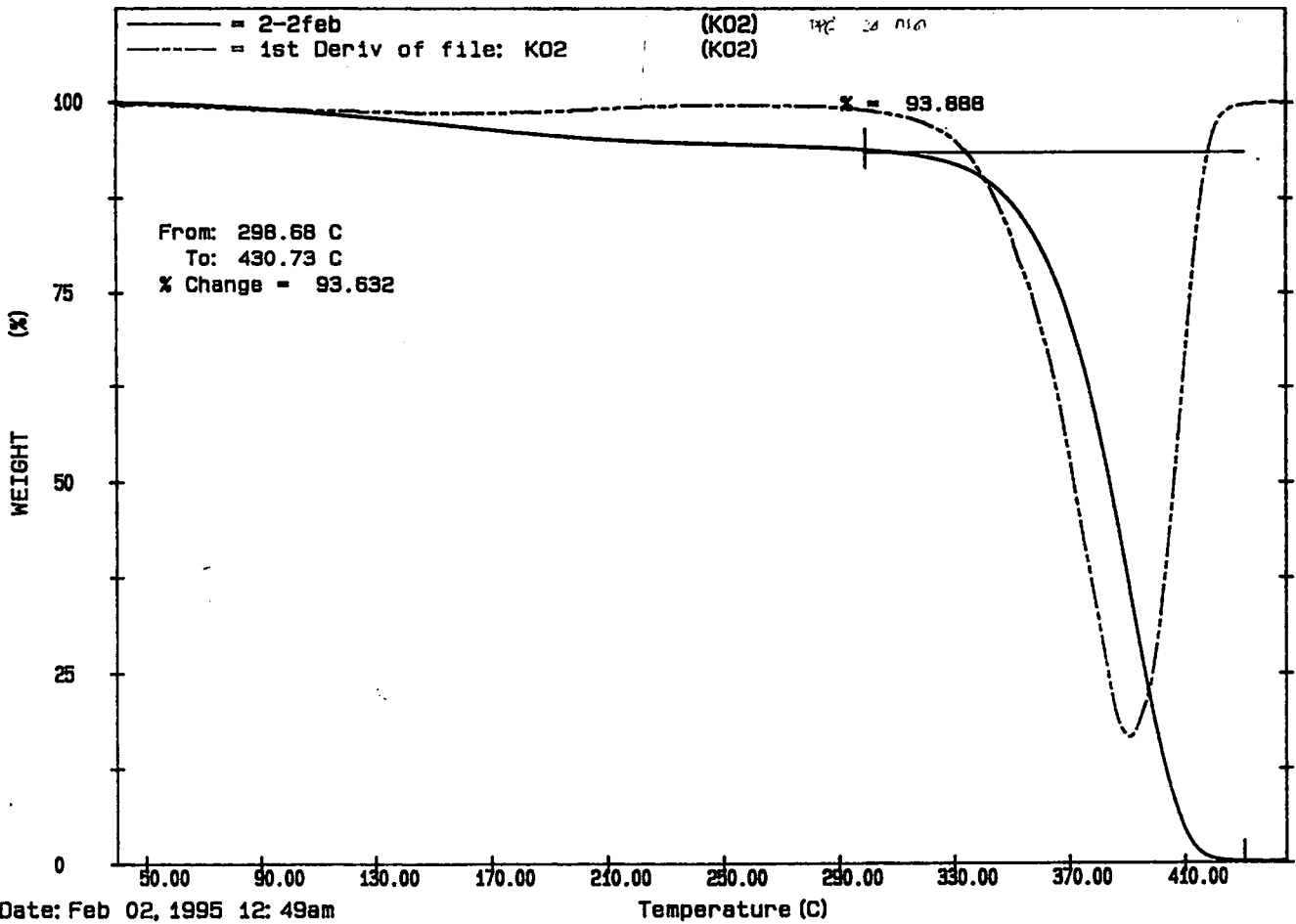
Operator: NID

Method: VTPPG16B

Comment: N2



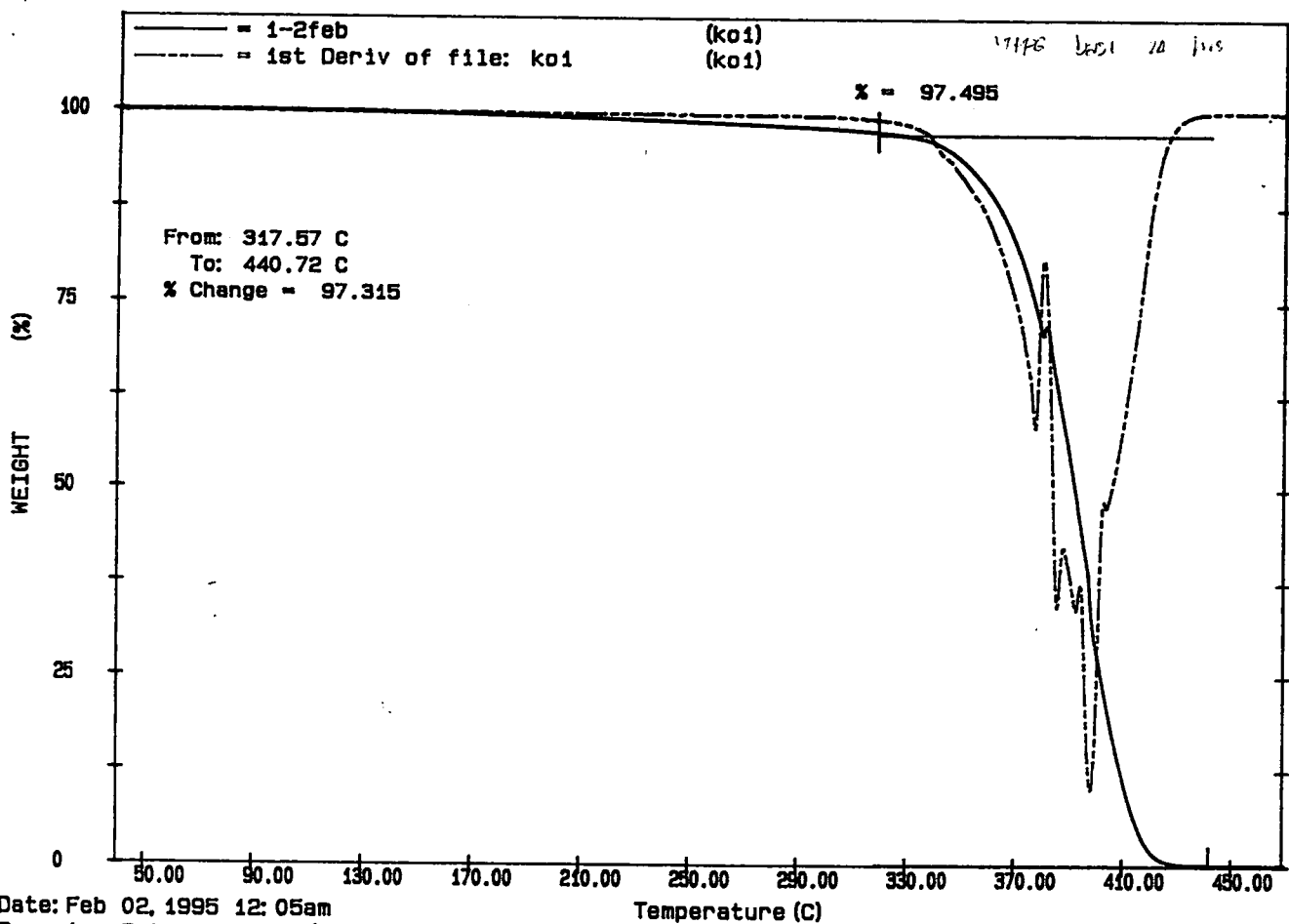
รูปที่ 12ง กราฟแสดงเทอร์มาโตแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ ๐๐,๑ อะคริไลด พอลิพรอพิลีนไกลคอล  
สภาวะการทดลอง 16 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา โซเดียมไฮดรอกไซด์



Date: Feb 02, 1995 12: 49am  
Scanning Rate: 20.0 C/min  
Sample Wt: 17.668 mg Path: a: \  
File: K02

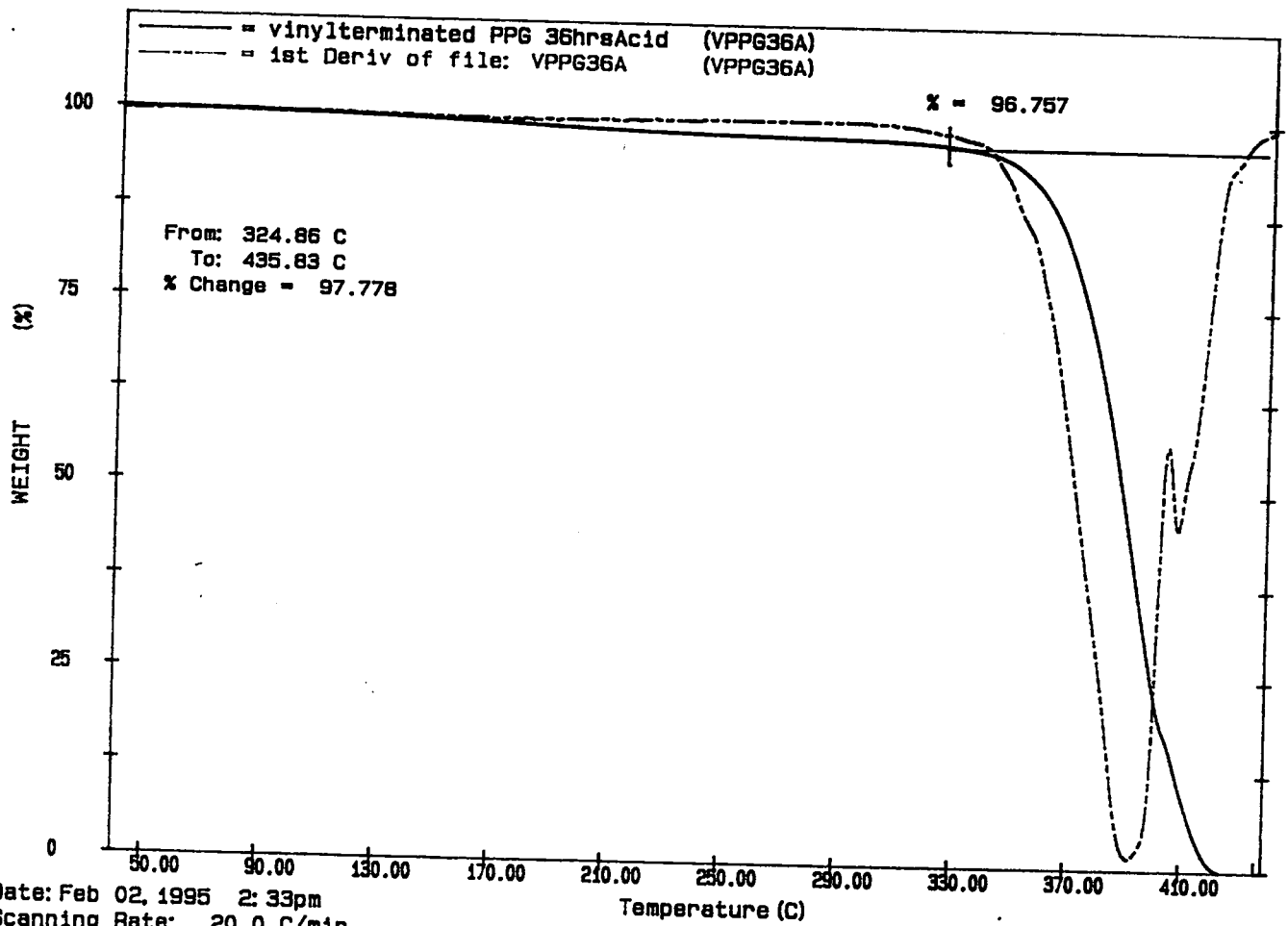
Perkin-Elmer TGA7

รูปที่ 183 กราฟแสดงเทอร์มาโตแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ ๐๘,๐ อะครีโลลิด พอลิพรอพิลีนไกลคอล  
สถานะการทดลอง 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา กรดซัลฟูริก 98 %



Perkin-Elmer TGA7

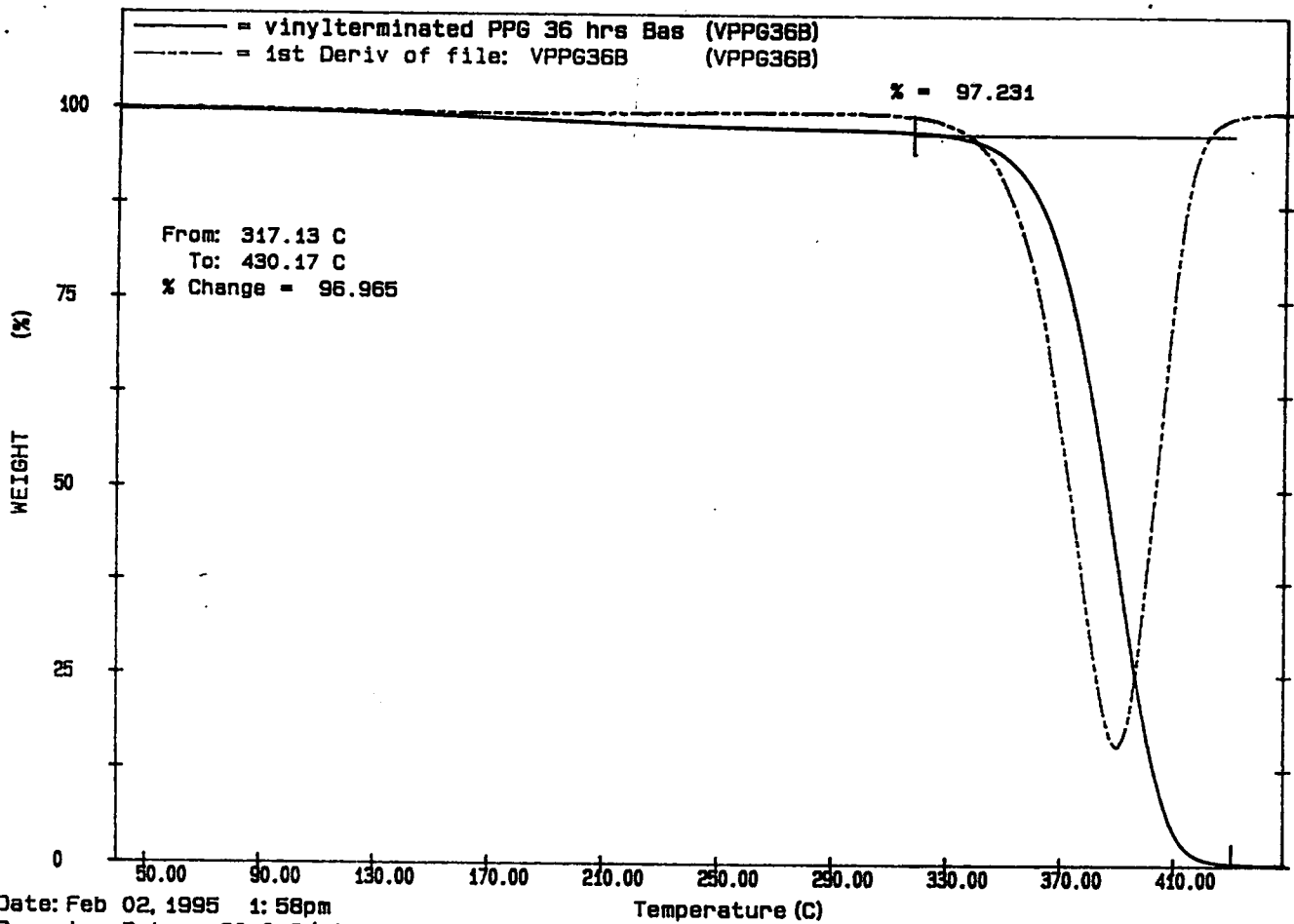
รูปที่ 14ง กราฟแสดงเทอร์มาโตแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ  $\alpha, \omega$  อะคริไลด์ พอลิพรอพิลีนไกลคอล  
สภาวะการทดลอง 24 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา โซเดียมไฮดรอกไซด์



Date: Feb 02, 1995 2: 33pm  
Scanning Rate: 20.0 C/min  
Sample Wt: 19.688 mg Path: a: \  
File: VPPG36A NIPON

Perkin-Elmer TGA7

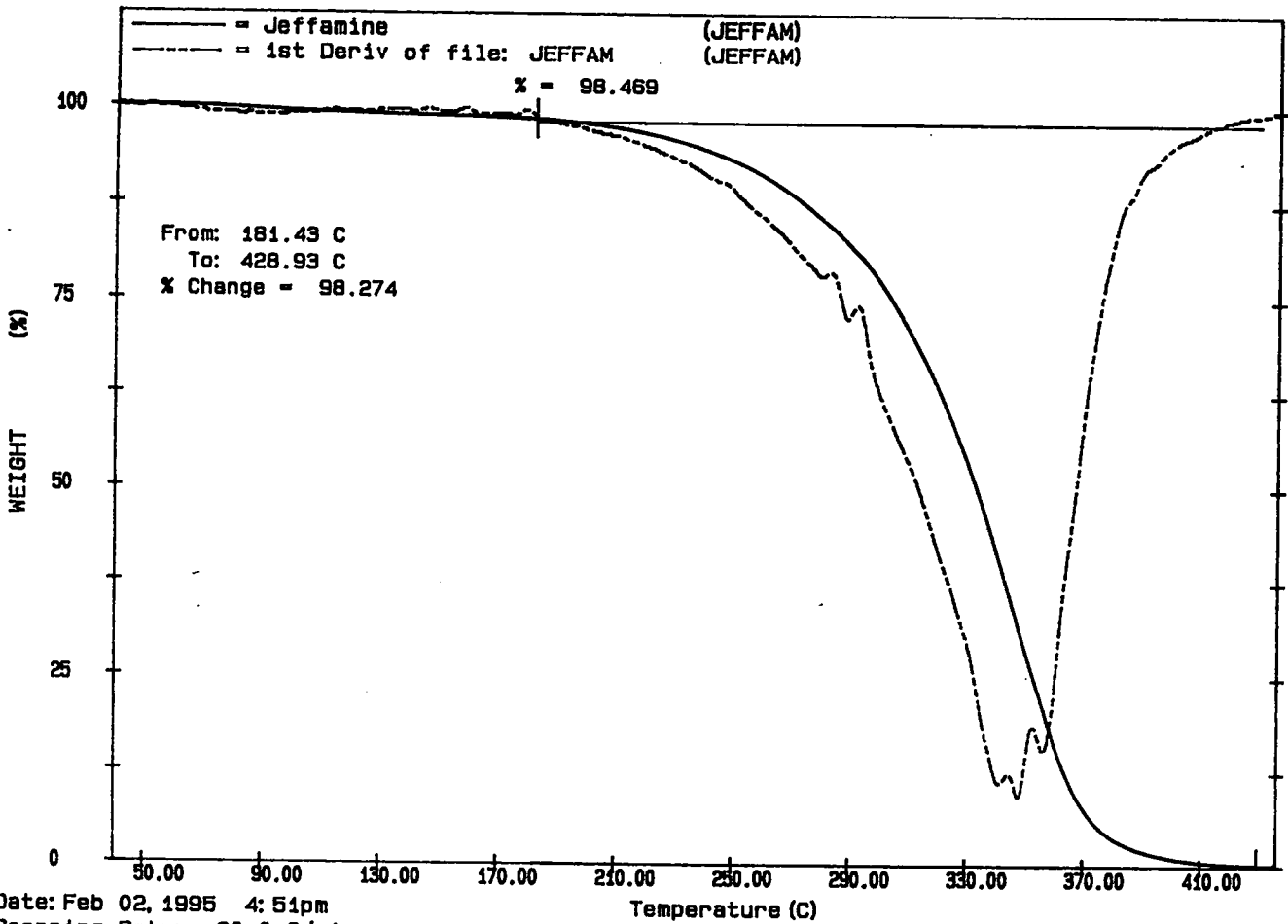
รูปที่ 15ง กราฟแสดงเทอร์โมแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ CC, (D) อะครีโลลิส พอลิพรอพิลีนไกลคอล  
สภาวะการทดลอง 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา กรดซัลฟูริก 98 %



