

บทที่ 3

อุปกรณ์ สารเคมีและการทดลอง

เครื่องมือที่ใช้

1. นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (NMR) บันทึกด้วยเครื่อง Bruker spectrosopin รุ่น AC - F200 (200 MHz)
2. แก๊สโครมาโทกราฟี แมสสเปกโตรเมตรี (GC-MS) บันทึกด้วยเครื่อง Fisons รุ่น MD -800
3. เครื่องไอโซนเจนเนอเรเตอร์ ของ Fishcher รุ่น 500 M
4. แก๊สโครมาโทกราฟี (GC) บันทึกด้วยเครื่อง Fisons รุ่น MD - 8000
5. ฟิวรีเออร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR) บันทึกด้วยเครื่อง Perkin Elmer รุ่น 1760X

สารเคมีที่ใช้

1. น้ำมันตะกั่ว ซื้อมาจากบริษัทวิทยาศาสตร์
2. เมธานอล (Analytical grade) ซื้อมาจากบริษัท Fluka
3. กรดซัลฟูริก (98%, analytical grade) ซื้อมาจากบริษัท J. T. Baker
4. ไดเอทิลอีเทอร์ (Reagent grade) ซื้อมาจากบริษัท J. T. Baker
5. โบรมีน (Reagent grade) ซื้อมาจากบริษัท J. T. Baker
6. คาร์บอนเตตระคลอไรด์ (Reagent grade) ซื้อมาจากบริษัท J. T. Baker
7. แคลเซียมคลอไรด์ (Reagent grade) ซื้อมาจากบริษัท J. T. Baker
8. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Reagent grade) ซื้อมาจากบริษัท J. T. Baker
9. เอทานอล (Analytical grade) ซื้อมาจากบริษัท Fluka
10. คลอโรฟอร์ม (Reagent grade) ซื้อมาจากบริษัท J. T. Baker
11. กรดฟอร์มิก (analytical grade) ซื้อมาจากบริษัท J. T. Baker
12. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (40% Reagent grade) ซื้อมาจากบริษัท J. T. Baker

13. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Reagent grade) ซื้จากบริษัท J. T. Baker
14. ไดอะซอต (N-methyl-N-nitrosotoluene-p-sulphonamide)
15. ไอโอดีน (Reagent grade) ซื้จากบริษัท J. T. Baker
16. เฮกเซน (Analytical grade) ซื้จากบริษัท Fluka
17. โพแทสเซียมไอโอดด์ (Reagent grade) ซื้จากบริษัท J. T. Baker
18. โซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส (Reagent grade) ซื้จากบริษัท J. T. Baker
19. เบนโซอิกกรด (Reagent grade) ซื้จากบริษัท J. T. Baker
20. ฟิวรีน (Reagent grade) ซื้จากบริษัท J. T. Baker
21. แก๊สออกซิเจน (บริสุทธิ์สูง) ซื้จากบริษัท TIG

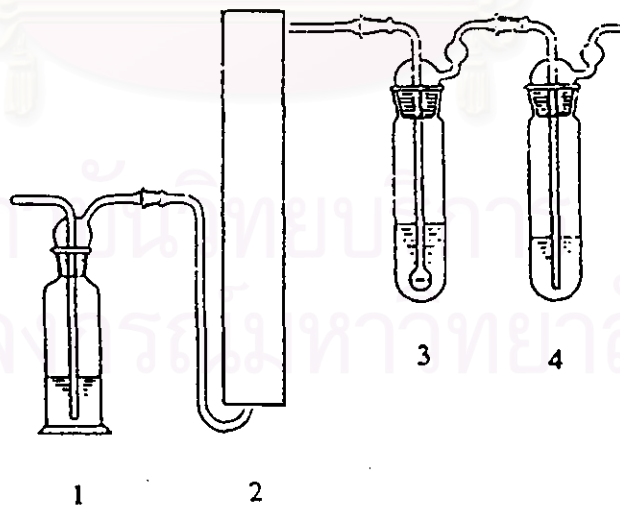


สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

นำสารที่ได้จากการทดลองที่ 1.1 ปริมาณ 5 กรัม ละลายในเมทานอล 20 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดส่วนของการทำงานปฏิกิริยาที่แช่อยู่ในอ่างน้ำแข็งใส่เกลือ ละลายโพแทสเซียมไฮไดรด์ 5 กรัม ลงในน้ำ 100 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดคักไอโซน ดังรูปที่ 1

