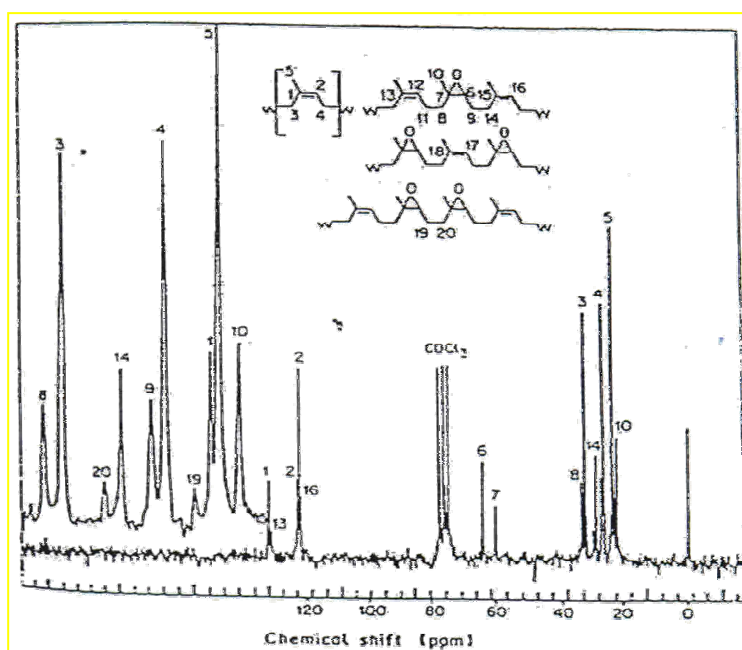


น้ำหนักต่อปริมาตร โดยใช้ดิวเทอเรตคลอโรฟอร์ม (Deuterated chloroform) ในหลอดทดลองขนาด 5 มิลลิลิตร และใช้เตตราเมทิลไซเลน (Tetramethyl silane, TMS) เป็นสารมาตรฐาน มีการวิเคราะห์ได้ 2 วิธี คือ ^{13}C -NMR และ ^1H -NMR spectrum โดยทำที่อุณหภูมิห้อง [13] ตัวอย่างการวัด ^{13}C -NMR spectrum ของยางธรรมชาติอีพอกไซด์จะแสดงการเลื่อน (Chemical shift) ของคาร์บอนตรงตำแหน่งพันธะคู่ (Olefinic carbon) และคาร์บอนของหมู่อีพอกไซด์ (Epoxy ring carbon) ดังแสดงในภาพประกอบที่ 8

จะเห็นว่าเรโซแนนซ์ของคาร์บอนตรงตำแหน่งพันธะคู่ ปรากฏจุดยอดที่ประมาณ 124.4, 125.0 และ 125.7 ppm และคาร์บอนของหมู่อีพอกไซด์ปรากฏจุดยอดที่ประมาณ 64.5 ppm ซึ่งสามารถคำนวณเปอร์เซ็นต์โมลอีพอกไซด์ได้จากอัตราส่วนของพื้นที่ใต้จุดยอด จากความสัมพันธ์ดังสมการที่ 1 (เจริญ นาคะสรรค์ และคณะ 2544)

$$\% \text{ Mole epoxide} = \frac{A_{64.5}}{A_{64.5} + A_{124.4, 125.0, 125.7}} \times 100 \quad (1)$$

โดยที่ $A_{64.5}$, $A_{124.4}$, $A_{125.0}$ และ $A_{125.7}$ เป็นพื้นที่ใต้จุดยอดที่ตำแหน่ง 64.5, 124.4, 125.0 และ 125.7 ppm ตามลำดับ

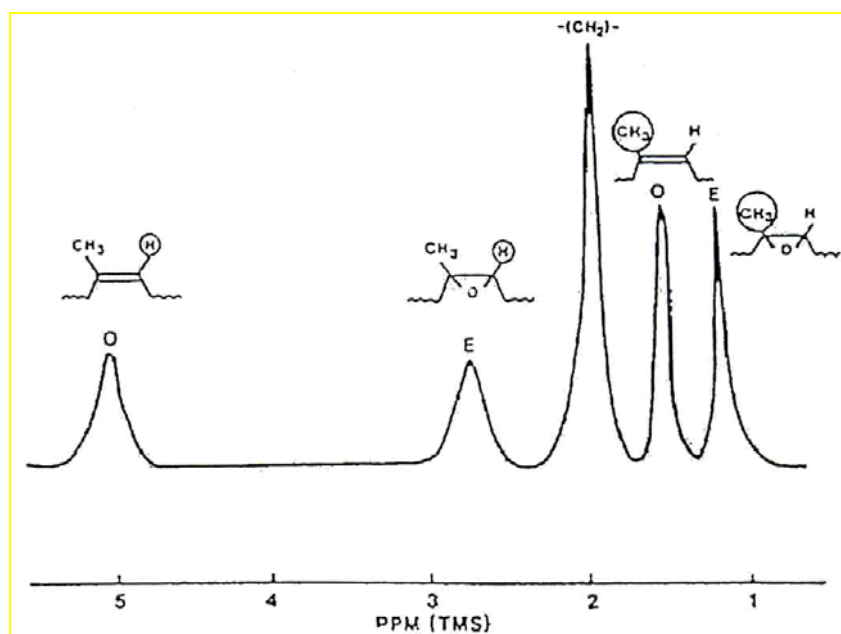


ภาพประกอบที่ 8 แสดง ^{13}C -NMR สเปกตรัมของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์โมล [14]