Date: Feb 02, 1995 1: 58pm  
Scanning Rate: 20.0 C/min  
Sample Wt: 23.236 mg Path: a: \  
File: VPPG36B NIPON

Perkin-Elmer TGA7

รูปที่ 16ง กราฟแสดงเทอร์มาโทแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ  $\alpha, \omega$  อะคริไลด์ พอลิพรอพิลีนไกลคอล  
สภาวะการทดลอง 36 ชม. ตัวเร่งปฏิกิริยา โซเดียมไฮดรอกไซด์



Date: Feb 02, 1995 4: 51pm  
Scanning Rate: 20.0 C/min  
Sample Wt: 15.990 mg Path: a: \  
File: JEFFAM NIPON

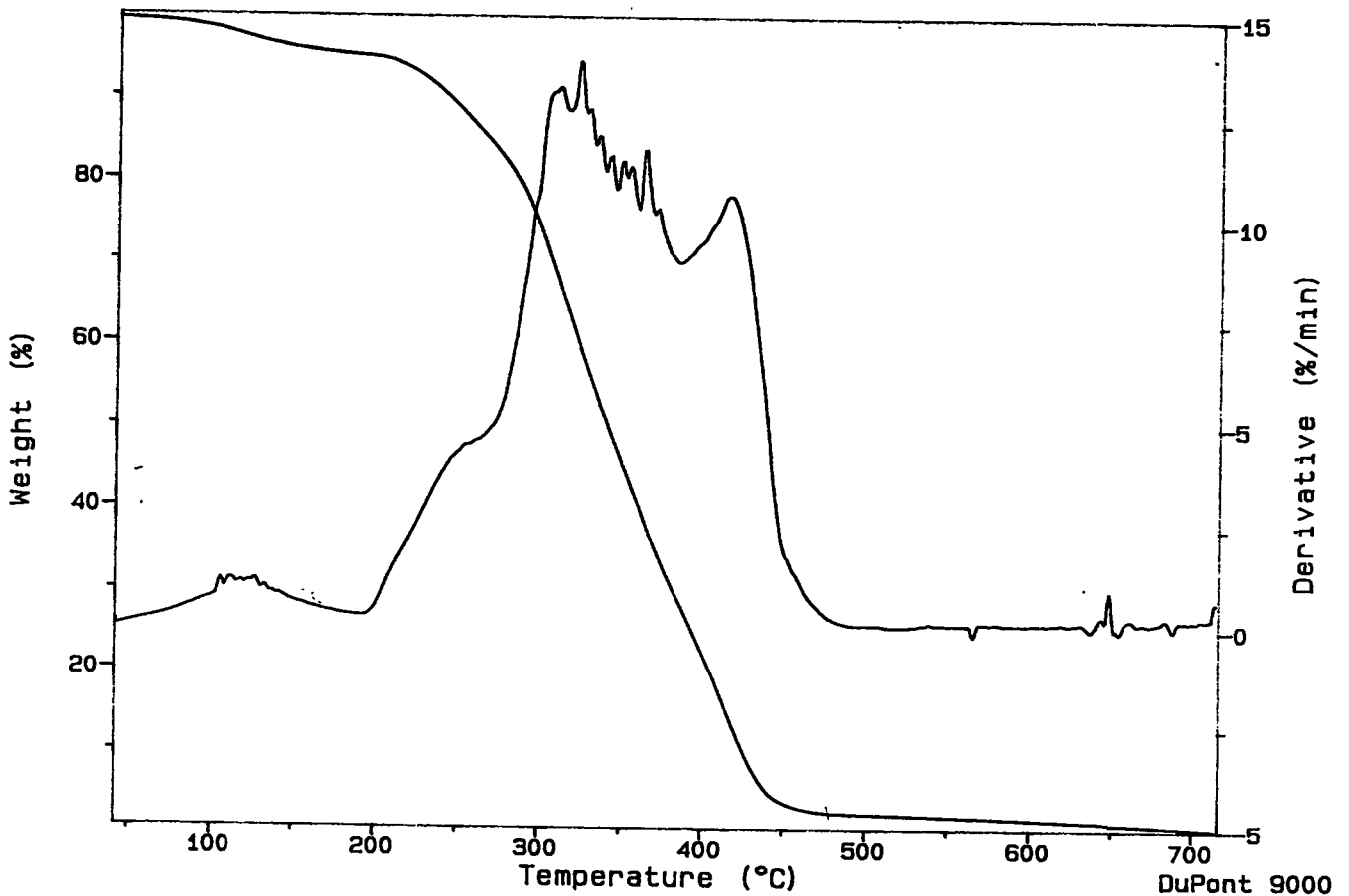
Perkin-Elmer TGA7

รูปที่ 17ง กราฟแสดงเทอร์มาโตแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ โอลีโอ-บิส-(2-อะมิโนพโรพิล)พอลิพรอพิลีนไกลคอล(สารตั้งต้น)

Sample: JEFF7  
Size: 28.2870 mg Kcell: 1.0000  
Method: JEFF7  
Comment: N2

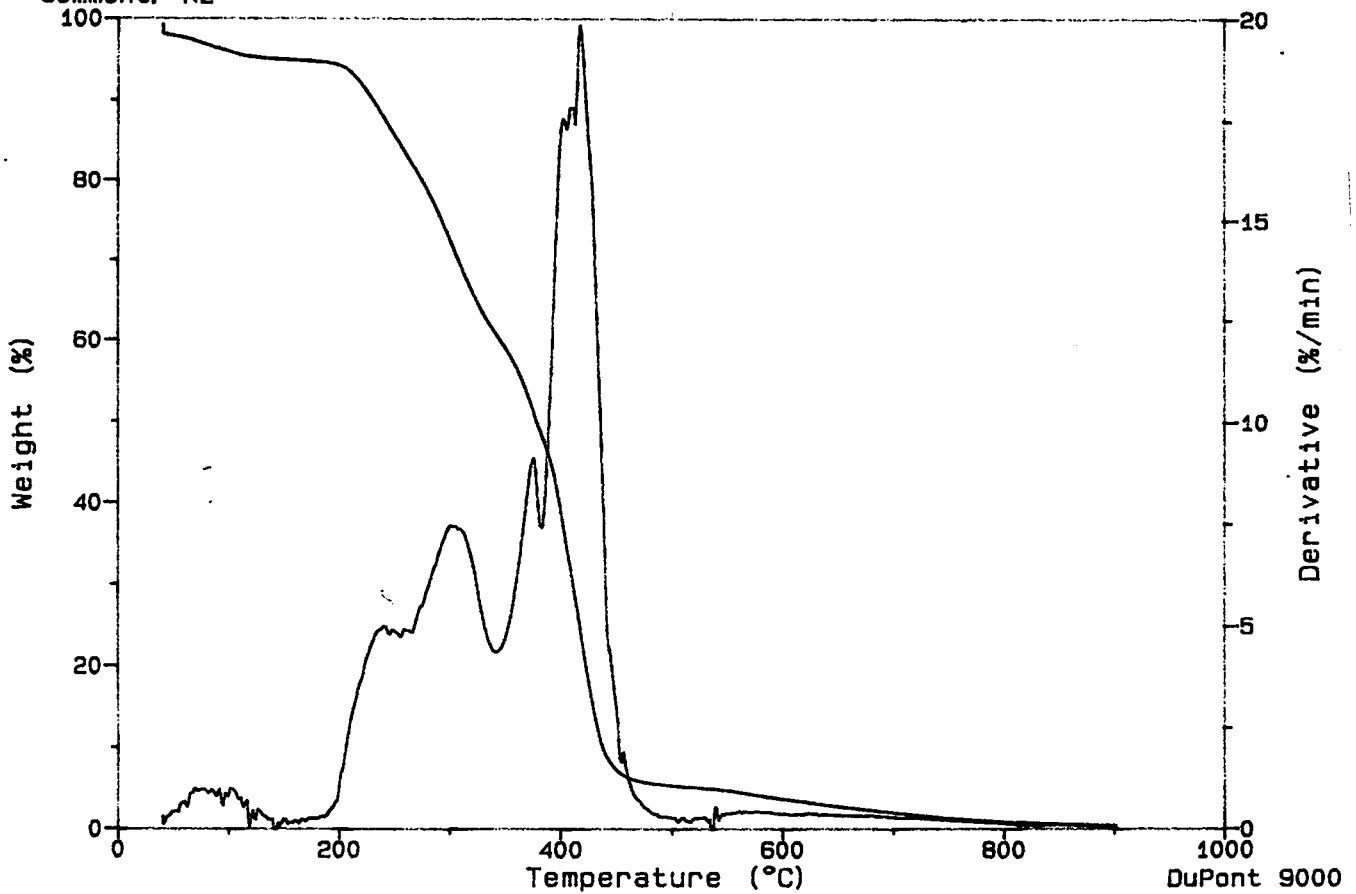
TGA

Run: 10  
Operator: KIM



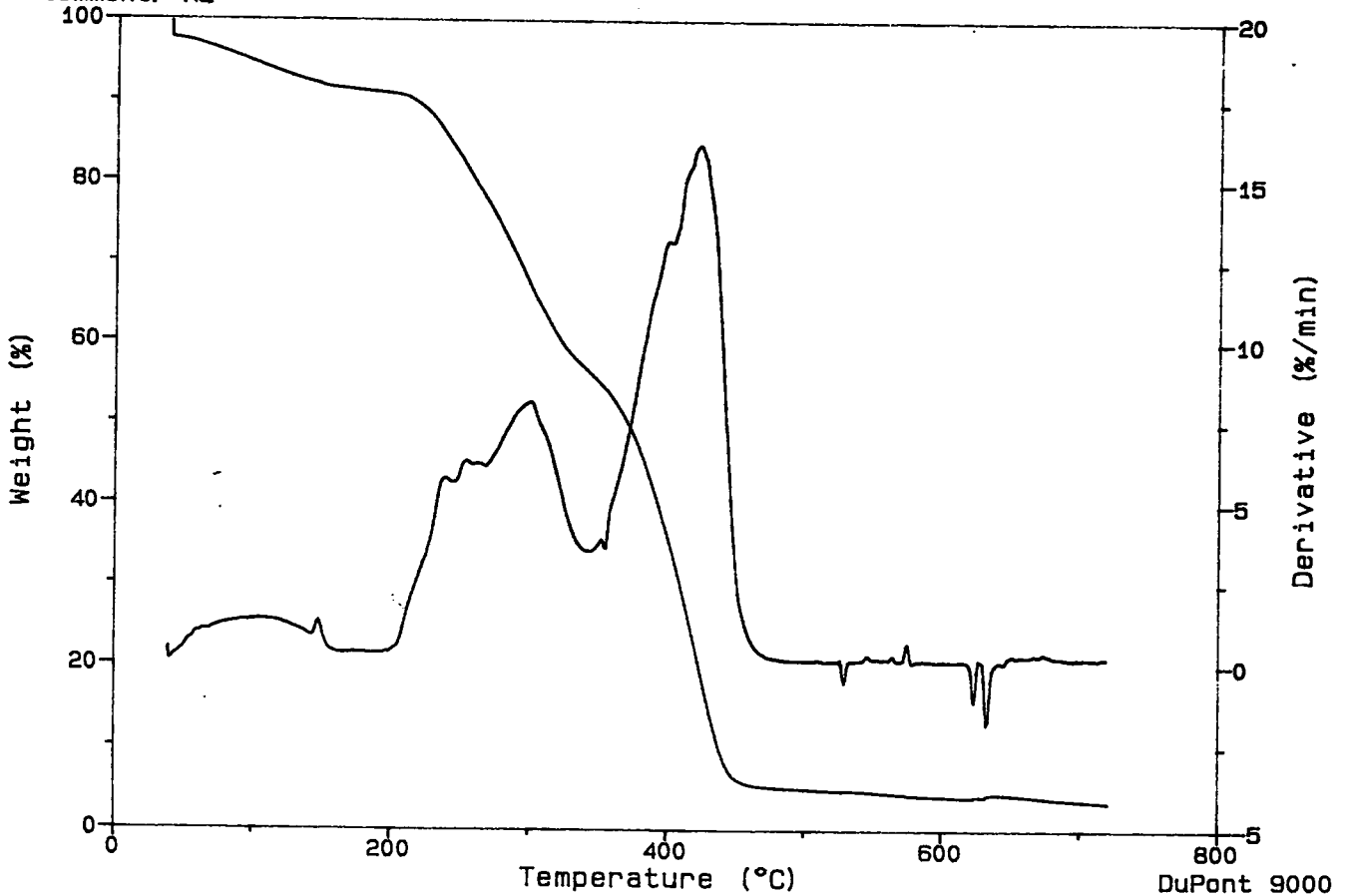
รูปที่ 18ง กราฟแสดงเทอร์มาโตแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ เอ็น,เอ็น-อะครีโลลิด-โอ,โอ-บิส-(2-อะมิโนพโรพิล)พอลิพโรพิลีนไกลคอล  
สภาวะการทดลอง 7 ชม.

Sample: VTJEFF16A Run: 21  
Size: 16.2270 mg Kcell: 1.0000 TGA Operator: NID  
Method: VTJEFF16A  
Comment: N2



รูปที่ 19ง กราฟแสดงเทอร์มาโตแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ เอ็น,เอ็น-อะคริไลด-โอ,โอ-บิส-(2-อะมิโนพรอดิล)พอลิพรอพิลีนไกลคอล  
สภาวะการทดลอง 16 ชม. กรดซัลฟูริก 98%

Sample: JEFF16B Run: 14  
Size: 16.2790 mg Kcell: 1.0000 TGA Operator: NID  
Method: JEFF16B  
Comment: N2



รูปที่ 20ง กราฟแสดงเทอร์มาโครแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ เอ็น,เอ็น-อะคริไลด-โอ,โอ-บิส-(2-อะมิโนพรอดิล)พอลิพรอดิลีนไกลคอล  
สภาวะการทดลอง 16 ชม. โซเดียมไฮดรอกไซด์

Sample: JEFF24A

Size: 14.6980 mg Kcell: 1.0000

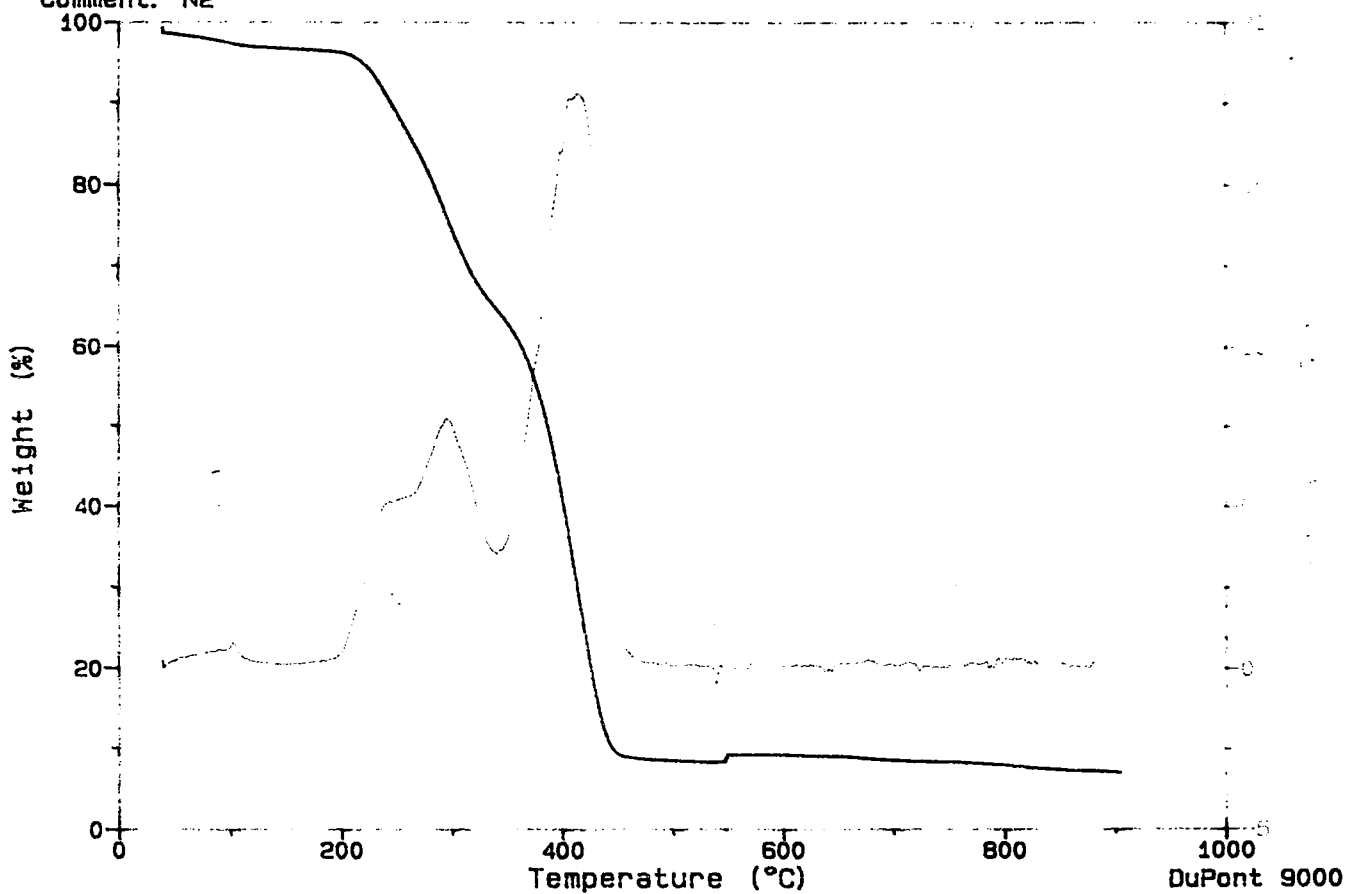
Method: JEFF24A

Comment: N2

Run: 16

TGA

Operator: NID

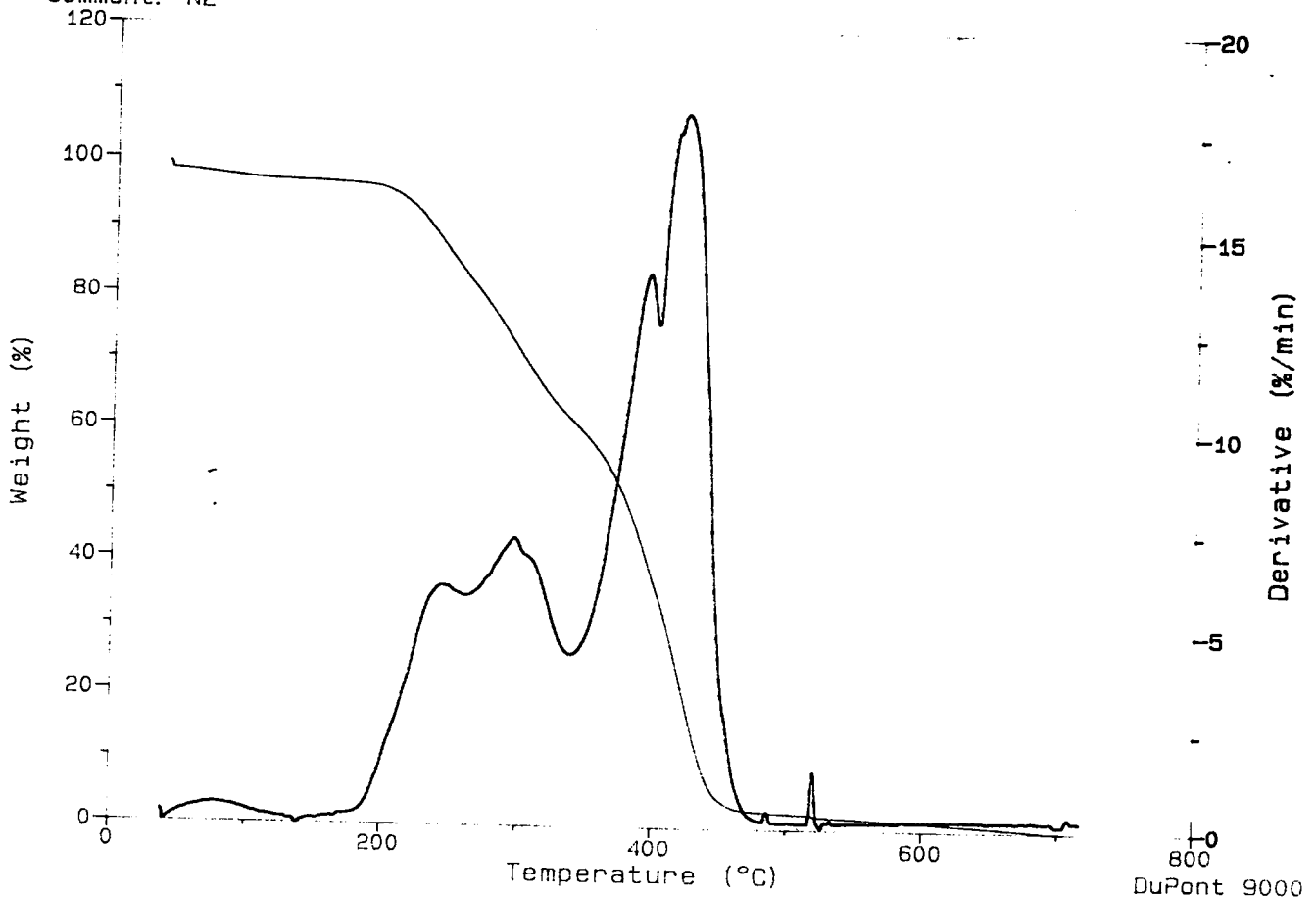


รูปที่ 21ง กราฟแสดงเทอร์มาโทกราฟรรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
 ของ เอ็น,เอ็น-อะครีโลล-โอ,โอ-บิส-(2-อะมิโนพโรพิล)พอลิพโรพิลีนไกลคอล  
 สภาวะการทดลอง 24 ชม. กรดซัลฟูริก 98%