เปิดเครื่องกำเนิดไอโซนให้ไอโซนไหลเข้าระบบ จนกระทั่งสารละลายในขวดคักไอโซนเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลเข้ม แล้วนำสารละลายในขวดส่วนของการทำงานปฏิกิริยามาตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 10 นาที นำไประเหยเมทานอลออกด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศ นำสารที่ได้มาใส่ในขวดก้นกลมขนาด 100 มิลลิลิตร เติมกรดฟอร์มิก 11 มิลลิลิตรและ 40% ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 4 มิลลิลิตร แล้วกวนอย่างแรงด้วยแท่งคนแม่เหล็กจนเกิดริฟลักซ์ เมื่อการริฟลักซ์สิ้นสุด ให้ความร้อนพร้อมทั้งกวนจนเกิดริฟลักซ์อีก 45 นาที แล้วทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง สกัดสารที่ได้โดยการเติมอีเทอร์ 20 มิลลิลิตร ลงในสารละลายที่อยู่ในกรวยแยกขนาด 250 มิลลิลิตร เขย่าให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกันแล้วเติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร เขย่าแล้วทิ้งให้แยกชั้น จากนั้นจึงแยกชั้นน้ำออกแล้วเติมน้ำกลั่นอีกทำซ้ำเช่นเดิมอีก 2 ครั้ง แยกชั้นอีเทอร์ออกดูความเข้มข้นด้วยโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส นำชั้นอีเทอร์ไประเหยตัวทำละลายด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศได้สารเหนียวใสหนัก 4.5 กรัม (82%) นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR และนำมาทำเป็นเมทริลเอสเทอร์แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-MS