ตัวอย่างการวัด $^1\text{H-NMR}$ spectrum ของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ในภาพประกอบที่ 9 แสดงการเลื่อนของโปรตอนที่เกี่ยวข้องกับคาร์บอนที่เกิดพันธะคู่ที่ประมาณ 5.14 ppm และโปรตอนที่เกี่ยวข้องกับคาร์บอนของหมู่อีพอกไซด์ที่ประมาณ 2.70 ppm ซึ่งสามารถคำนวณเปอร์เซ็นต์โมลอีพอกไซด์ได้จากอัตราส่วนของพื้นที่ใต้จุดยอด โดยอาศัยความสัมพันธ์ดังสมการที่ 2 [13]

$$\% \text{ Mole epoxide} = \frac{A_{2.70}}{A_{2.70} + A_{5.14}} \times 100 \quad (2)$$

โดยที่ $A_{2.70}$ และ $A_{5.14}$ เป็นพื้นที่ใต้พีคที่ตำแหน่ง 2.70 และ 5.14 ppm



ภาพประกอบที่ 9 แสดง $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 50 เปอร์เซ็นต์โมล [12]

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (Infrared spectroscopy)

เตรียมตัวอย่างให้อยู่ในรูปของสารละลาย โดยใช้คาร์บอนเตตระคลอไรด์ (CCl_4) เป็นตัวทำละลาย แล้วนำไปเคลือบบนแผ่นผลึกโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) จากนั้นนำไปอบเพื่อไล่ตัวทำละลายออกไป วิเคราะห์ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ โดยทั่วไปอินฟราเรดสเปกตรัมของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ จะปรากฏตำแหน่งของแถบการดูดกลืนของหมู่

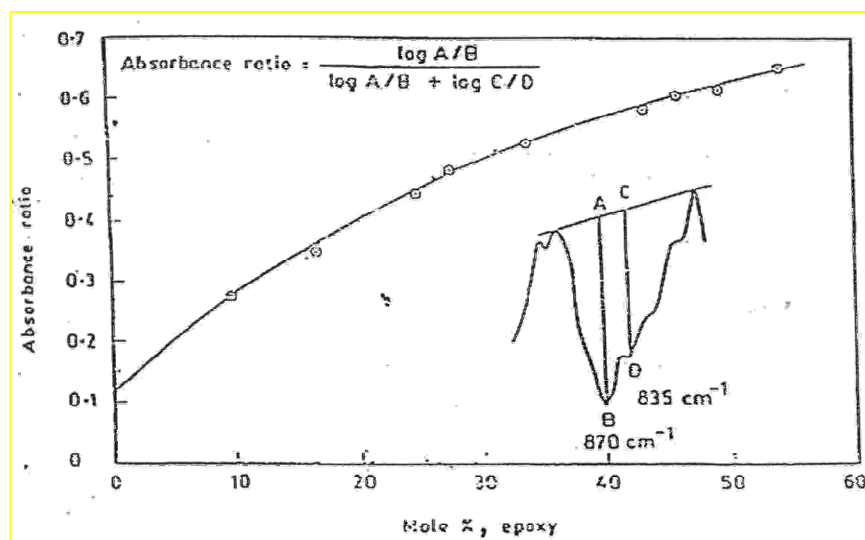
อีพอกไซด์ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 และ 1240 cm^{-1} นอกเหนือจากแถบการดูดกลืนแสงปกติของยางธรรมชาติ และอาจปรากฏแถบการดูดกลืนของหมู่อื่นๆ อันเนื่องมาจากปฏิกิริยาการเปิดวงแหวนของหมู่อีพอกไซด์ เช่น แถบการดูดกลืนของหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl group) ที่ตำแหน่งเลขคลื่น $3600\text{--}3200\text{ cm}^{-1}$ หมู่ฟูเร็น (furan group) ตำแหน่งเลขคลื่น 1065 cm^{-1} และหมู่อีเธอร์ (ether group) ตำแหน่งเลขคลื่น $1800\text{--}1650\text{ cm}^{-1}$ [11]

คำนวณค่าอัตราส่วนการดูดกลืน (Absorbance ratio) ของแถบดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 cm^{-1} (cis-epoxy) ต่อแถบดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 835 cm^{-1} (cis-double bond) คำนวณค่าอัตราส่วนการดูดกลืน จากสมการที่ 3 ดังนี้

$$\text{Absorbance ratio} = \frac{a_{870}}{a_{870} + a_{835}} \quad (3)$$

โดย a_{870} และ a_{835} เป็นการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 และ 835 cm^{-1} ตามลำดับ

นำค่าอัตราส่วนการดูดกลืนแสงที่ได้ไปคำนวณเปอร์เซ็นต์โมลอีพอกไซด์ โดยเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานที่พล็อตระหว่างค่าเปอร์เซ็นต์โมลอีพอกไซด์ กับอัตราส่วนการดูดกลืนแสงของสเปกตรัมที่ตำแหน่งเลขคลื่น $870/835\text{ cm}^{-1}$ ดังแสดงในภาพประกอบที่ 10



ภาพประกอบที่ 10 แสดงกราฟมาตรฐานเปอร์เซ็นต์โมลอีพอกไซด์ของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR [11]