Sample: JEFF24B  
Size: 19.3990 mg Kcell: 1.0000  
Method: JEFF24B  
Comment: N2

Run: 13  
Operator: NID

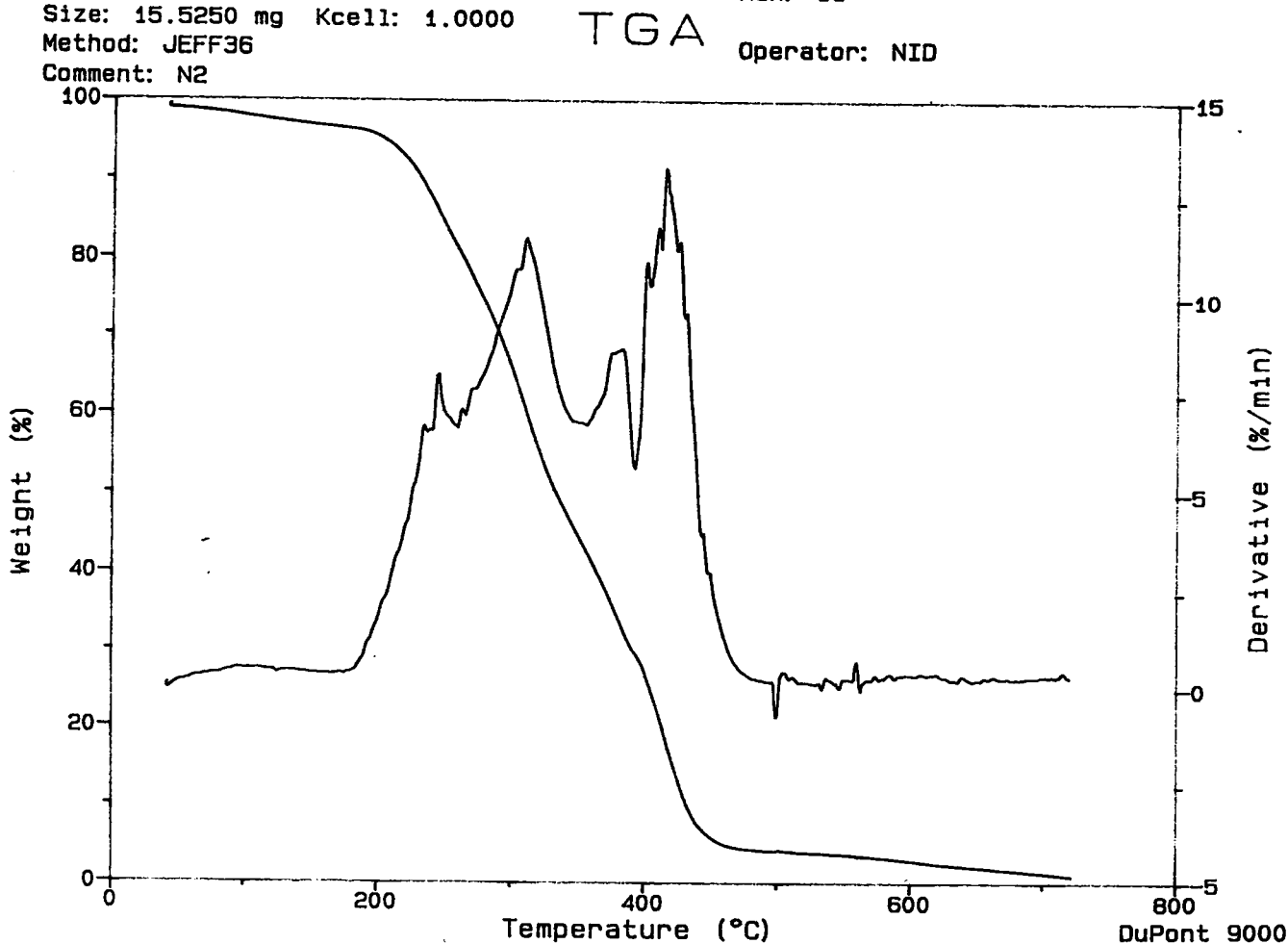
TGA



รูปที่ 22ง กราฟแสดงเทอร์มาโตแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ เอ็น,เอ็น-อะครีโลล-โอ,โอ-บิส-(2-อะมิโนพโรพิล)พอลิพโรพิลีนไกลคอล  
สภาวะการทดลอง 24 ชม. โนเดียมไฮดรอกไซด์

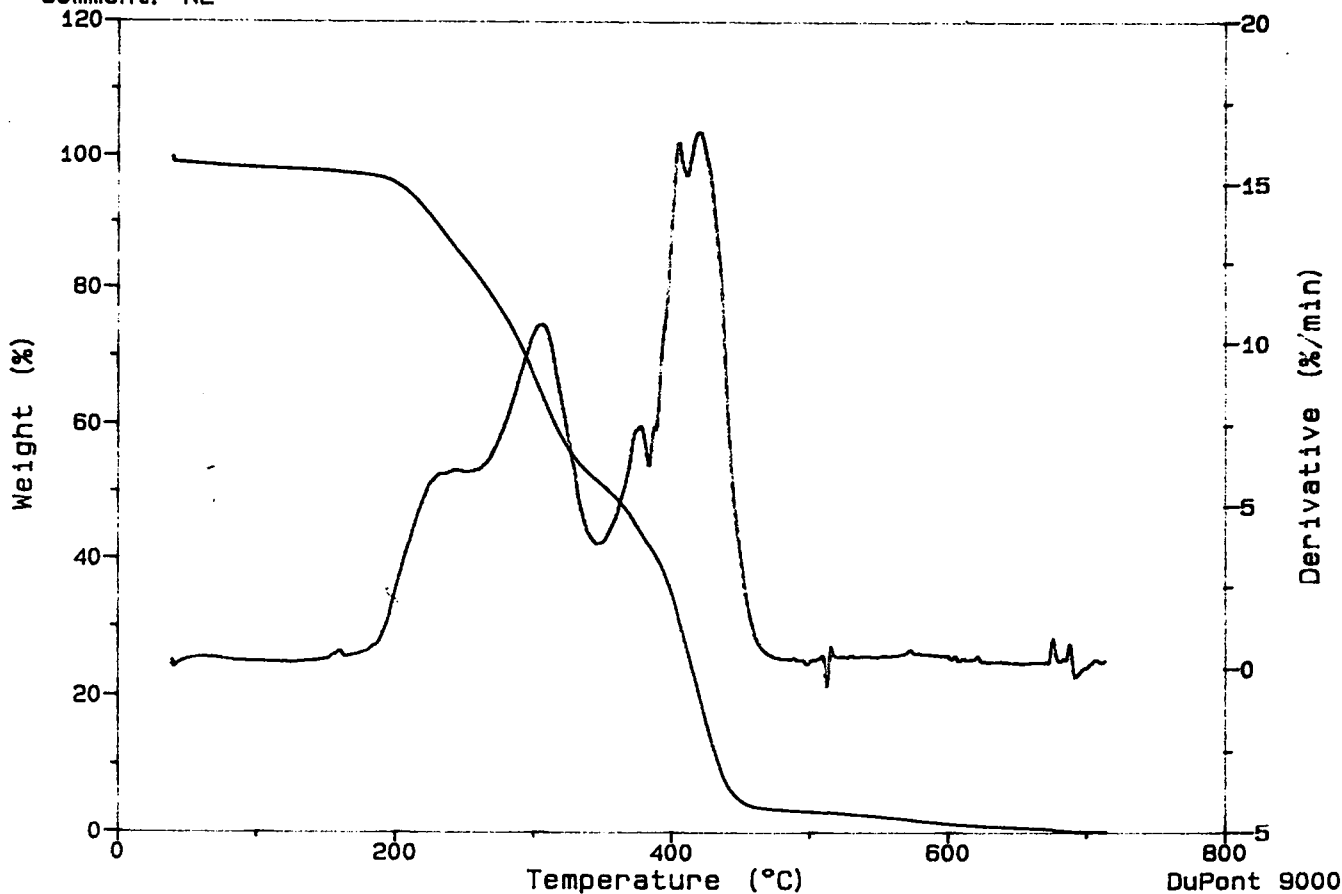
Sample: JEFF36  
Size: 15.5250 mg Kcell: 1.0000  
Method: JEFF36  
Comment: N2

Run: 11  
Operator: NID



รูปที่ 283 กราฟแสดงเทอร์โมกราฟีระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ เอ็น,เอ็น-อะคริไลด-โอ,โอ-บิส-(2-อะมิโนพรอดิล)พอลิพรอดิลีนไกลคอล  
สภาวะการทดลอง 36 ชม. กรดซัลฟูริก 98%

Sample: JEFF36B Run: 12  
Size: 16.1940 mg Kcell: 1.0000 TGA Operator: NID  
Method: JEFF36B  
Comment: N2

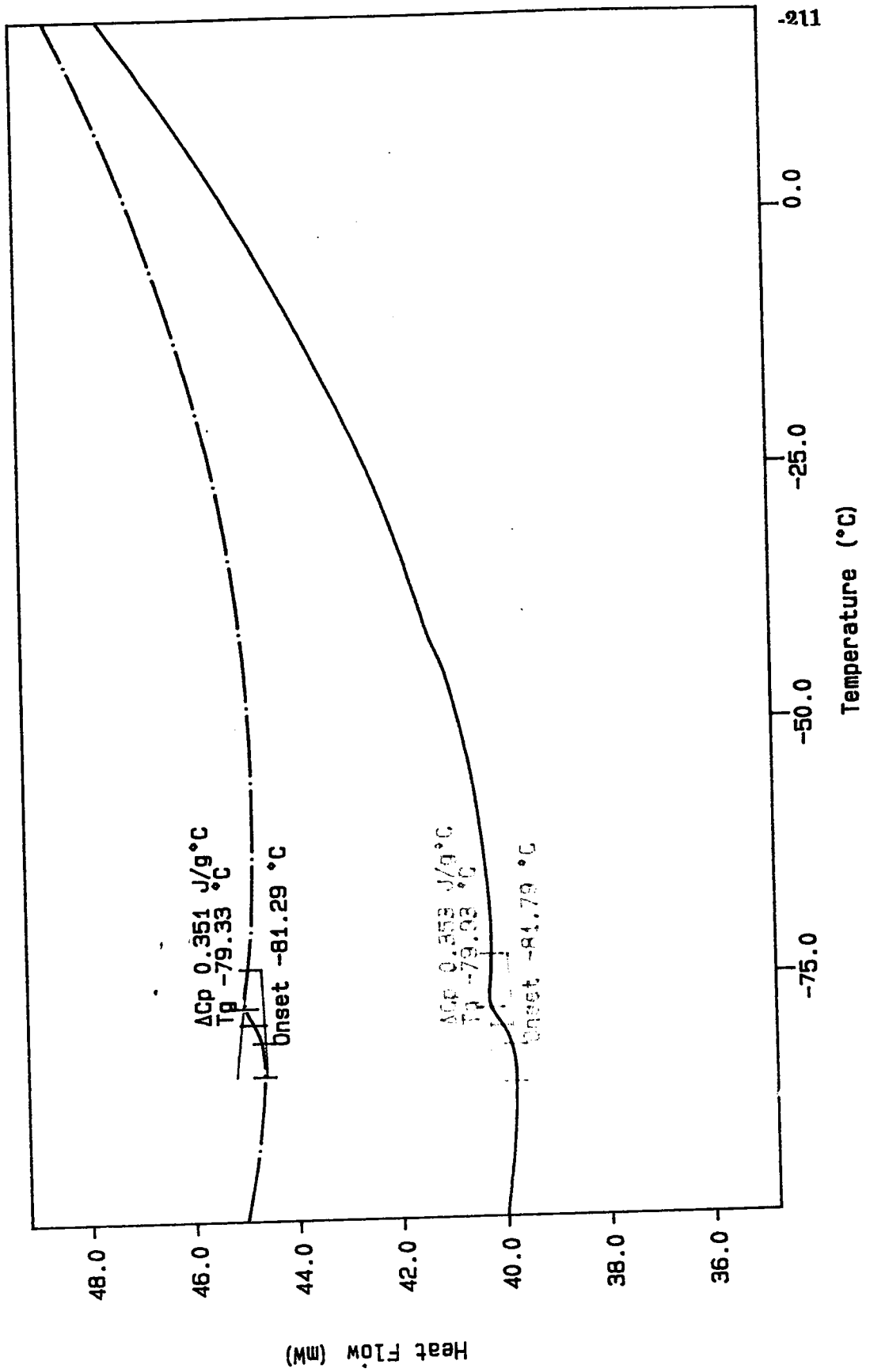


รูปที่ 24ง กราฟแสดงเทอร์มาโตแกรม ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียของน้ำหนัก กับ อุณหภูมิ  
ของ เอ็น,เอ็น-อะครีโลอิด-โอ,โอ-บิส-(2-อะมีโนพโรพิล)พอลิพรอพิลีนไกลคอล  
สภาวะการทดลอง 36 ชม. โซเดียมไฮดรอกไซด์

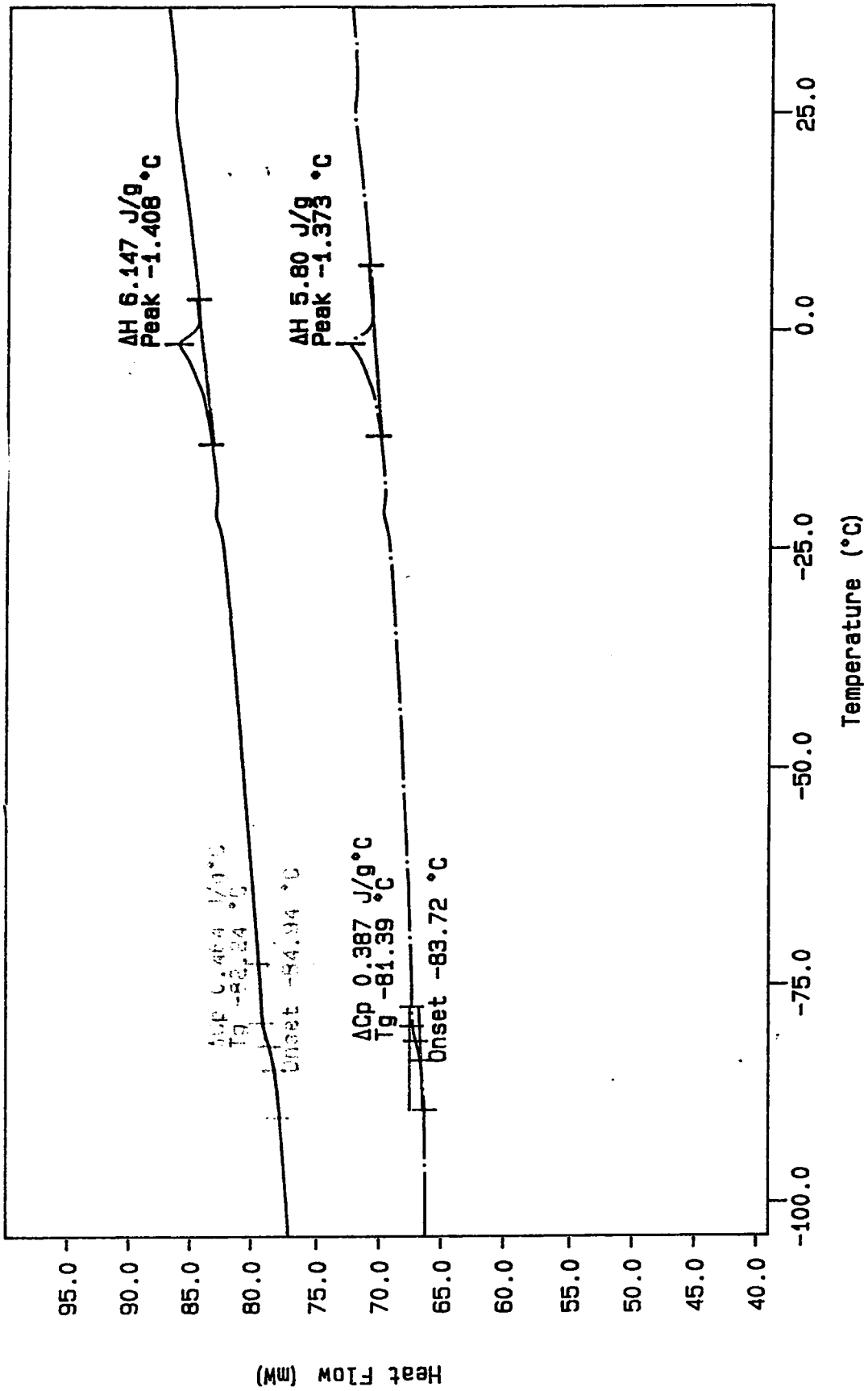
## ภาคผนวก จ

แสดงอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน( $T_g$ )ของ  
แมคโครมोनอเมอร์ที่สภาวะต่างกัน

Pure PE

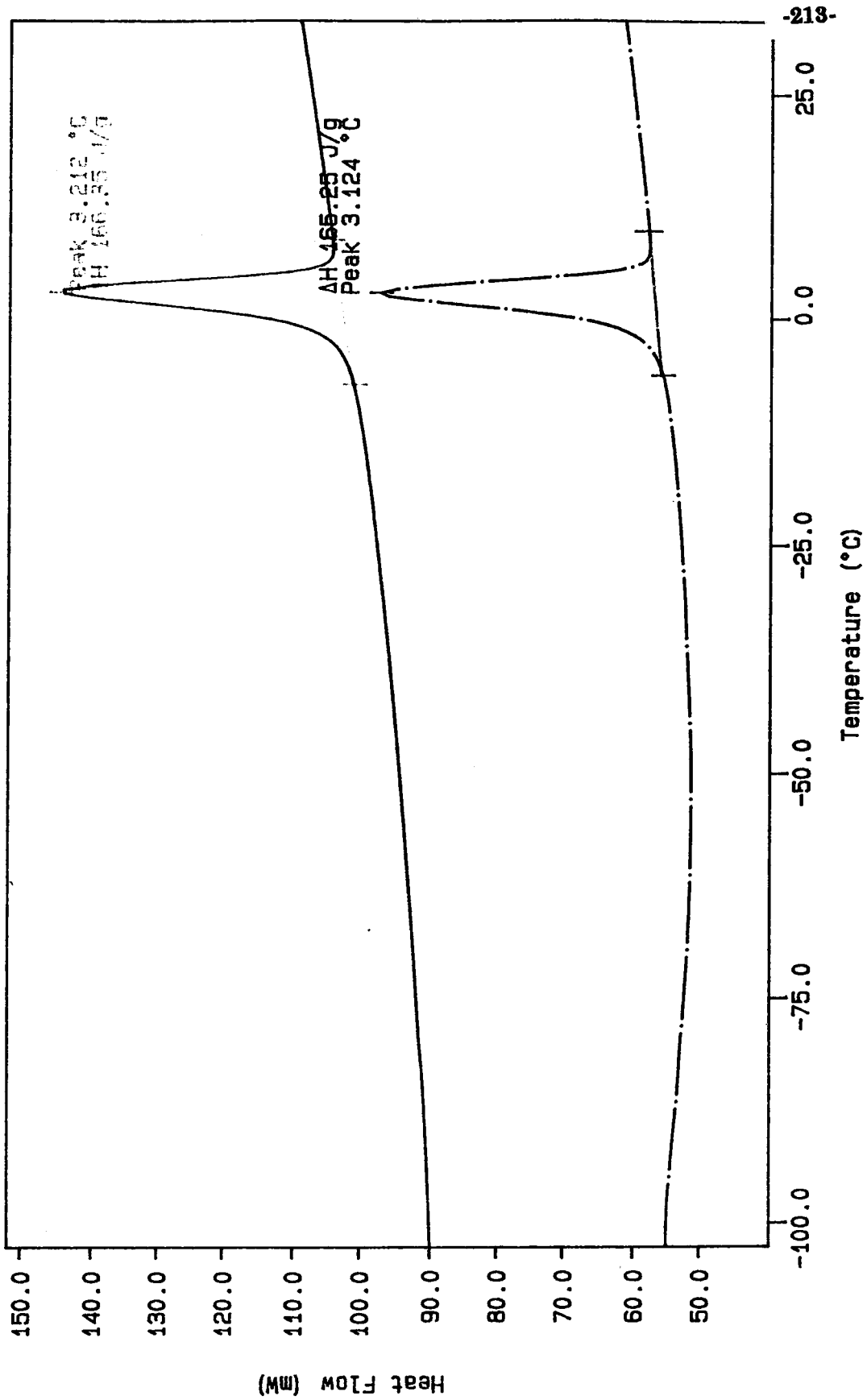


รูปที่ 1จ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน(T<sub>g</sub>) ของ  $\alpha,\omega$ -ไฮดรอกซีเทอมีเนตเตดพอลิเอทิลีน (สารตั้งต้น)