เตรียมอุปกรณ์สำหรับการทำปฏิกิริยาไอโซนในเซชันดังรูป



(1) ขวดล้างแก๊ส

(2) เครื่องกำเนิดไอโซน

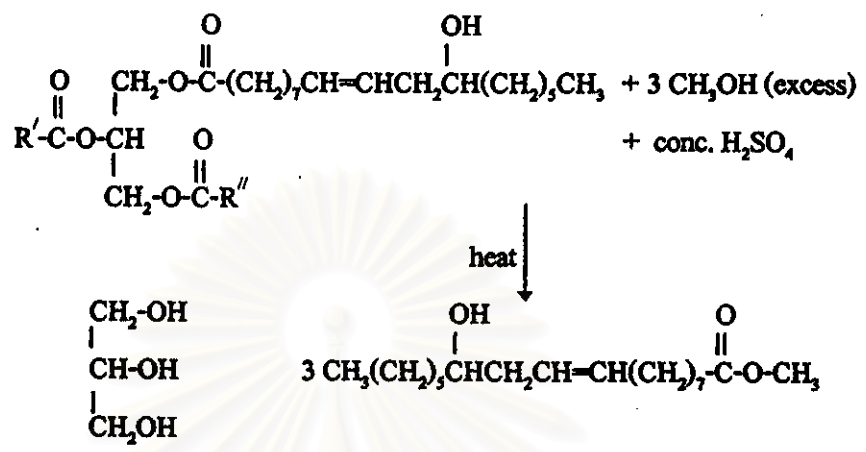
(3) ขวดส่วนของการทำงานปฏิกิริยา

(4) ขวดคักไอโซน

รูปที่ 1 อุปกรณ์การทำปฏิกิริยาไอโซนในเซชัน

2. การสังเคราะห์แอลฟาไฮดรอกซีคาร์บอนกฉิติกแอซิดจากน้ำมันละหุ่ง

2.1 ทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชัน

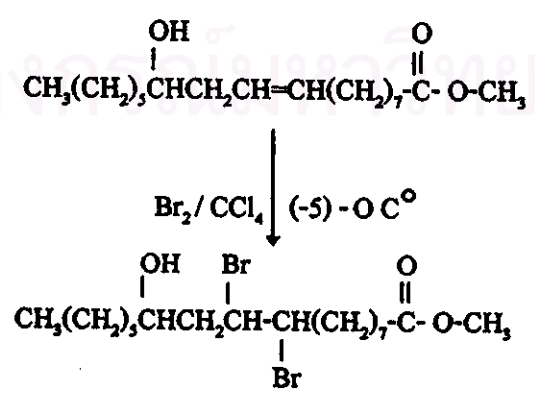


สมการที่ 3

เติมน้ำมันละหุ่ง 20 กรัม ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร เติมนิทรอกเจน 16 มิลลิลิตร นำไปกวนด้วยแท่งคนแม่เหล็กเป็นเวลาประมาณ 2-3 นาที จากนั้นค่อยๆหยดกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.8 มิลลิลิตร ลงไปในสารละลายพร้อมทั้งกวนและกั่นรีฟลักซ์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

สกัดเอสเตอร์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยอีเทอร์และล้างกฉิเซอร์ออก นิทรอกเจนส่วนเกินด้วยน้ำกั่น โดยนำสารละลายทั้งหมดใส่ลงในกรวยแยกขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำกั่น 150 มิลลิลิตร และอีเทอร์ 50 มิลลิลิตร เขย่าแล้วทิ้งให้แยกชั้น จากนั้นจึงแยกชั้นน้ำออก แล้วเติมน้ำกั่นอีกครั้งทำซ้ำเช่นเดิมอีก 2 ครั้ง แยกชั้นอีเทอร์ออกนำมาดูความชื้นด้วยโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส แล้วนำชั้นอีเทอร์มาระเหยตัวทำละลายด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศ จะได้สารสีเหลืองอ่อนหนัก 19.2 กรัม (93%) จากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR

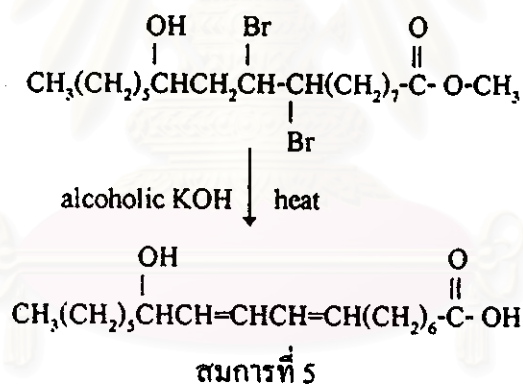
2.2 ทำปฏิกิริยาโบรมิเนชัน



สมการที่ 4

เตรียมขวด 3 คอขนาด 250 มิลลิลิตร แต่ละคอของขวดใส่ เทอร์โมมิเตอร์ หลอดใส่แคลเซียมคลอไรด์ และกรวยหยด เดิมเมทริลเอสเทอร์ที่ได้จากการทดลอง 2.1 ปริมาณ 10 กรัม ลงในขวด 3 คอแล้วนำขวดไปแช่ในอ่างน้ำแข็งใส่เกลือที่วางอยู่บนเครื่องกวน เดิม 10 % ไบรมินในคาร์บอนเตตระคลอไรด์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) 20 มิลลิลิตร ลงในกรวยหยดค่อยๆเปิดให้สารละลายไบรมินหยดลงในเมทริลเอสเทอร์ที่อยู่ในขวด พร้อมทั้งกวนด้วยแท่งคนแม่เหล็กจะสังเกตเห็นการเกิดปฏิกิริยาได้จากสีของสารละลายไบรมินจางหายไปจนกระทั่งสารละลายเกิดสีขาว จึงปิดกรวยหยดกวนสารละลายต่อไปเป็นเวลา 90 นาที หยุดปฏิกิริยาโดยนำไปเทใส่กรวยแยกที่มีน้ำเย็นอยู่ 100 มิลลิลิตร เขย่าแล้วทิ้งให้แยกชั้นประมาณ 1-2 นาที แยกชั้นน้ำออกแล้วจึงเติมน้ำเย็นอีก 100 มิลลิลิตร เขย่าแล้วทิ้งไว้ให้แยกชั้น แยกชั้นคาร์บอนเตตระคลอไรด์ออกดูความชื้นด้วยโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส แล้วนำชั้นคาร์บอนเตตระคลอไรด์มาระเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยสูญญากาศได้สารเหนียวสีเหลืองอมน้ำตาล 15.2 กรัม (98%) นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR

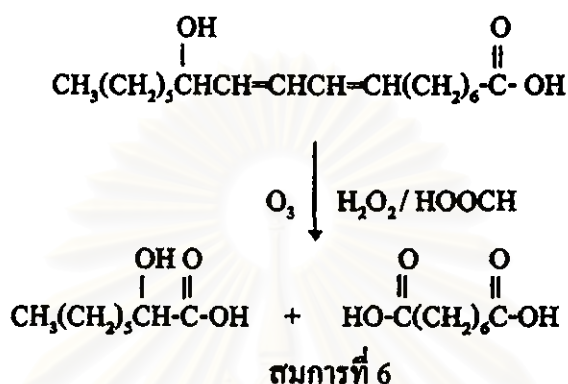
2.3 ทำปฏิกิริยาดีไฮโดรเฮโลจีนเนชัน ด้วย alcoholic KOH



ใส่โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 3.3 กรัม ลงในขวดกลมขนาด 250 มิลลิลิตร เดิมเอทานอล 33 มิลลิลิตร นำหลอดใส่แคลเซียมคลอไรด์มาต่อที่ปากขวดกันกลม แล้วนำขวดกันกลมมาแช่ในอ่างน้ำร้อนกวนด้วยแท่งคนแม่เหล็กจนกระทั่งโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ละลายหมด จากนั้นนำขวดกันกลมมาแช่ในอ่างน้ำจนกระทั่งสารละลายภายในขวดเย็นลง ต่อซุcriฟลักซ์กับขวดกันกลมเดิมสารที่ได้จากการทดลอง 2.2 ปริมาณ 7.5 กรัม ลงในขวดกันกลมแล้วนำขวดไปตั้งในอ่างน้ำร้อน พร้อมทั้งกวนสารละลายจนมีอุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นทิ้งไว้เย็นที่อุณหภูมิห้อง เดิมน้ำ 100 มิลลิลิตร เขย่าให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกันแล้วปรับ pH ให้เป็นกรดโดยค่อยๆ หยดสารละลายกรดซัลฟูริก 1 โมล/ลิตร ตกตะกอนที่ได้ด้วยอีเทอร์ โดยเติมอีเทอร์ 20 มิลลิลิตร ลงในสารละลายที่อยู่ภายในกรวยแยกขนาด 250 มิลลิลิตร เขย่าแล้วทิ้งให้แยกชั้น แยกชั้นน้ำออก เดิมน้ำกั่นอีก 100 มิลลิลิตรแล้วทำซ้ำอีก 2 ครั้ง แล้วแยกชั้นอีเทอร์ออกดูความชื้นด้วยโซเดียม

ซัลเฟตแอนไฮดริต แล้วนำชั้นอีเทอร์ไประเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศ ได้สารเหนียวสีน้ำตาลอ่อนหนัก 5.1 กรัม (82%) จากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR

2.4 ทำปฏิกิริยาไอโซไซแนซัน



นำสารที่ได้จากการทดลองที่ 2.3 ปริมาณ 5 กรัม ละลายในเมทานอล 20 มิลลิลิตร นำมาทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 1.2 โดยใช้กรดฟอร์มิค 22 มิลลิลิตร และ 40% ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 8 มิลลิลิตร ได้สารเหนียวหนัก 4.8 กรัม นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR และนำมาทำเป็นเมทริลเอตเทอร์แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-MS