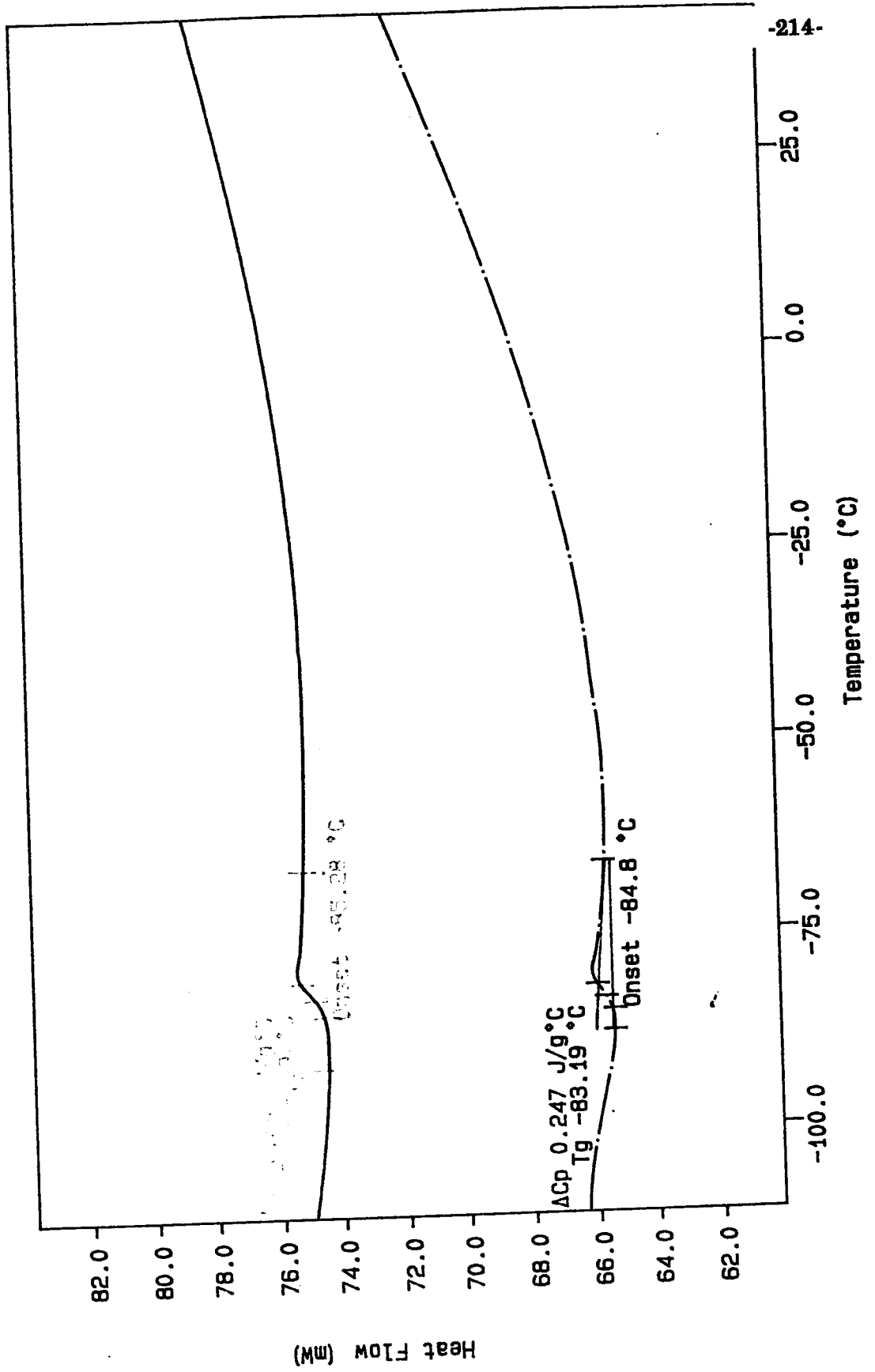
รูปที่ 2๑ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน(Tg) ของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลด์พอลิเมอร์ไดอิน สภาวะการทดลอง 7 ชม.

vinyl terminated PB 16hrs acid

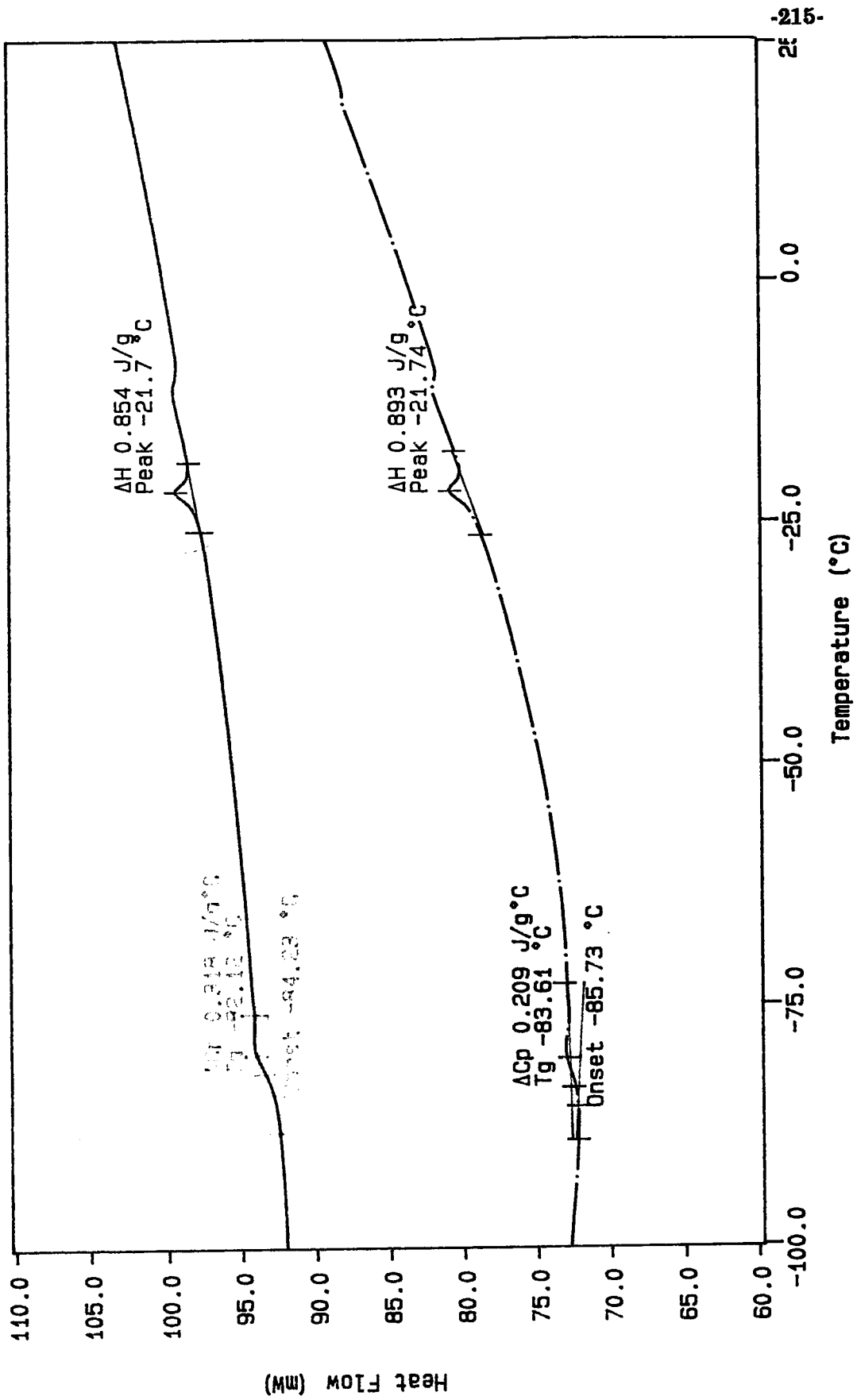


รูปที่ 30 กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน(Tg) ของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลต์ พอลิบิวตะไดอิน สภาวะการทดลอง 16 ชม.

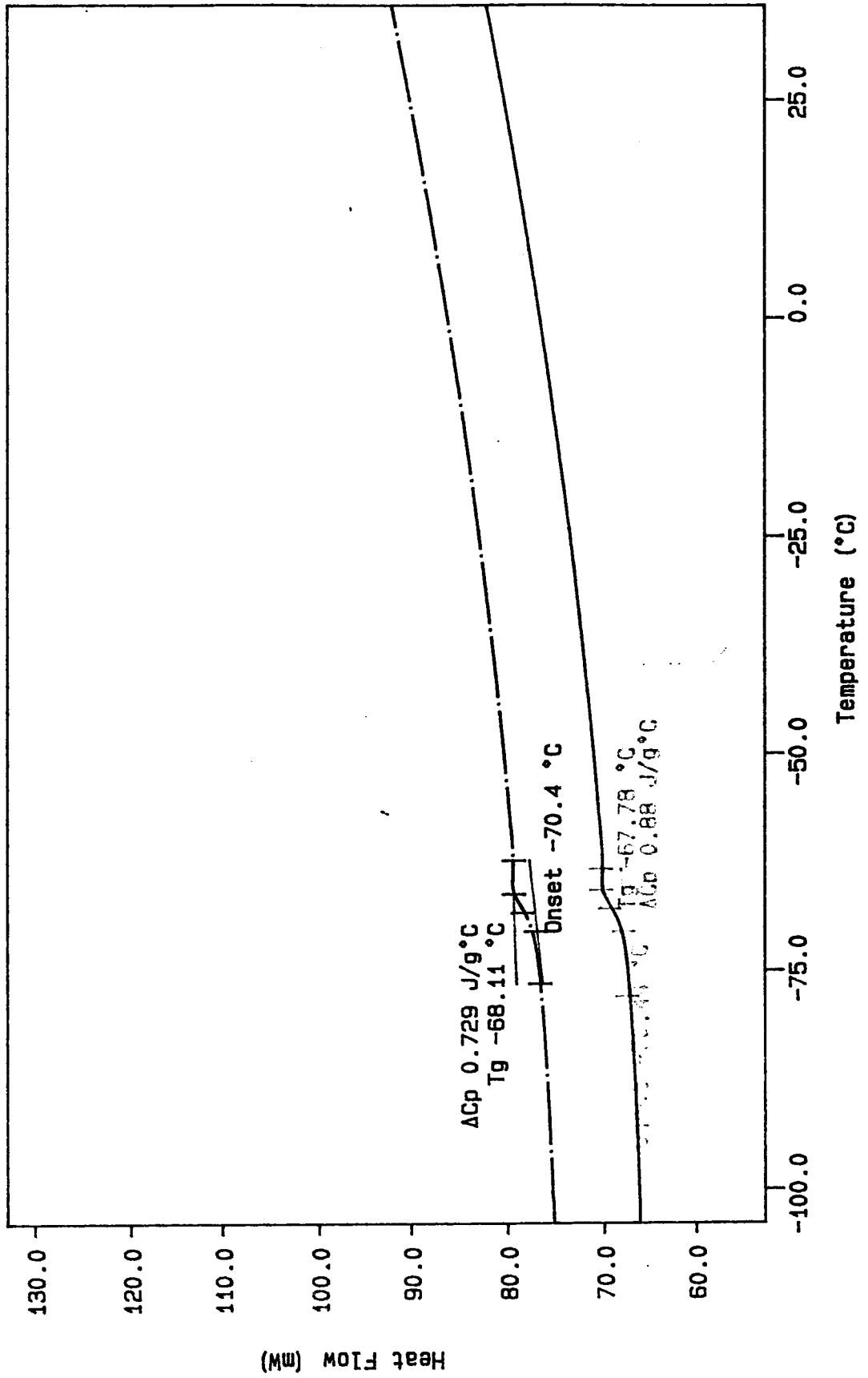
vinyl terminated PB 24hrs base



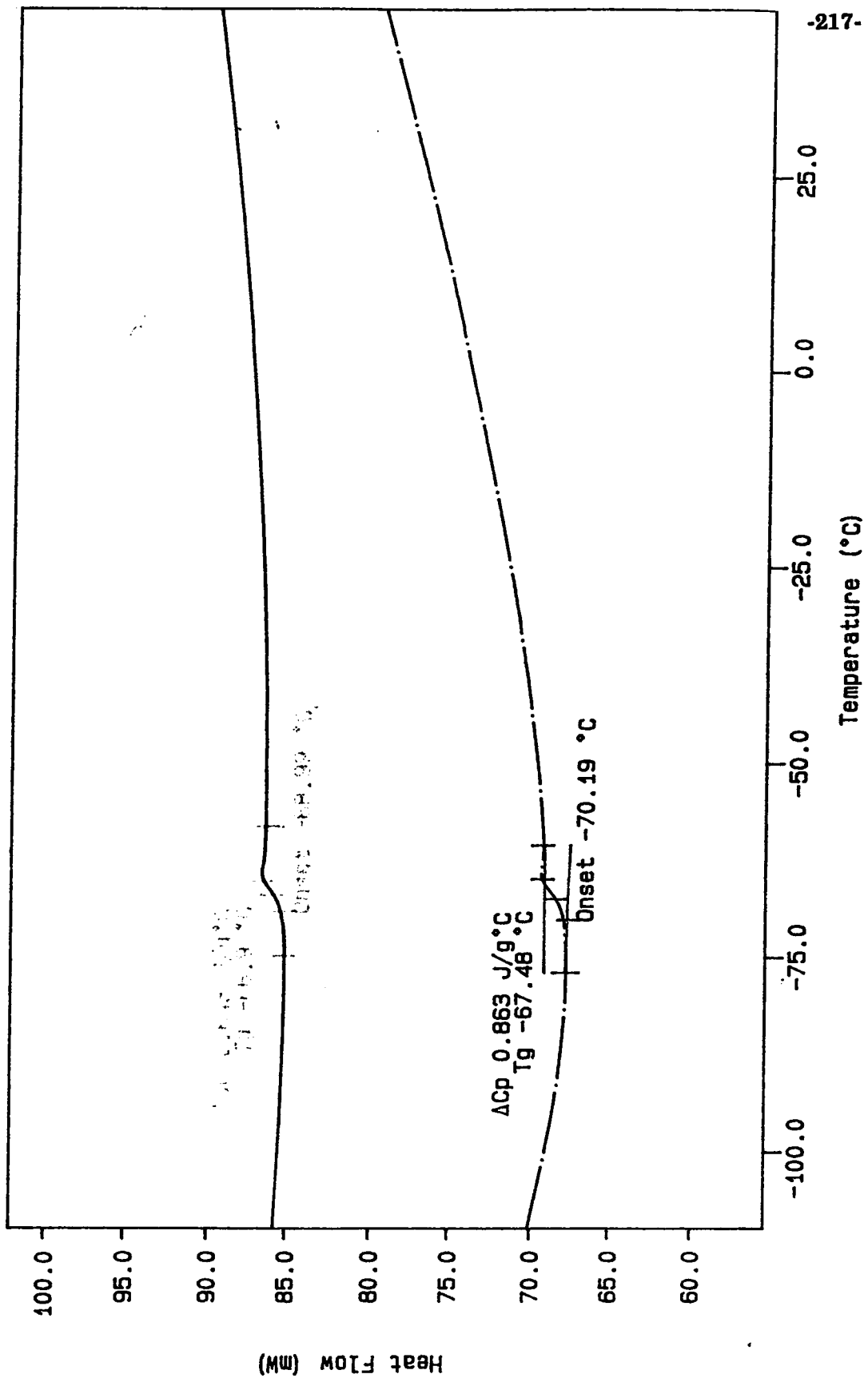
รูปที่ 4จ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน(Tg) ของ  $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิบิวตะไดอีน  
สภาวะการทดลอง 24 ชม.



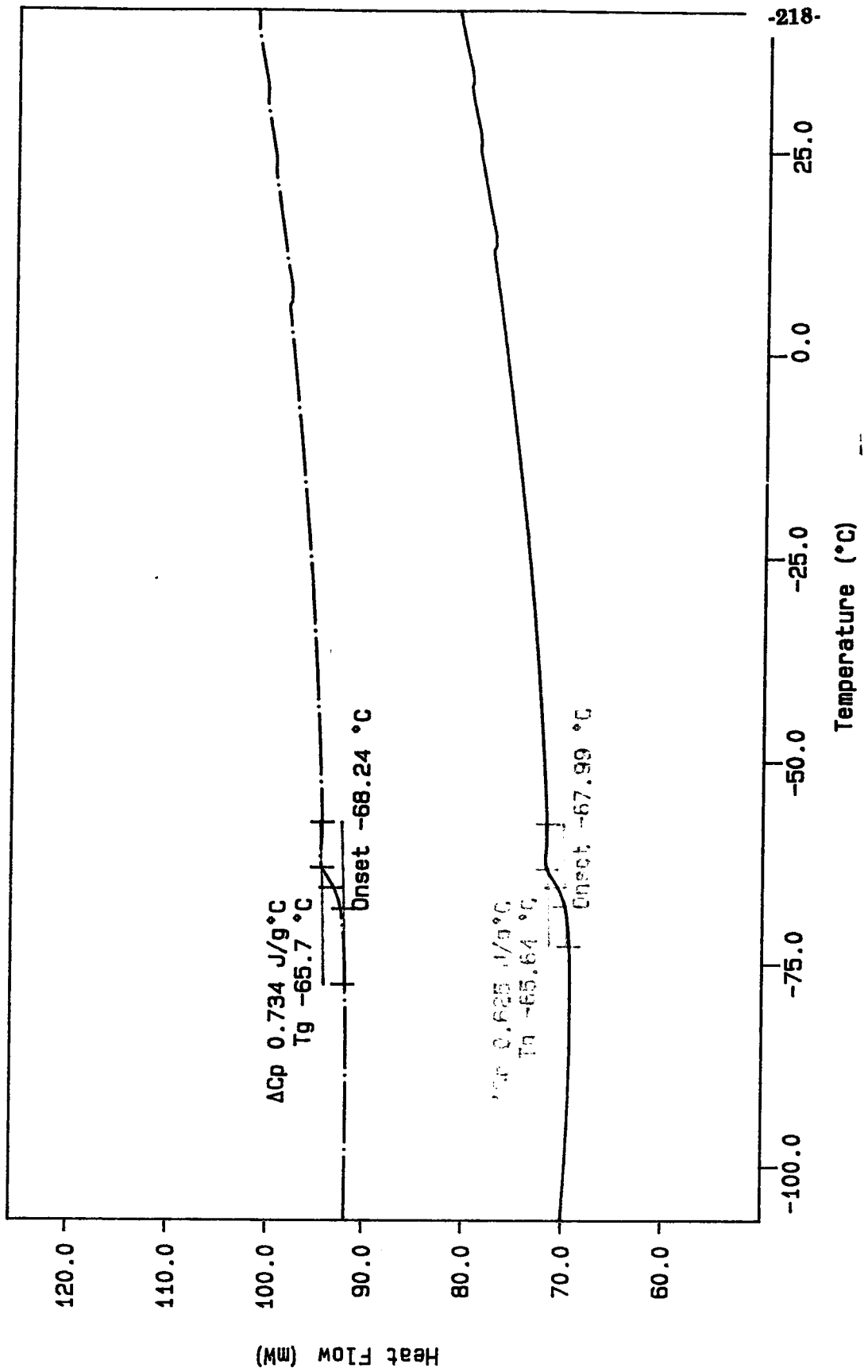
รูปที่ 5จ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน(T<sub>g</sub>) ของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลด์ พอลิไวนิลไดฟลูออไรด์ สภาวะการทดลอง 36 ชม.



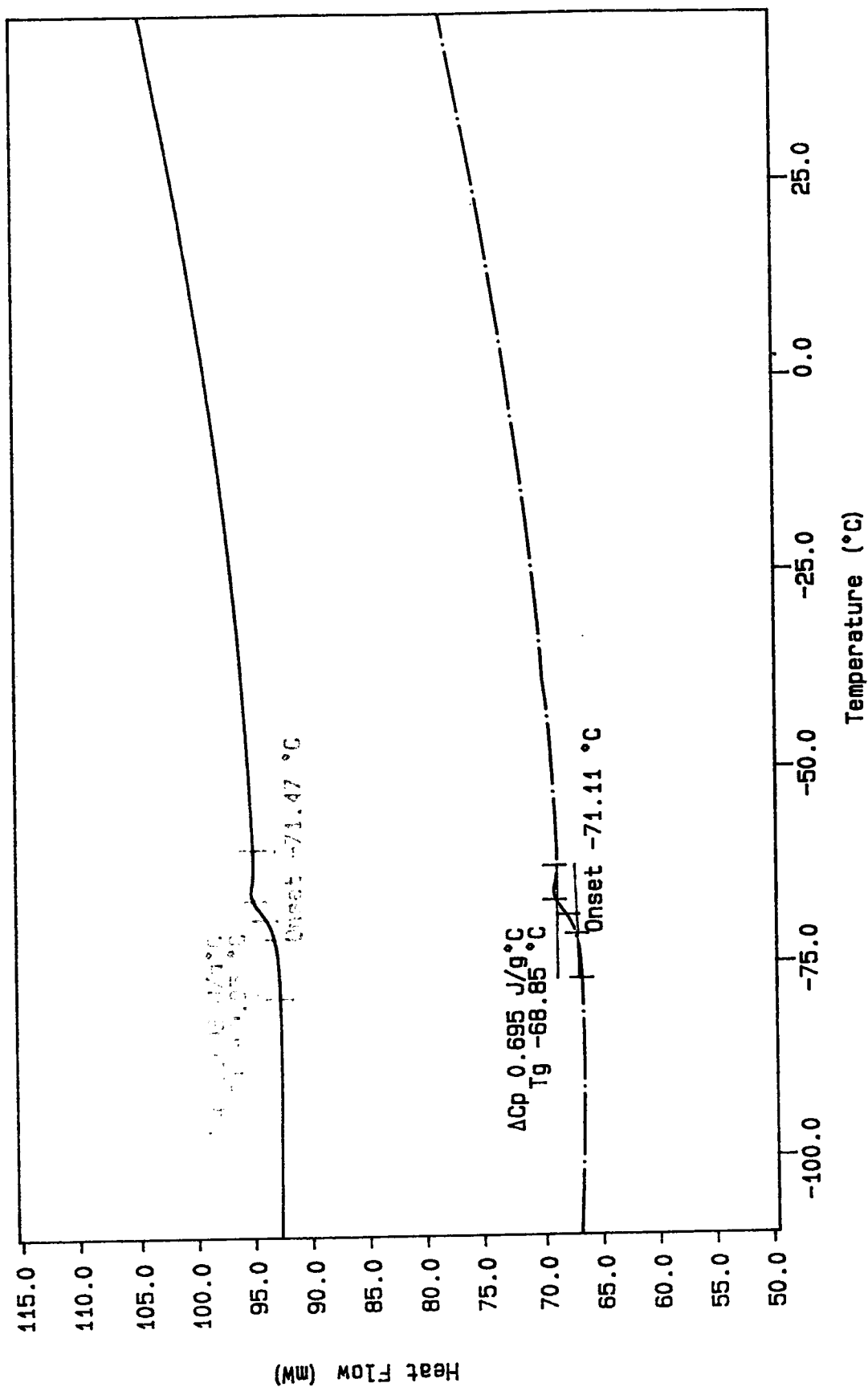
รูปที่ ๑๖ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน(T<sub>g</sub>) ของ  $\alpha,\omega$ -ไฮดรอกซี เทอมีเนตเตต พอลิพรอพิลีน ไกลคอล (สารตั้งต้น)



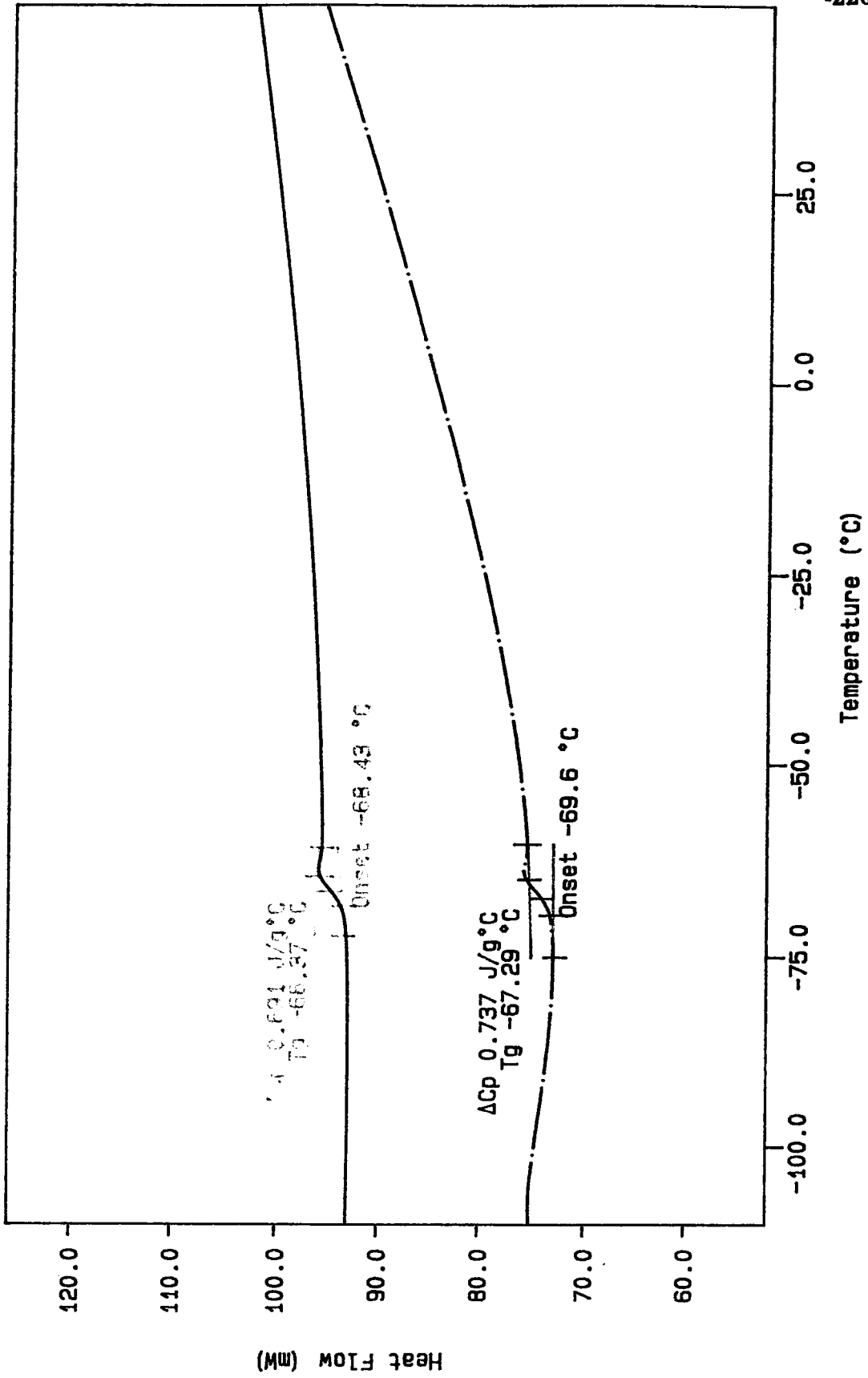
รูปที่ 7๑ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน (T<sub>g</sub>) ของ OC, W-อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล สภาวะการทดลอง 7 ชม.



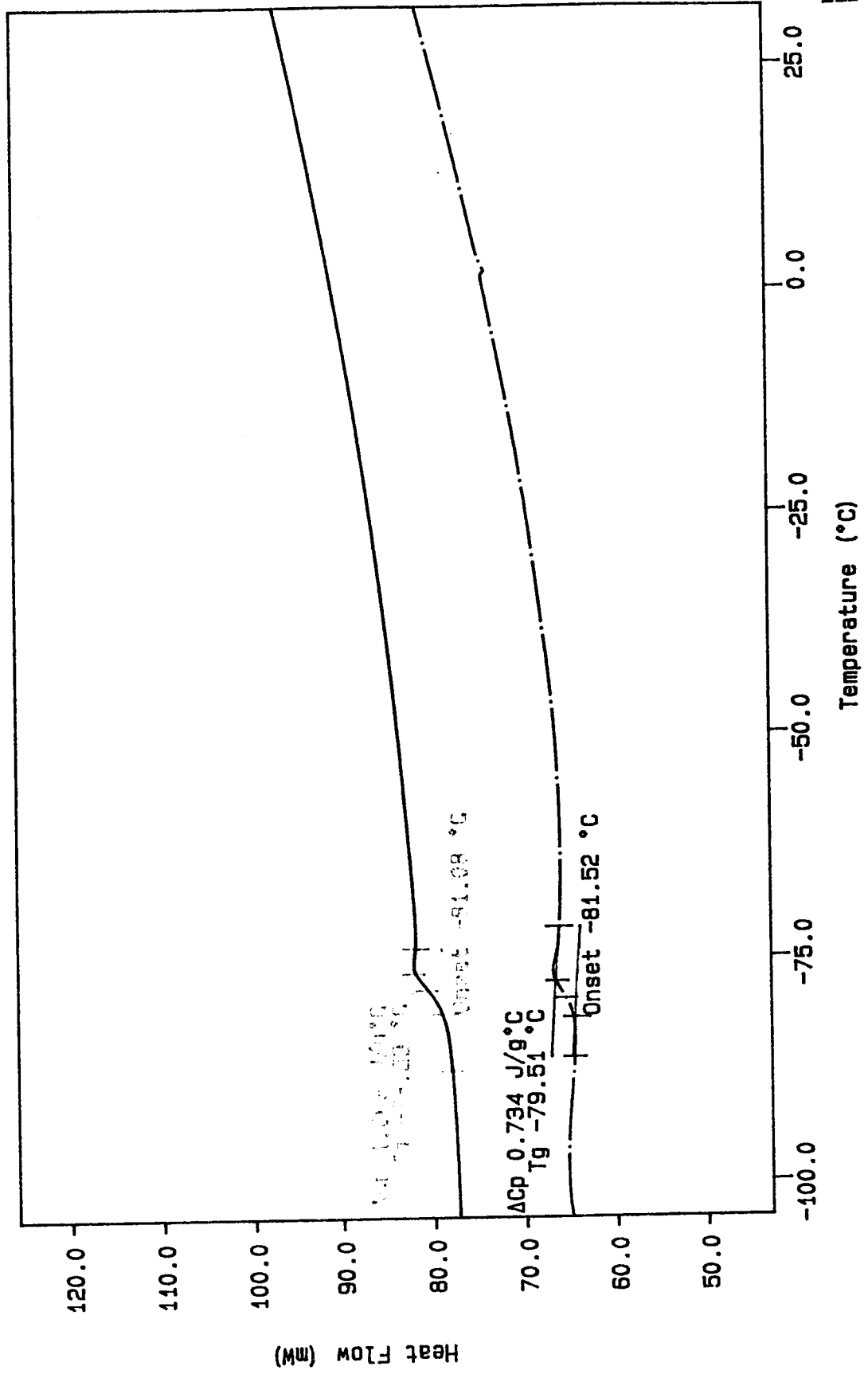
รูปที่ 8จ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน( $T_g$ )ของ $\alpha,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอลด์ สภาวะการทดลอง 16 ชม.



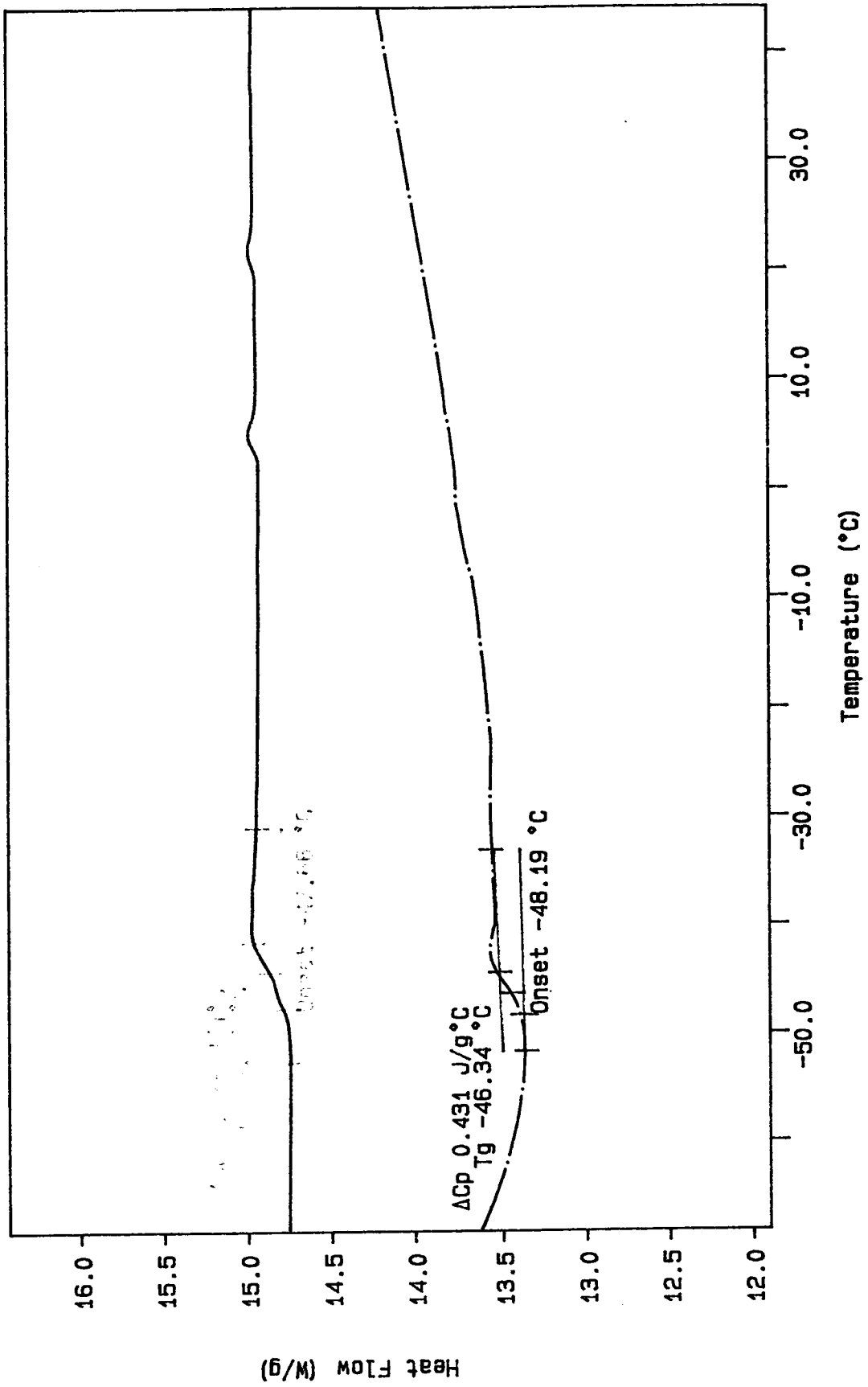
รูปที่ ๑๑ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน( $T_g$ ) ของ  $\omega,\omega$ -อะครีโลอิด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล สถานะการทดลอง 24 ชม.



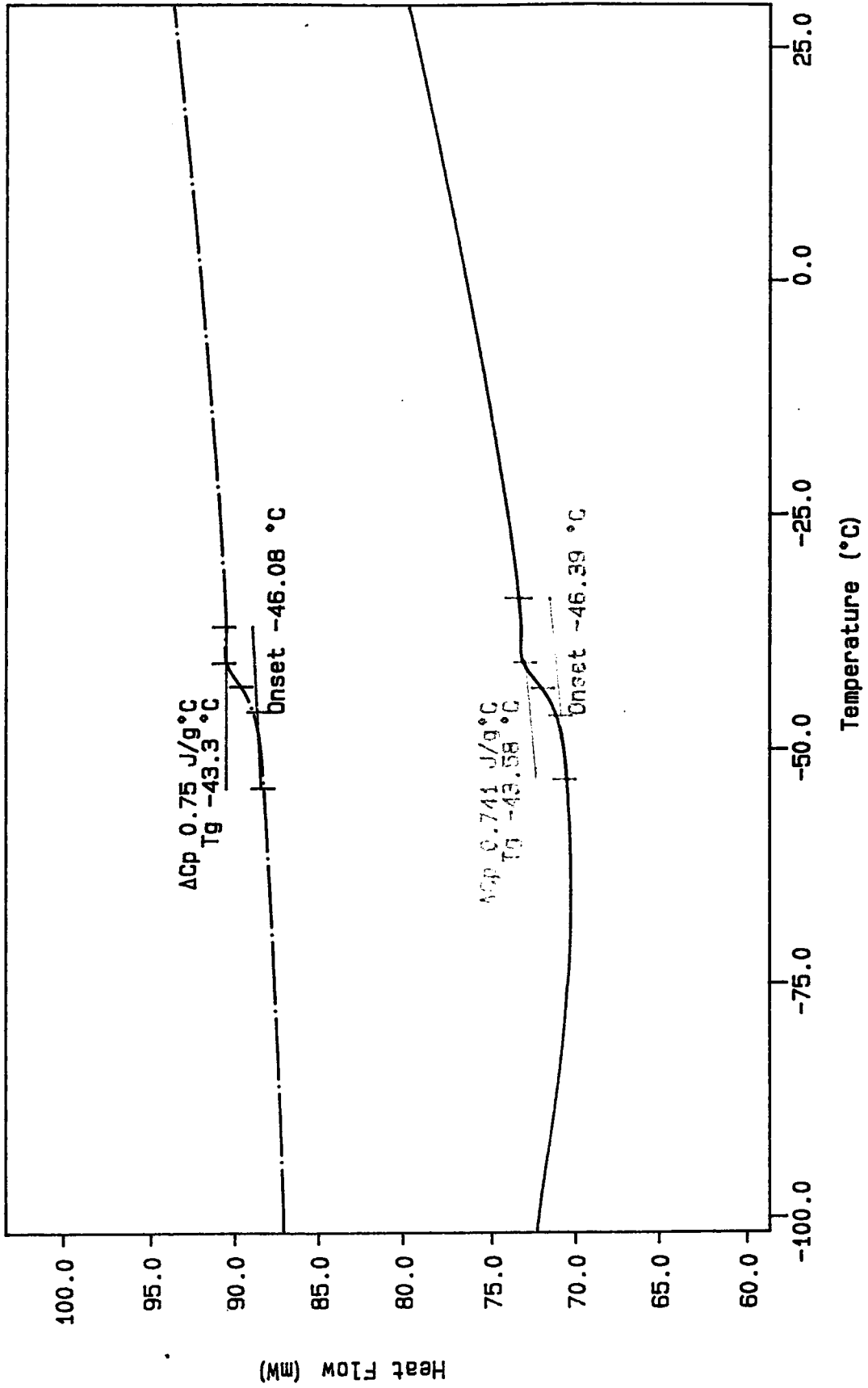
รูปที่ 10จ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน(Tg) ของ $\alpha,\omega$ -อะคริไลด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล สถานะการทดลอง 36 ชม.



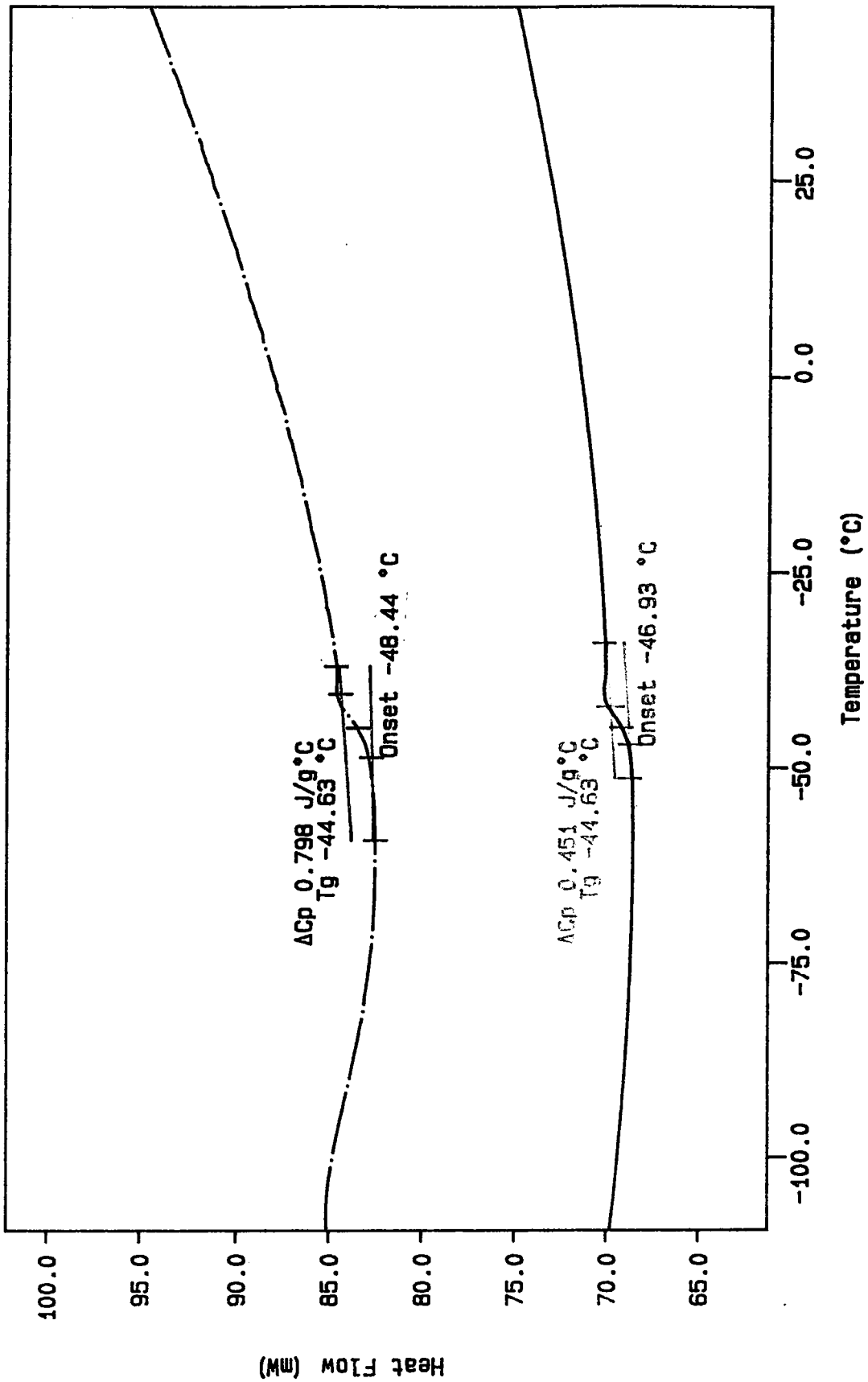
รูปที่ 11จ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน( $T_g$ ) ของโ,โ,2(อะมิโนพรอยด์) พอลิพรอยฟิลีน ไกลคอล (สารตั้งต้น)



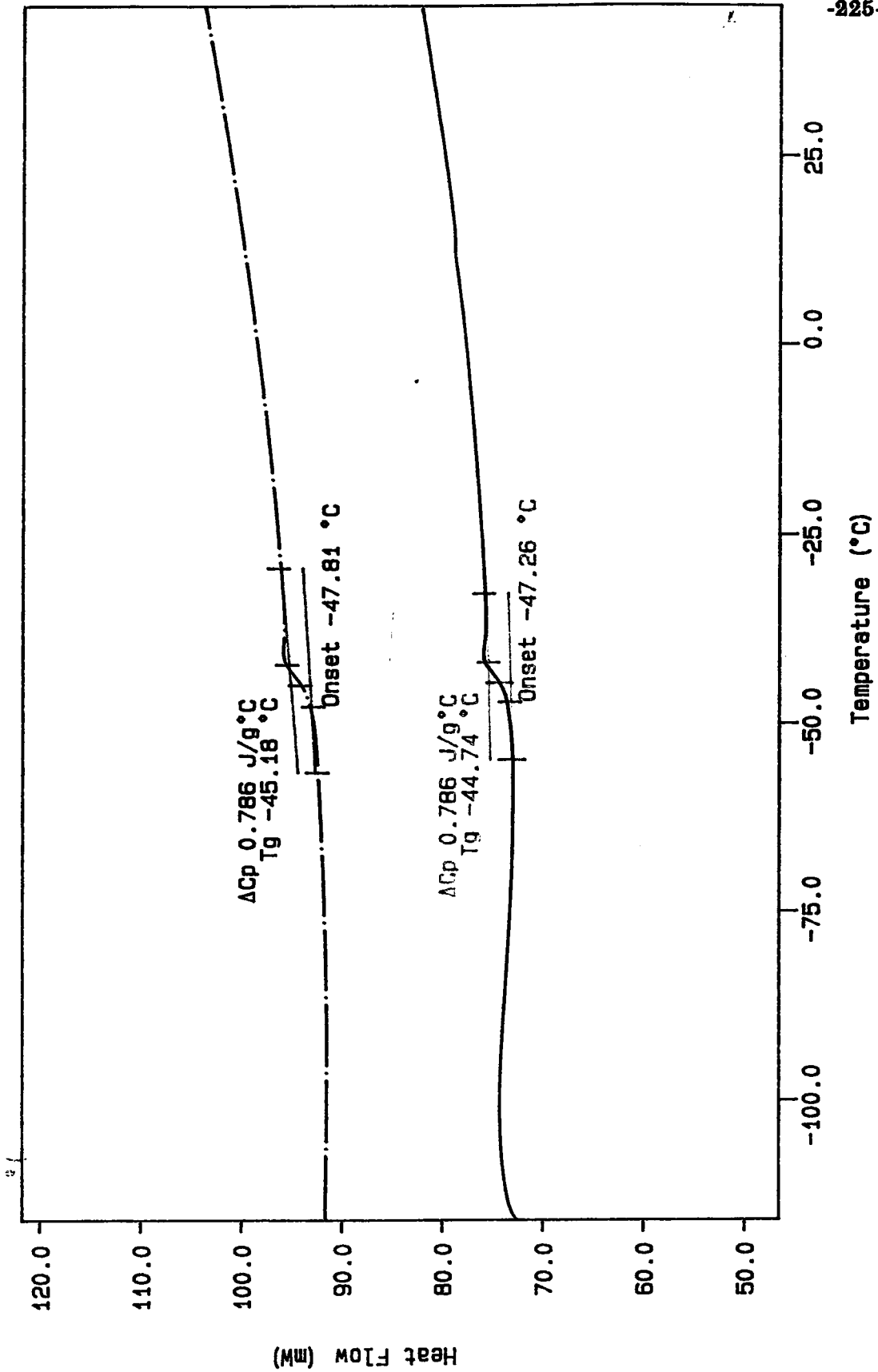
รูปที่ 12จ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน(Tg) ของ เอ็น.เอ็น-อะครีโลอิด-โอ,โอ-(2อะมิโนพรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล สภาวะการทดลอง 7 ชม.



รูปที่ 13จ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน(Tg) ของเอ็น,เอ็น อะครีโลอิด-โอบีโอ- (2อะมิโนพรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล สถานะการทดลอง 16 ชม.



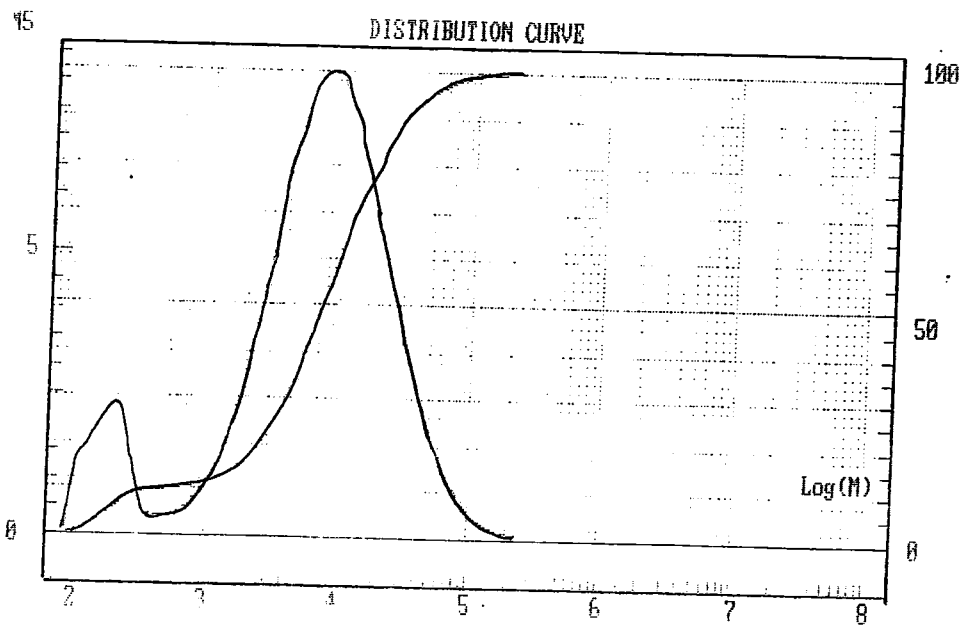
รูปที่ 14จ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน( $T_g$ ) ของเอ็น,เอ็น-อะครีโลอิด-โอ,โอ-(อะมิโนพรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล สภาวะการทดลอง 24 ชม.



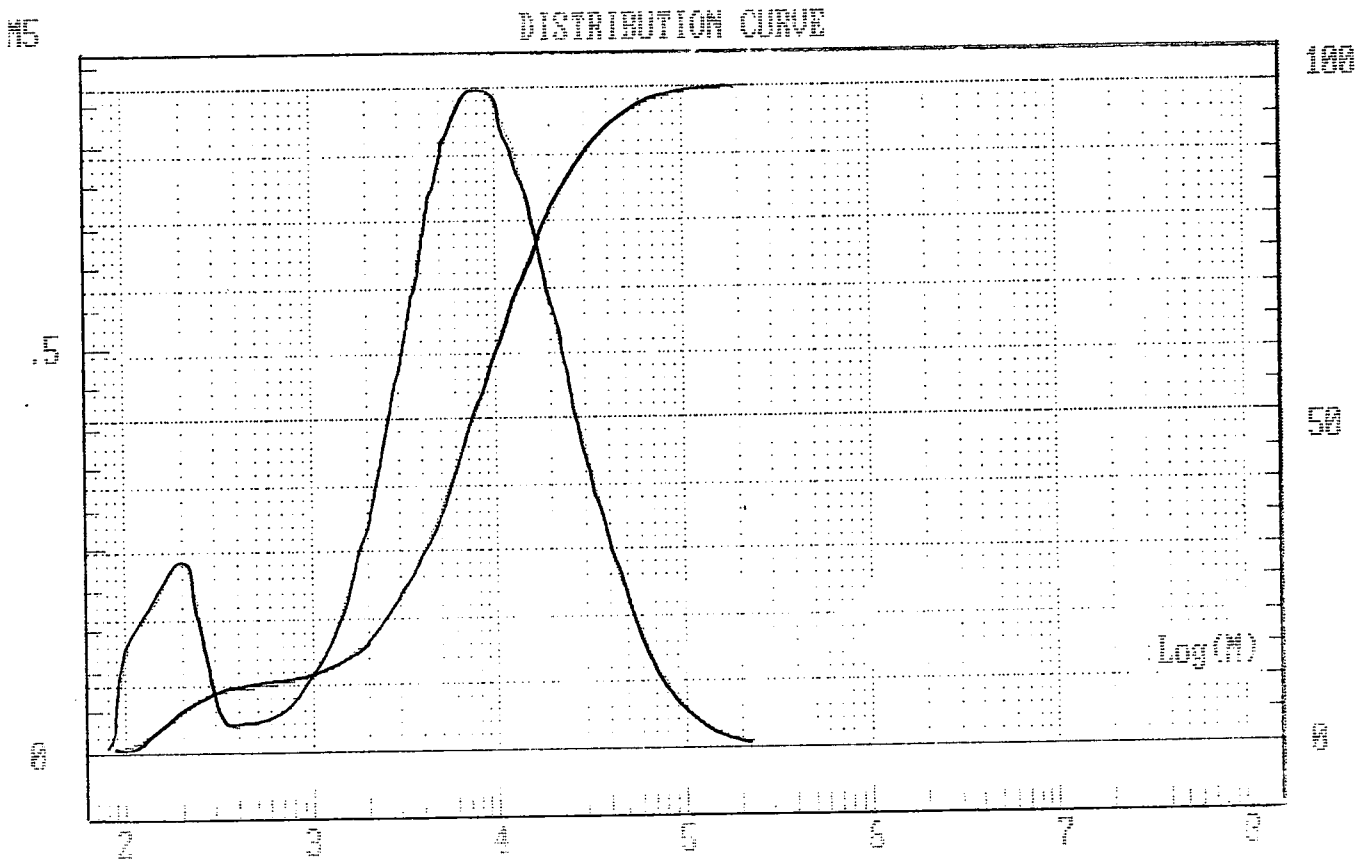
รูปที่ 15จ กราฟแสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน(Tg) ของเอ็น,เอ็น-อะครีโลอิด-โอ โอ-(2-อะมิโนพรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล สภาวะการทดลอง 36 ชม.

## ภาคผนวก ฉ

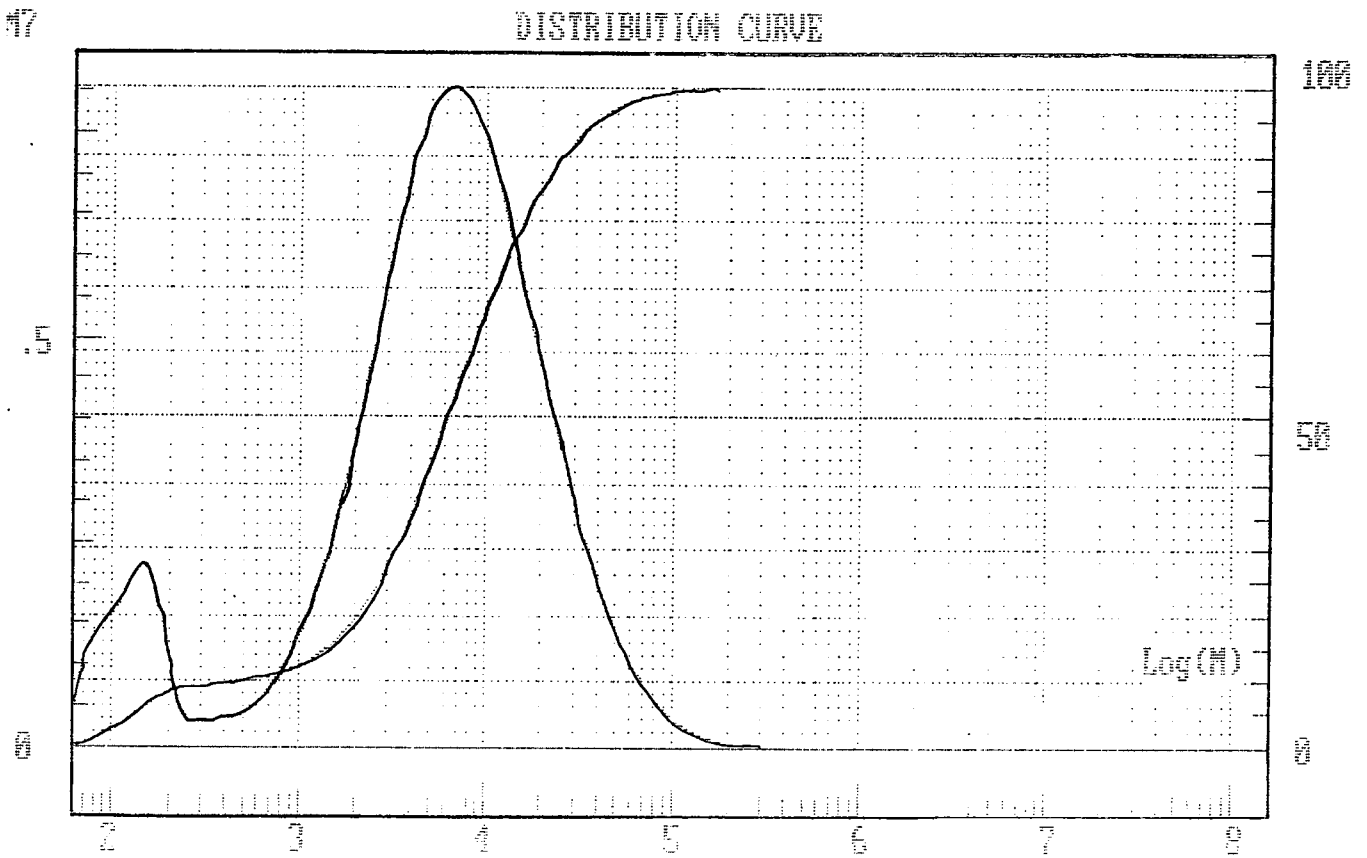
แสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยและการ  
กระจายน้ำหนักโมเลกุลของ  
แมคโครมอโนเมอร์ที่สภาวะต่างกัน