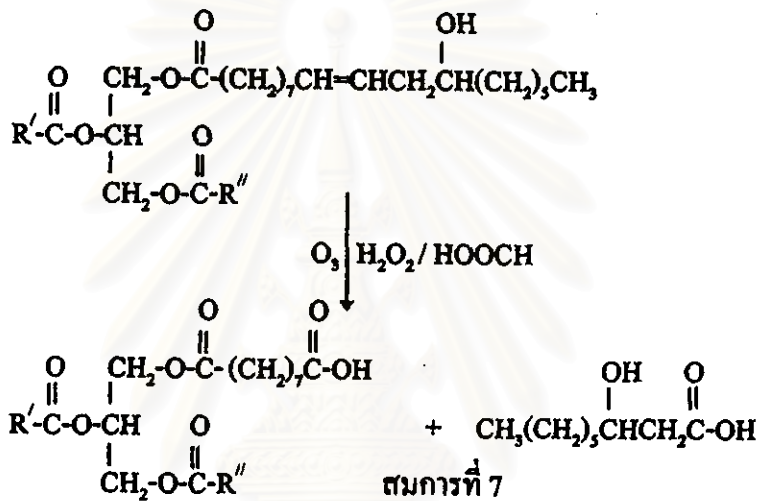
3 การแยกเบต้าไฮดรอกซีคาร์บอกซิลิกแอซิด

นำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 1.2 ปริมาณ 4 กรัม มาละลายในคลอโรฟอร์ม 5 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดกั่นกลมขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นอุ่นอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ปริมาณ 15 มิลลิลิตร ลงในขวดกั่นกลม กวนด้วยแท่งคนแม่เหล็กประมาณ 1 นาที ทิ้งให้แยกชั้น แล้วดูดเอาชั้นน้ำออก เติมน้ำกลั่นอุ่น 15 มิลลิลิตร ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง เติมคลอโรฟอร์มอีก 2 มิลลิลิตร ทำซ้ำอีก 3 ครั้ง แล้วเติมน้ำกลั่นอุ่น 15 มิลลิลิตร ทำซ้ำอีก 3 ครั้ง แล้วนำมาแยกชั้นคลอโรฟอร์มออกด้วยกรวยแยกขนาด 100 มิลลิลิตร ดูดความชื้นด้วยโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดริต นำชั้นคลอโรฟอร์มมาระเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศ ได้สารเหนียวหนัก 3.3 กรัม

นำสารที่ได้ 2 กรัม มาผ่านคอลัมน์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร โดยใช้ ซิลิกาเจล จี 60 ปริมาณ 20 กรัม เป็นตัวดูดซับและใช้อีเทอร์ผสมกับเฮกเซนในอัตราส่วน 1 : 1 เป็นตัวชะ เก็บตัวอย่างทุกๆ 5 มิลลิลิตร ด้วยขวดรูปชมพู่ขนาด 50 มิลลิลิตร จำนวน 25 ตัวอย่างแล้วระเหยตัวทำละลายออก นำสารละลายแต่ละตัวอย่างมาหยดเป็นจุดเล็กๆ บนแผ่นทินเลเยอร์โครมาโทกราฟี (TLC) ที่มีซิลิกาเป็นตัวดูดซับ (ความยาว 10 เซนติเมตร จุดเริ่มที่ 1.5 เซนติเมตร จากด้านต่ำ และ

จุดสิ้นสุดที่ 0.5 เซนติเมตร จากด้านบน) นำแผ่น TLC มาใส่ในขวดกลมขนาด 500 มิลลิลิตร ที่มีอีเทอร์ผสมกับเฮกเซนในอัตราส่วน 1 : 1 เป็นตัวชะ เมื่อสารละลายที่เป็นตัวชะถึงจุดสิ้นสุดที่ขีดไว้ นำแผ่น TLC มาระเหยตัวทำละลายออก แล้วนำมาใส่ขวดที่มีไอของไอโอดีนเพื่อดูตำแหน่งของสาร นำตัวอย่างที่ประกอบด้วยสารเพียงชนิดเดียวไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR และนำมาทำเป็นเมทริลเอสเทอร์แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC