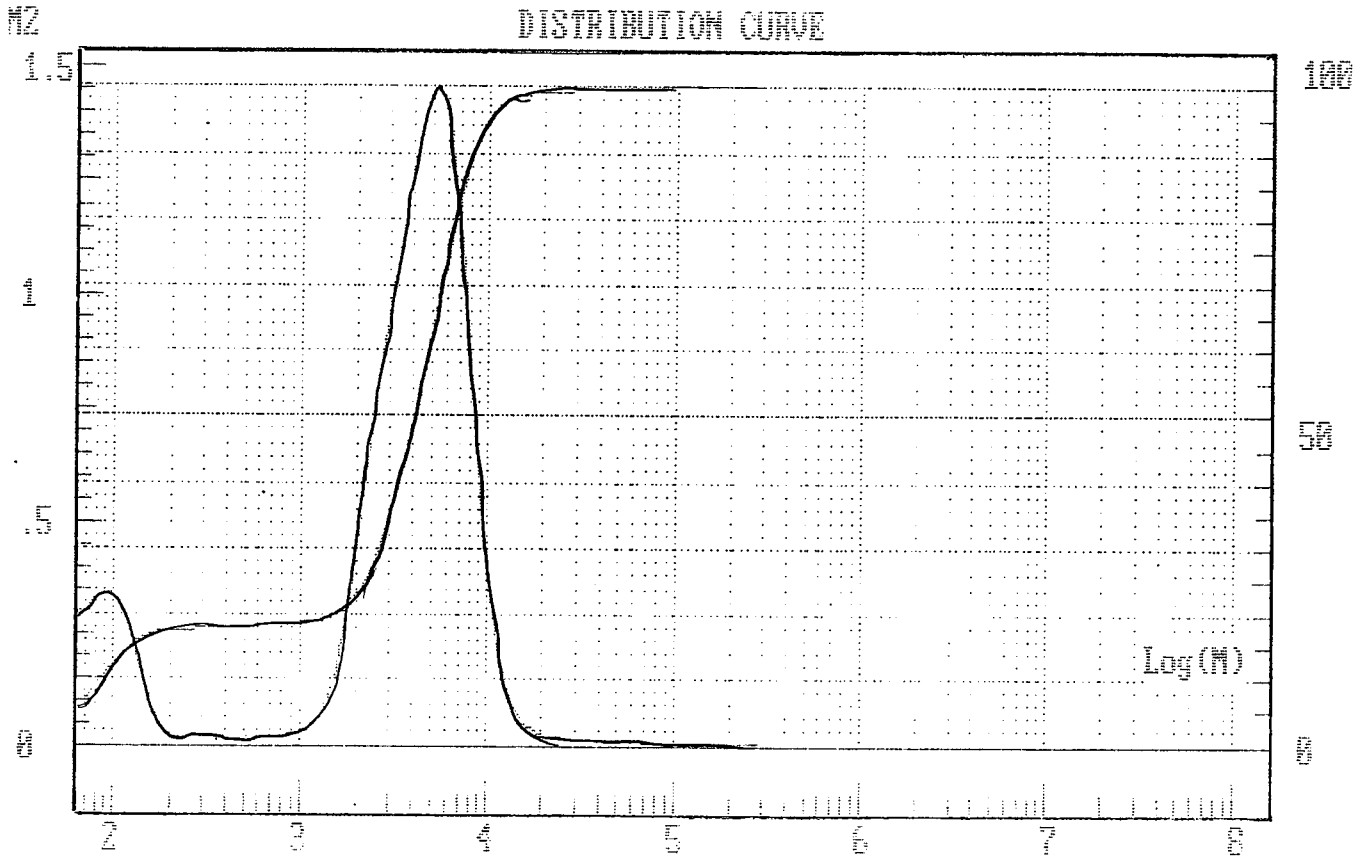
รูปที่ 1ด กราฟแสดงการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (Molecular weight Distribution) ของ  $\alpha,\omega$ -ไฮดรอกซีพอลิบิวตะไดอิน(สารตั้งต้น)



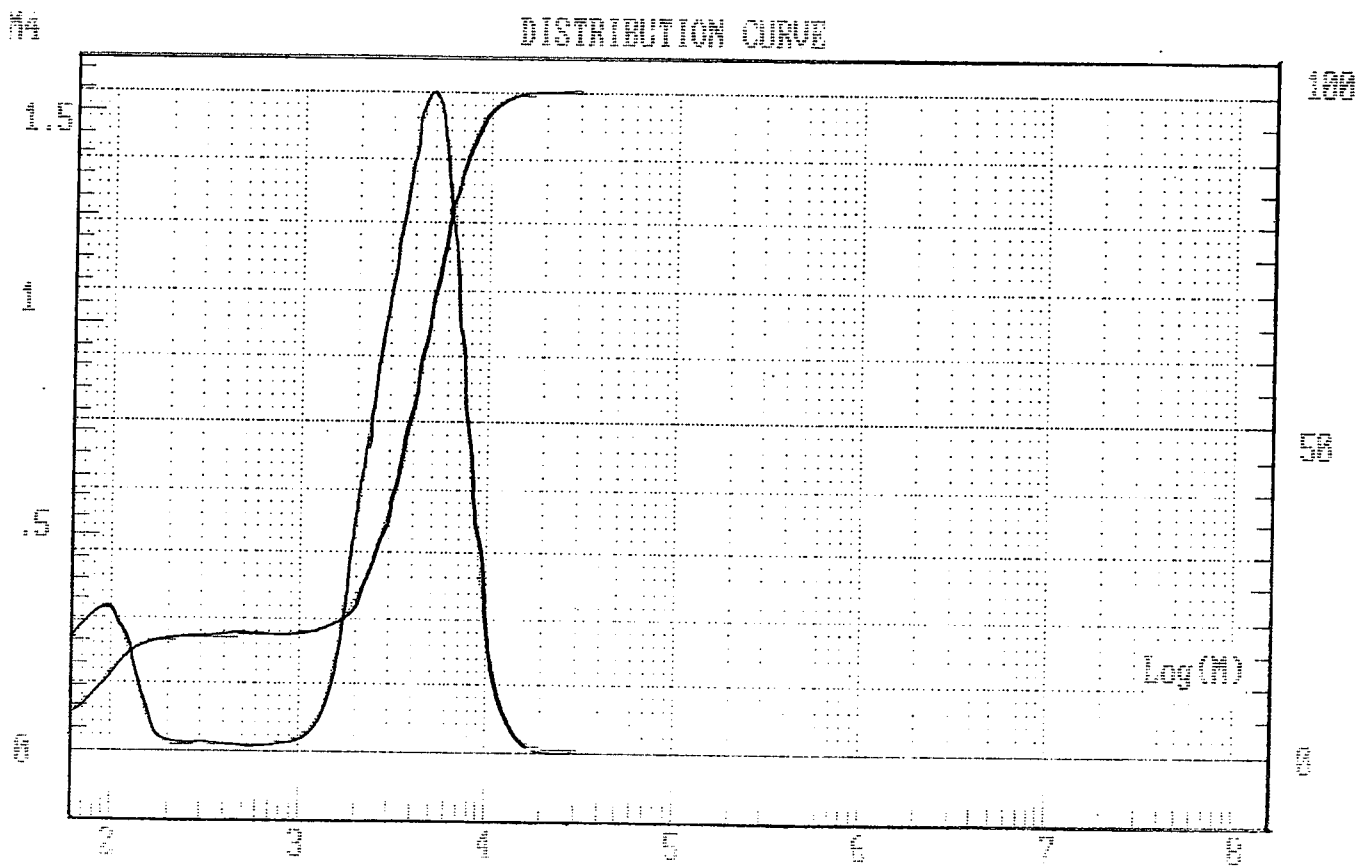
รูปที่ 2๑ กราฟแสดงการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (Molecular weight Distribution) ของ  $\alpha,\omega$ -อะคริโลลิต พอลิবিวตะไดอิน สภาวะการทดลอง 7 ซม.



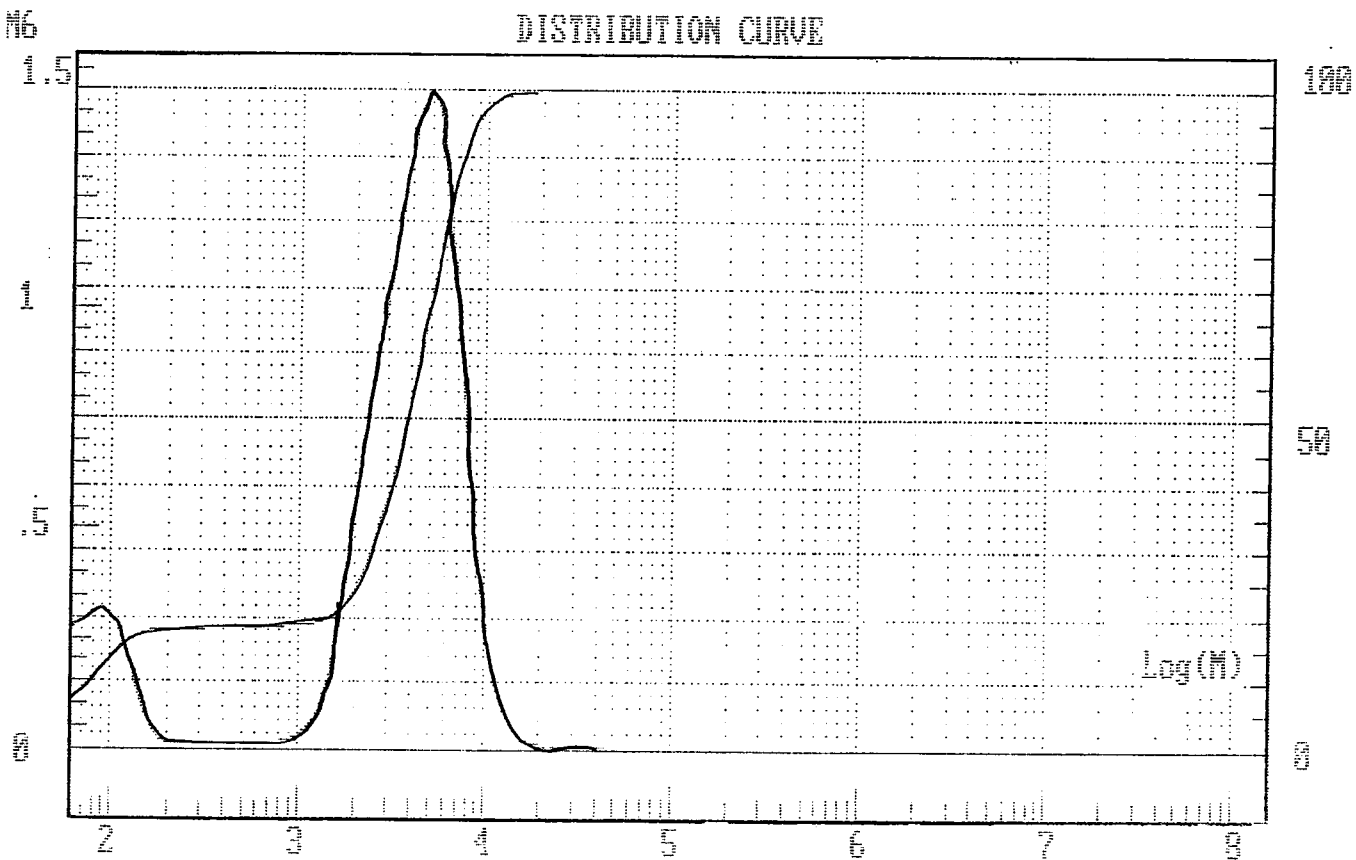
รูปที่ ๓๑ กราฟแสดงการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (Molecular weight Distribution) ของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลด พอลิบิวตะไดอิน สถานะการทดลอง 24 ชม.



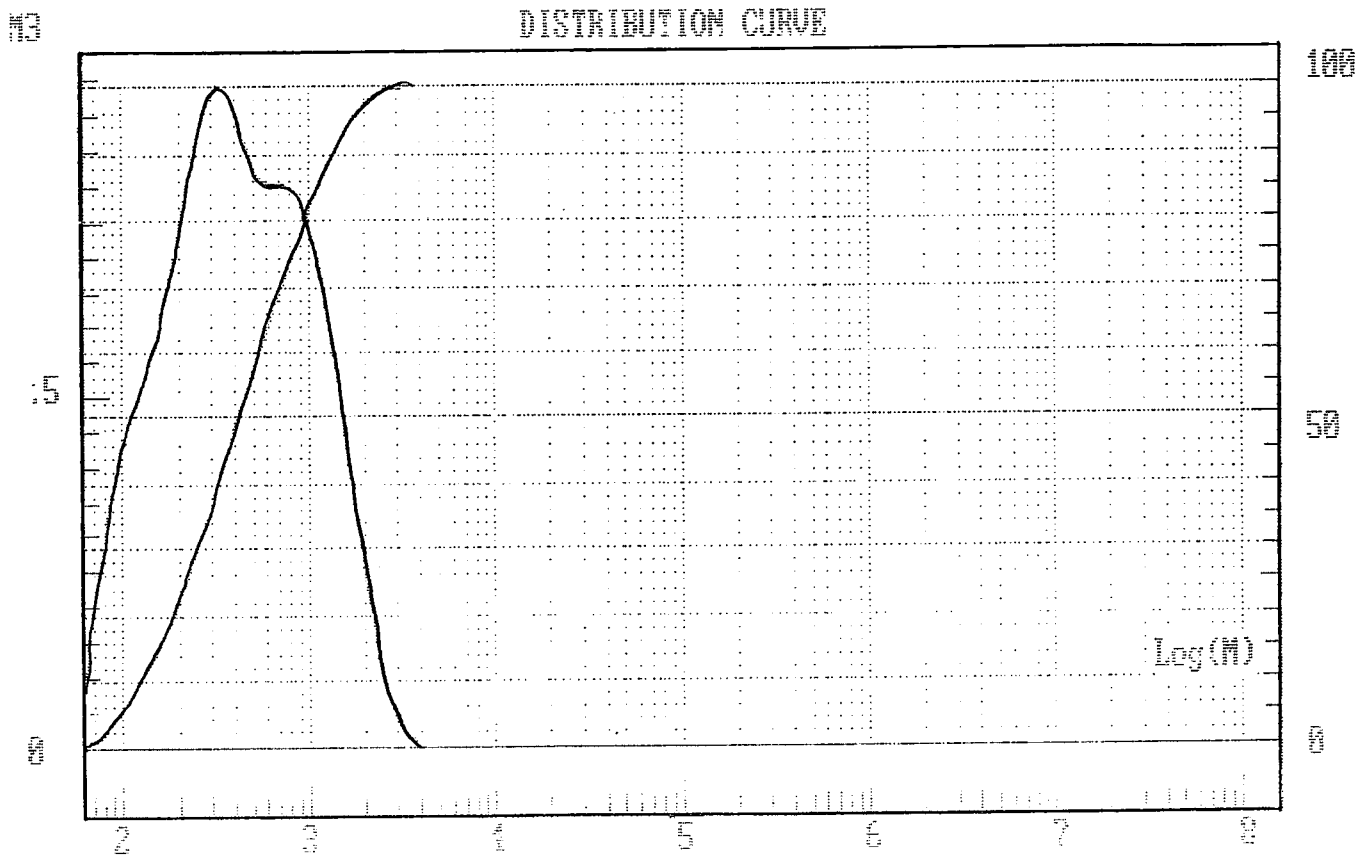
รูปที่ 4ฉ กราฟแสดงการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (Molecular weight Distribution) ของ $\alpha,\omega$ -ไฮดรอกซีโพลิพรอพิลีนไกลคอล(สารตั้งต้น)



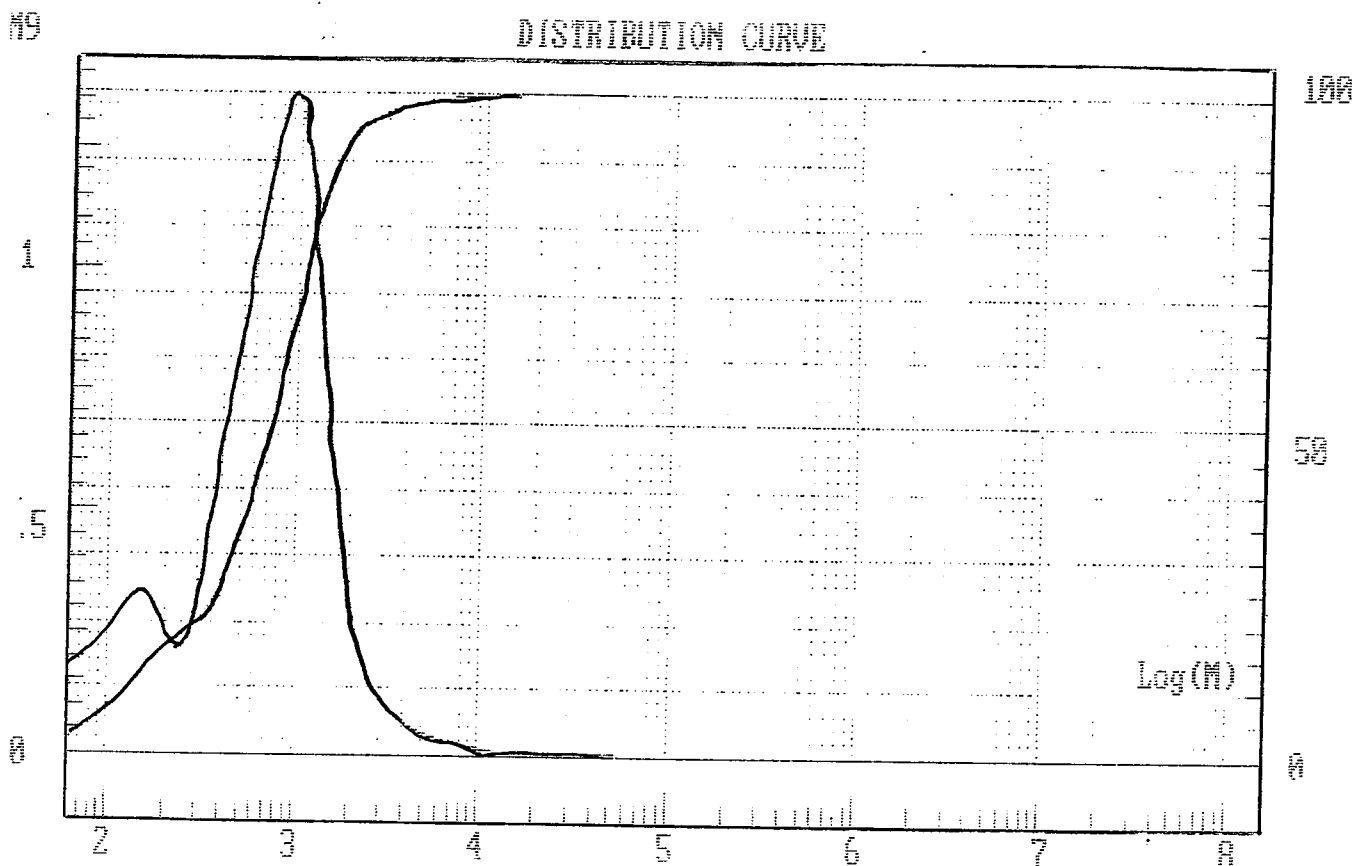
รูปที่ 5ฉ กราฟแสดงการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (Molecular weight Distribution) ของ  $\alpha, \omega$ -อะคริไลด พอลิพรอพิลีน ไกลคอล สภาวะการทดลอง 7 ชม.



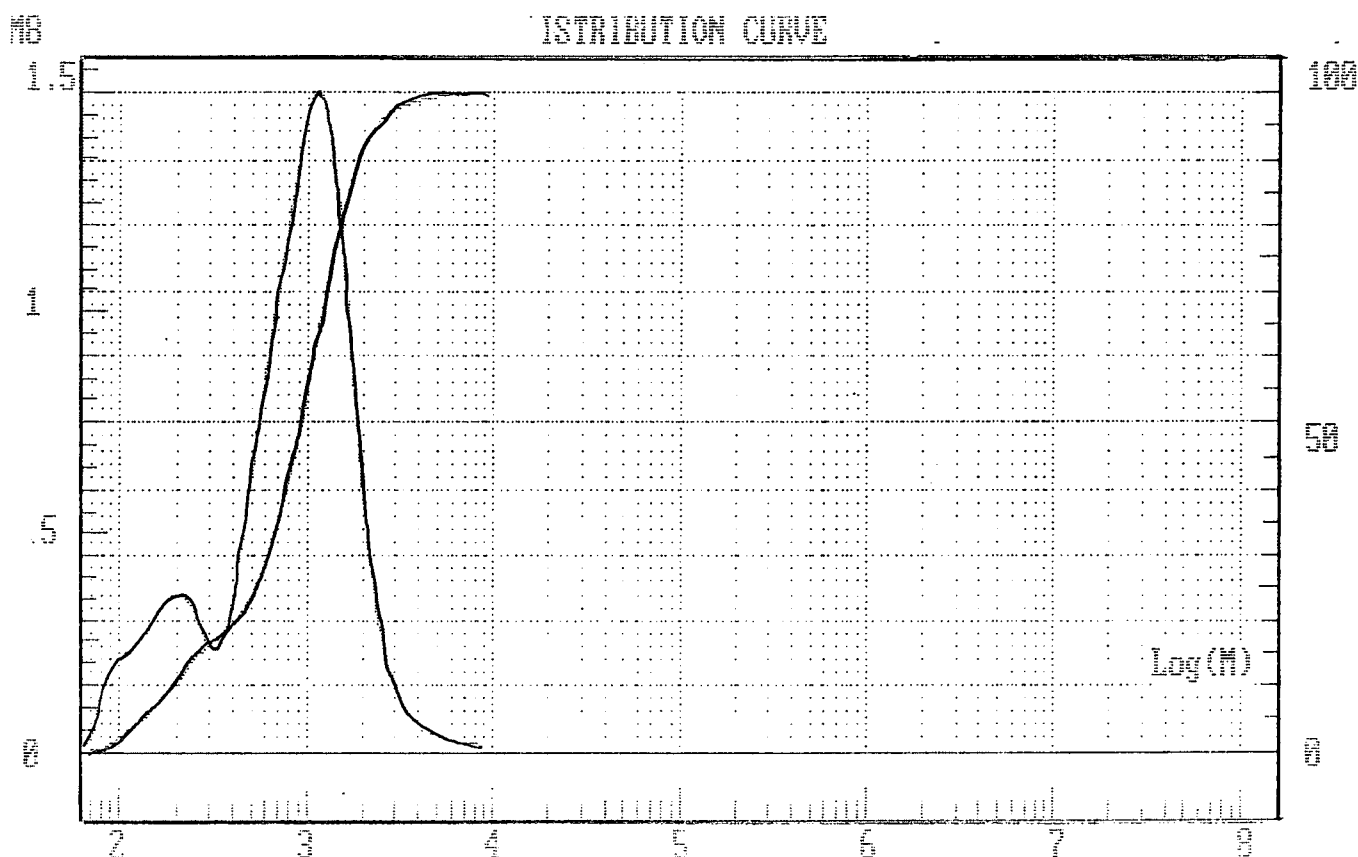
รูปที่ ๑๑    กราฟแสดงการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (Molecular weight Distribution) ของ  $\alpha,\omega$ -อะคริไลด พอลิพรอพิลีนไกลคอล สภาวะการทดลอง 24 ชม.



รูปที่ 7ฉ กราฟแสดงการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (Molecular weight Distribution) ของ โอ,โอ-2(อะมิโนพรอดิล) พอลิพรอดิลีน ไกลคอล (สารตั้งต้น)



รูปที่ 8ฉ กราฟแสดงการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (Molecular weight Distribution) ของ เอ็น,เอ็น-อะครีโลอิด-โอ,โอ-2(อะมีโนพรอพิล) พอลิพรอพิลีน ไกลคอล สถานะการทดลอง 7 ชม.

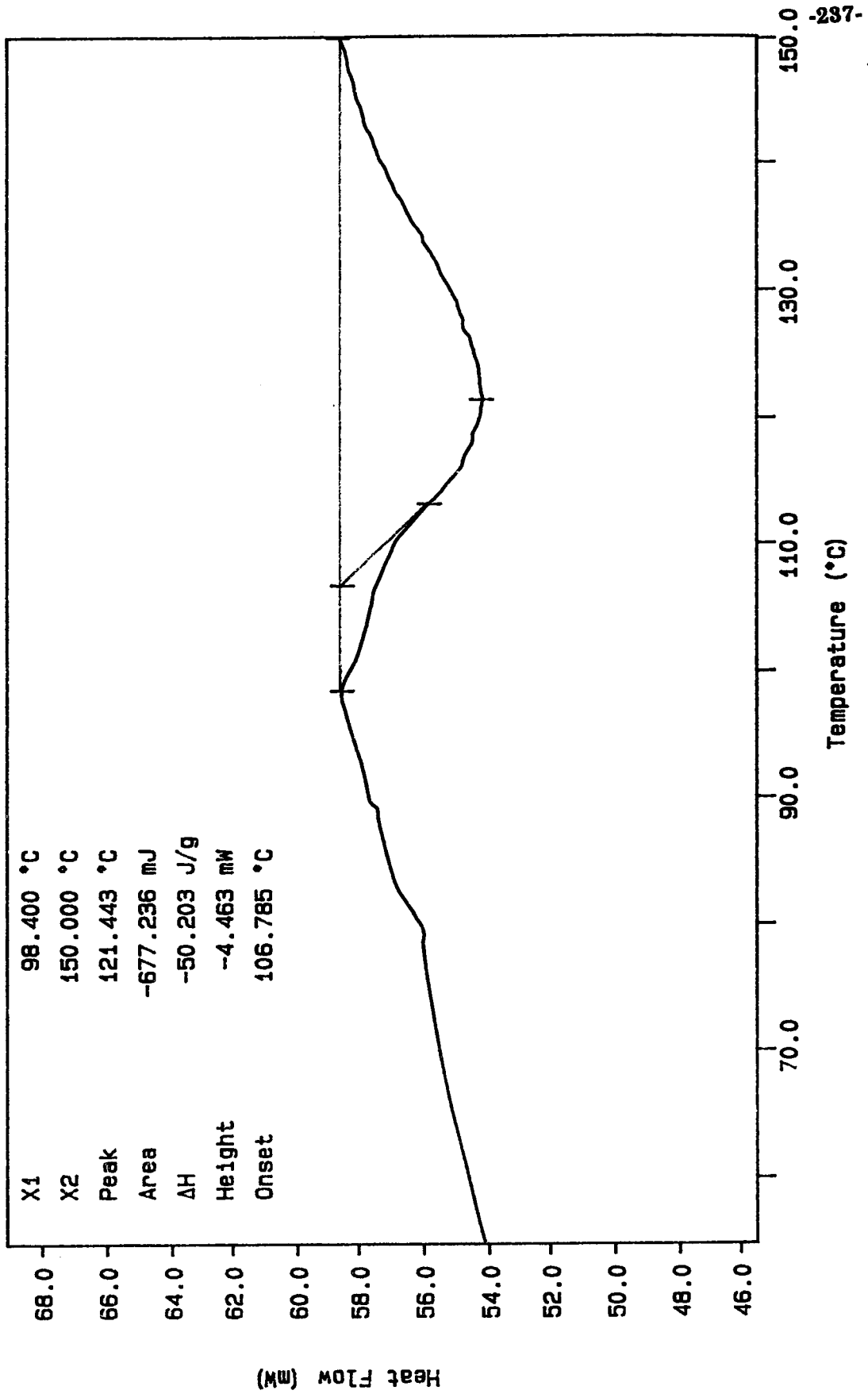


รูปที่ ๑๑ กราฟแสดงการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (Molecular weight Distribution) ของ เอ็น,เอ็น-อะคริไลด-โอ,โอ-2(อะมิโนพโรพิล) พอลิพโรพิลีน ไกลคอล สภาวะการทดลอง 24 ชม.

## ภาคผนวก ช

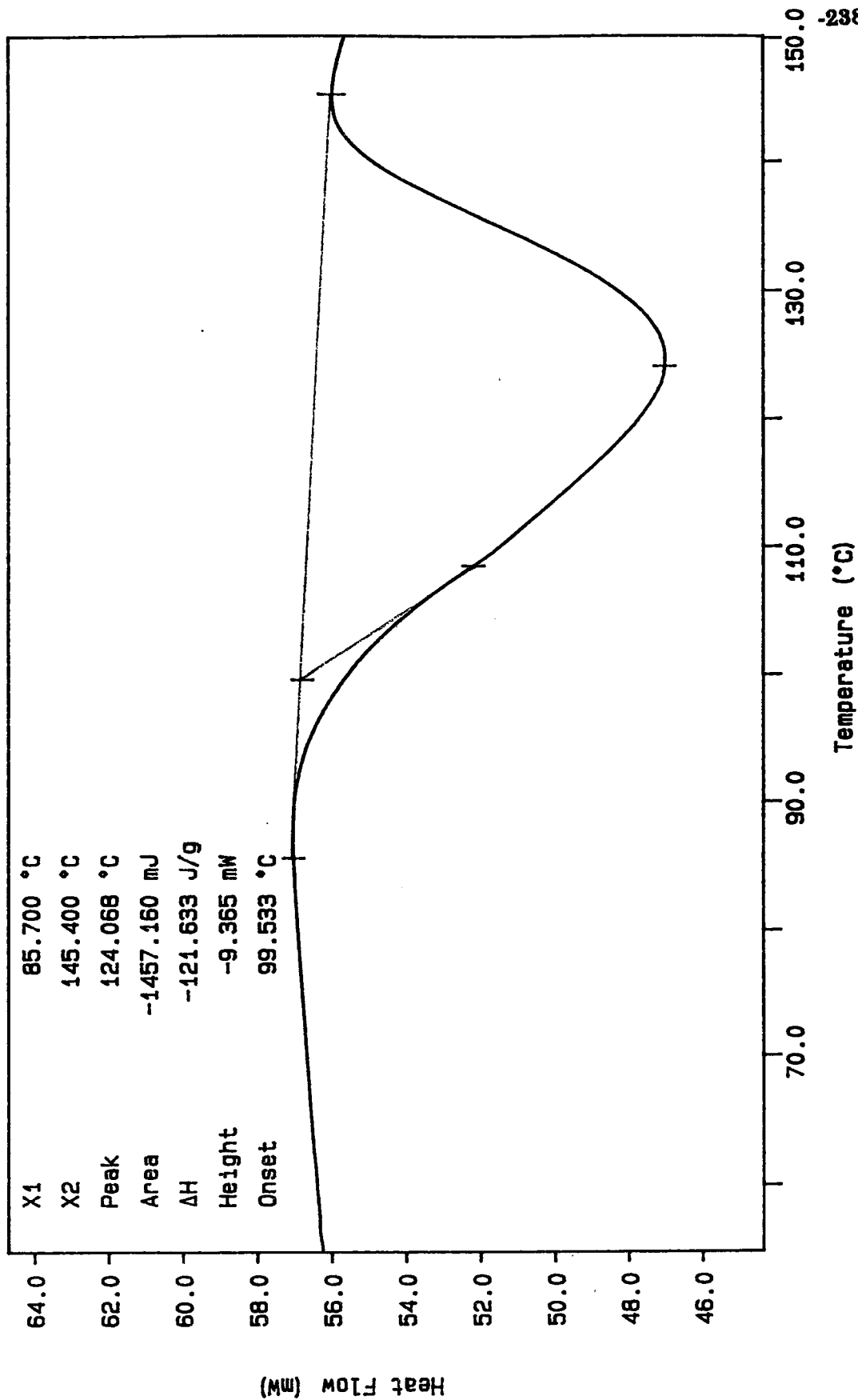
แสดงช่วงอุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยา  
พอลิเมอร์ไรเซชันของ  
แมโครมอนอเมอร์ที่สภาวะต่างๆกับ  
สไตรีนมอนอเมอร์

styrene



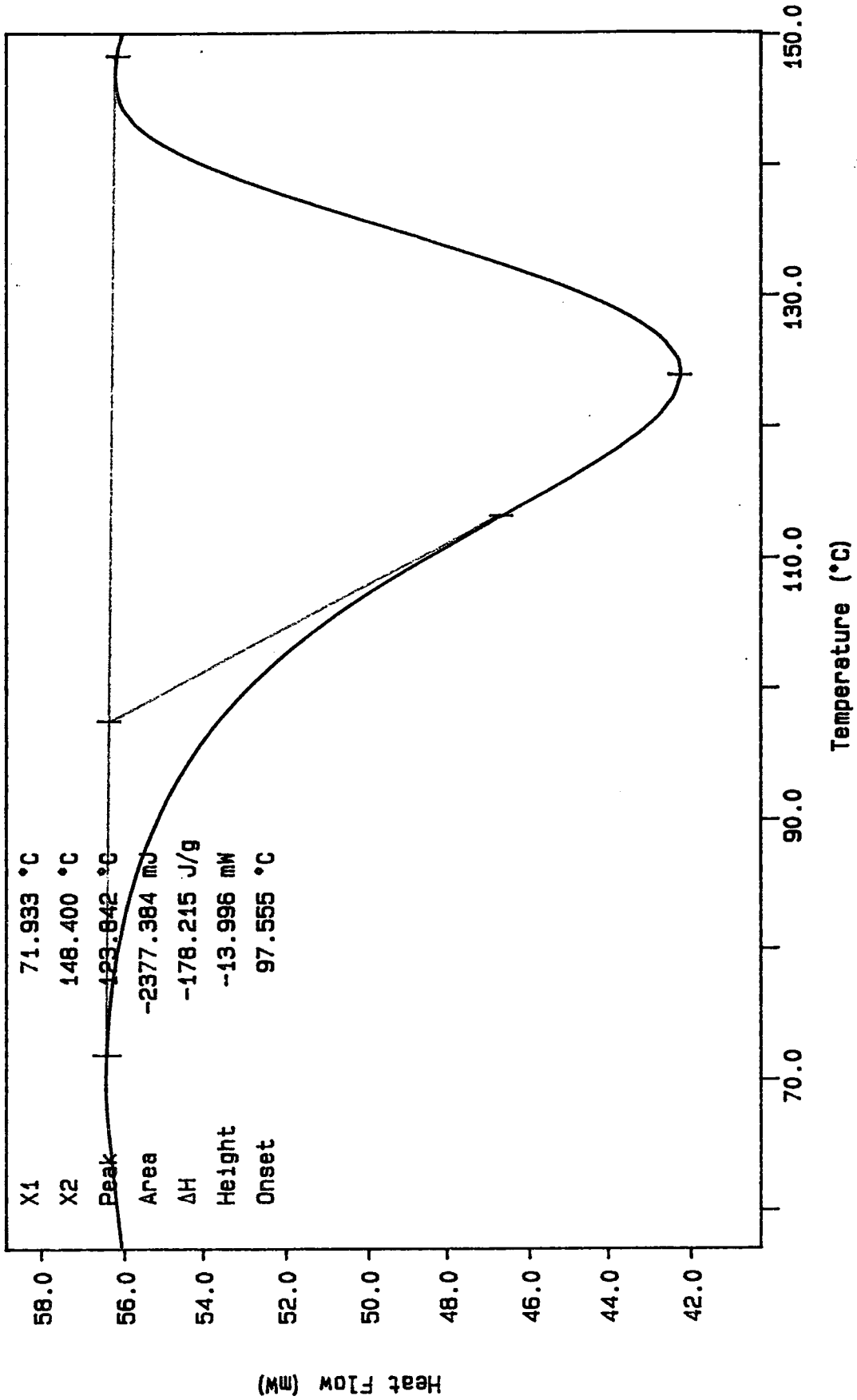
รูปที่ 1ข กราฟแสดงการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน ระหว่าง  
ความร้อน(heat flow : mW) กับ อุณหภูมิ  
( Scan rate 10 °C/min.) ของสไตรีนมอนอเมอร์

graft-VTPB 36 hrs vs styrene



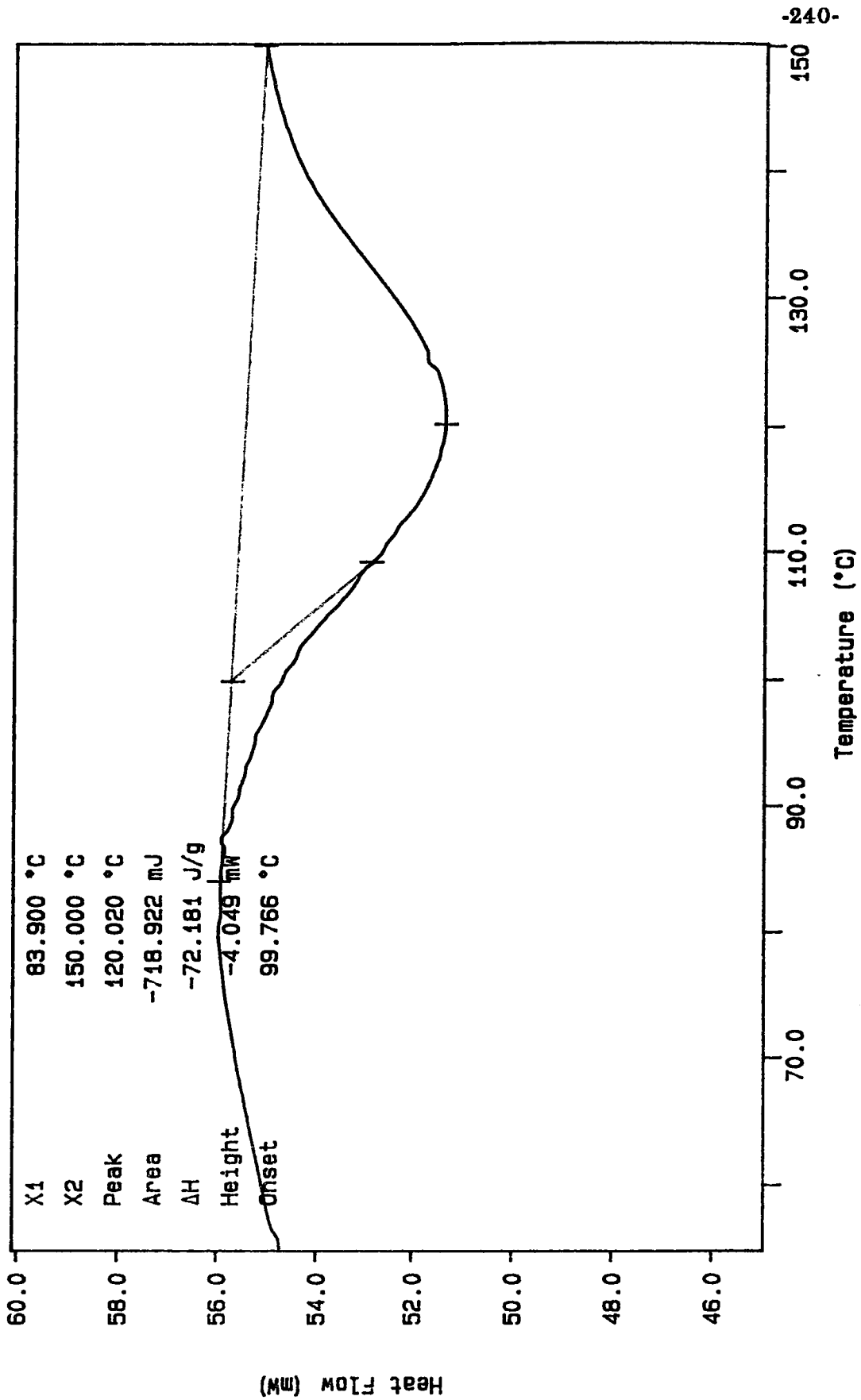
รูปที่ 2ข กราฟแสดงการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน ระหว่าง ความร้อน(heat flow : mW) กับ อุณหภูมิ (Scan rate 10 °C/min.)ของ α,ω อะครีโลลพิวตะไดอิน กับ สไตรีนมอนอเมอร์

graft-vtppg16 hrs vs styrene



รูปที่ 8 ข กราฟแสดงการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน ระหว่าง ความร้อน(heat flow : mW) กับ อุณหภูมิ(Scan rate 10 °C/min.) ของ α,ω อะคริโลลิด พอลิพรอพิลีนไกลคอล กับ สไตรีนมอนอเมอร์

graft-vtjef 24 hrs vs styrene



รูปที่ 4 ข กราฟแสดงการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน ระหว่าง ความร้อน(heat flow : mW) กับ อุณหภูมิ (Scan rate 10 °C/min.) ของ เอ็น,เอ็น-อะครีโลล-โอ,โอ-บิส-(2-อะมีโนพโรพิล) พอลิพโรพิลีนไกลคอล กับ สไตรีนมอนอเมอร์

## เอกสารอ้างอิง

1. ชัยวัฒน์ เจนวานิชย์ เคมีโพลิเมอร์พื้นฐาน พิมพ์ครั้งที่ 1 หน้า 130-193 สำนักพิมพ์โอเคียนสโตร์ พ.ศ. 2527
2. Chujo, Y. and Yamashita, Y. Telechelic Polymers : Synthesis and Applications pp. 163-179.
3. Greber, G. and Reese, E. Makromolecul Chemistry 55(69). (1962) : 82-90.
4. Greber, G. and Balcinnas, A. Makromolecul Chemistry 69(193). (1963) : 71-80.
5. Rempo, P.F. and Franta, E. Advance in Polymer Science (Macromonomer : Synthesis, Characterisation and Applications) vol. 58 pp. 3-50. Springer-Verlag Berlin Hidelberg, 1984.
6. Waak, R. and Doran, M.A. Polymer 2(365). (1961)
7. Eastmoud., G.C., Ledwith. A., Russo, S. and Sigwalt, P. Comprehensive Polymer Science (the Synthesis, Characterisation, Reaction and Application of Polymers) vol. 6 (Polymer Reaction) pp. 282-384. Pergaman Press, London, 1989
8. Asami, R. "IUPAC" 28 th. Symposium On Macromolecular 1982.
9. John, R.W. Encyclopedia of Polymer Science and Engineer vol. 9 (2nd. ed.) pp. 195-204, John Wiley and Sons, 1982.
10. Quirk, R.P. Rubber Chemistry and Technology (Recent Advances in Controlled Grafting of Elastomers) vol. 57 pp. 557-579.. 1984.