4. ทำปฏิกิริยาไอโซไซนแซนน้ำมันละหุ่ง

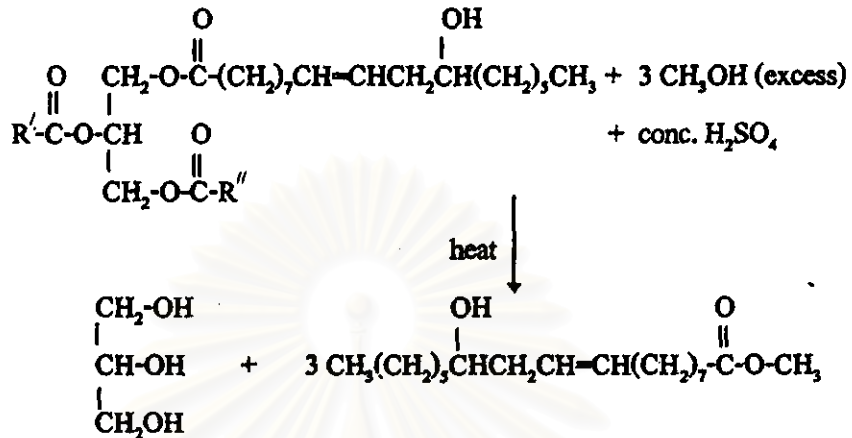


นำน้ำมันละหุ่ง 5 กรัม ละลายในเมทธานอล 20 มิลลิลิตร นำมาทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 1.2 โดยใช้กรดฟอร์มิก 11 มิลลิลิตร และ 40% ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 4 มิลลิลิตร ได้สารเหนียวใสหนัก 4.6 กรัม นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

5. การป้องกันหมู่ไฮดรอกซิลก่อนการทำปฏิกิริยาไอโซไนเซชัน

5.1 ทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชัน

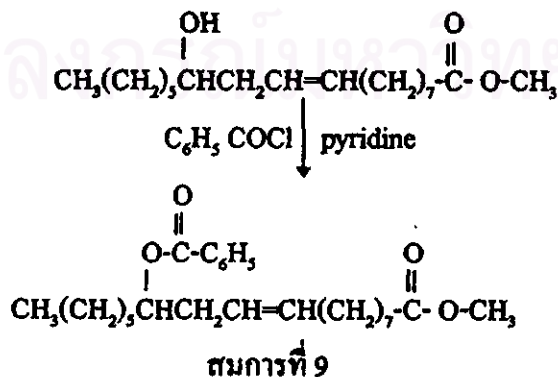


สมการที่ 8

เติมน้ำมันตะหุง 10 กรัม ลงในขวดก้นกลมขนาด 100 มิลลิลิตร เติมนิทรอก 8 มิลลิลิตร นำไปกวนด้วยแท่งคนแม่เหล็กเป็นเวลาประมาณ 2-3 นาที จากนั้นค่อยๆหยดกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.4 มิลลิลิตร ลงไปในสารละลายพร้อมทั้งกวนและกลั่นรีฟลักซ์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

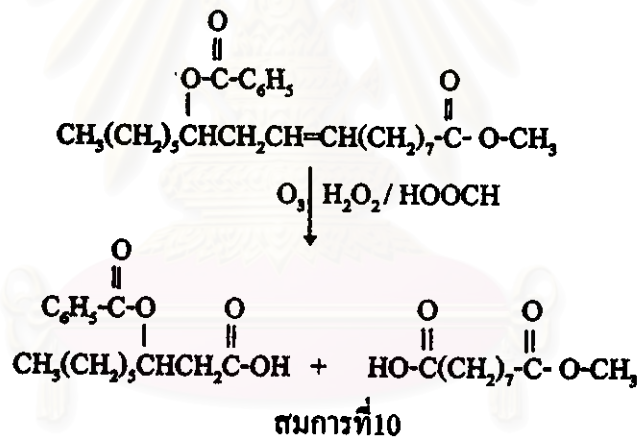
สกัดเอสเตอร์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยอีเทอร์และล้างกลีเซอรอล นิทรอกออกด้วยน้ำกลั่น โดยนำสารละลายทั้งหมดใส่ลงในกรวยแยกขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร และอีเทอร์ 25 มิลลิลิตร เขย่าแล้วทิ้งให้แยกชั้น จากนั้นจึงแยกชั้นน้ำออกแล้วเติมน้ำกลั่นอีกทำซ้ำเช่นเดิมอีก 2 ครั้ง แยกชั้นอีเทอร์ออกนำมาดูความชื้นด้วยโซเดียมซัลเฟตแอนไฮไดรต แล้วนำชั้นอีเทอร์มาระเหยตัวทำละลายด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศ จะได้สารสีเหลืองอ่อนหนัก 9.6 กรัม (93%) นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR

5.2 การป้องกันหมู่ไฮดรอกซิลด้วยเบนโซอิลคลอไรด์



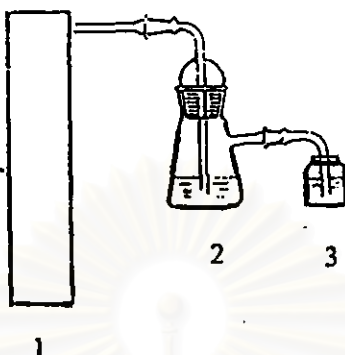
นำสารที่ได้จากการทดลองที่ 5.1 ปริมาณ 5 กรัม ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมเบนโซอิลกลอไรด์ 2.7 มิลลิลิตร พิริดีน 3.4 มิลลิลิตร นำไปกวนด้วยแท่งคนแม่เหล็ก จะสังเกตเห็นการเกิดปฏิกิริยาได้จากสารละลายภายในขวดรูปชมพู่จะอุ่นขึ้น กวนสารละลายเป็นเวลา 25 นาที หยุดปฏิกิริยาโดยเติมสารละลายกรดซัลฟุริก 1 โมล/ลิตร 80 มิลลิลิตร และน้ำแข็งบด 34 กรัม ลงในขวดรูปชมพู่กวนด้วยแท่งคนแม่เหล็กประมาณ 10 นาที ตักสารที่ได้โดยเติม กลอโรฟอร์ม 25 มิลลิลิตร ลงในสารละลายที่อยู่ภายในกรวยแยกขนาด 250 มิลลิลิตร เขย่าแล้วทิ้งให้แยกชั้น แยกชั้นน้ำออก เติมน้ำกลั่นอีก 100 มิลลิลิตร เขย่าแล้วทิ้งให้แยกชั้น แยกชั้นน้ำออก ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง แล้วแยกชั้นกลอโรฟอร์มออกดูความเข้มข้นด้วยโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส แล้วนำชั้น กลอโรฟอร์มระเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศ ได้สารเหนียวใสหนัก 6.8 กรัม นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR และ FT-IR

5.3 ทำปฏิกิริยาไอโซในเขตรัน



นำสารที่ได้จากการทดลองที่ 5.2 ปริมาณ 5 กรัม ละลายในกลอโรฟอร์ม 20 มิลลิลิตร นำมาทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 1.2 โดยใช้กรดฟอร์มิก 11 มิลลิลิตร และ 40% ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 4 มิลลิลิตร ได้สารเหนียวใสหนัก 4.1 กรัม นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR

6. การเตรียมเมทริลเอสเตอร์สำหรับการวิเคราะห์ด้วย GC , GC-MS
เตรียมอุปกรณ์สำหรับการทำปฏิกิริยา ดังรูป



- (1) ถังแก๊สไนโตรเจน
- (2) ขวดรูปชมพู่มีแขนขนาด 100 มิลลิลิตร
- (3) ขวดขนาด 5 มิลลิลิตร

รูปที่ 2 อุปกรณ์การเตรียมเมทริลเอสเตอร์

ใส่สารที่ต้องการทำเป็นเมทริลเอสเตอร์ประมาณ 10 มิลลิกรัมและอีเทอร์ 2 มิลลิลิตร ลงในขวดหมายเลข 3 (รูปที่ 2)

เติมเอทานอล 5 มิลลิลิตร โคอะซอล 1 ซ้อนดวงและสารละลายอิมคิวไซเคียมไฮดรอกไซด์ในน้ำ 0.5 มิลลิลิตรลงในขวดหมายเลข 2 แล้วปิดฝาทันที ค่อยๆ เปิดแก๊สไนโตรเจนไหลผ่านระบบเป็นฟองเล็กๆ โดยดูจากฟองอากาศที่ขวดหมายเลข 2 จนกระทั่งสารละลายในขวดหมายเลข 3 เป็นสีเหลืองอ่อน จึงปิดแก๊สไนโตรเจนที่ไหลผ่านระบบ

นำสารละลายในขวดหมายเลข 3 ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC , GC-MS

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย