บทที่ 3

ผลการทดลอง

ก. สารเคมี และเครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์

1. สารเคมีที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

ก) แอนนิลีนไฮโดรคลอไรด์ (Aniline Hydrochloride)

ข) โซเดียมเอไซด์ (Sodium Azide)

ค) เบนโซไนไทรล์ (Benzonitrile)

ง) ไทรบิวทิลทินคลอไรด์ (Tributyltinchloride)

จ) อะซีโตไนไทรล์ (Acetonitrile)

ฉ) โพรไพโอไนไทรล์ (Propionitrile)

ช) บิวไทโรไนไทรล์ (Butyronitrile)

ซ) วาเลอร์โรไนไทรล์ (Valeronitrile)

ฌ) เฮกเซนไนไทรล์ (Hexanenitrile)

ญ) เฮปทาโนไนไทรล์ (Heptanonitrile)

ฎ) เฮปทิลไซยาไนด์ (Heptyl cyanide)

ฏ) 3-เมธอกซี-โพรไพโอไนไทรล์ (3-Methoxy-propio nitrile)

ฐ) ไดเมธิลไซยานาไมด์ (Dimethylcyanamide)

ฑ) กรดกำมะถันเข้มข้น

ฒ) กรดเกลือเข้มข้น

ณ) ซิลิกาเจล (Silicagel 7734 particle size 0.063 - 0.200 mm for column chromatagraphy)

2. ตัวทำละลาย

ก) ไดคลอโรมีเธน (Dichlomethane)

ข) ไดเมธิลฟอร์มาไมด์ (Dimethylformamide)

ค) คลอโรฟอร์ม (Chloroform)

ง) เมธานอล (Methanol)

จ) เพนทิลอะซีเตต (Pentyl Acetate)

ช) เอธิลอะซีเตต (Ethyl Acetate)

3. เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

ก) เครื่องมือวัดจุดหลอมเหลว (Buchi 510 Melting Point Apparatus)

ข) เครื่องมือวัดอินฟราเรดเสปกตรา (Perkin Elmer Model 1430 Infrared Spectrophotometers)

ค) เครื่องมือวัดโปรตอน และคาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์เสปกตรา (Bruker AC 200 MHz. Fourier Transform NMR Spectrometer)

ง) เครื่องมือวัดแมสเสปกตรา (JEOL. jms-dx 300 Mass Spectrometer)

จ) เครื่องกลั่น สำหรับหาอุณภูมิที่เปอร์เซนต์การกลั่นของน้ำมันดีเซลต่าง ๆ (ASTM E 133)

ฉ) ไฮโดรมิเตอร์ สำหรับหาค่าความถ่วงเอพีไอของน้ำมันดีเซล (ASTM E 100)

ช) เครื่องวัดค่าซีเทน (ASTM D 613)

ข. วิธีการสังเคราะห์เททระโซล

1. วิธีการสังเคราะห์เททระโซลโดยใช้โซเดียมเอไซด์

การสังเคราะห์ 5-ฟีนิลเททระโซล

นำเอาเบนโซไนไทรล์ 0.2 มิลลิลิตร (0.002 โมล) โซเดียมเอไซด์ 0.1463 กรัม (0.0022 โมล) 14.3 กรัม และแอนนิลีนไฮโดรคลอไรด์ 0.0269 กรัม (0.0002 โมล) และตัวทำละลาย ไดเมธิลฟอร์มาไมด์ 10 มิลลิลิตร กวน และให้ความร้อน ที่อุณหภูมิ 123 - 127 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7 ชั่วโมง ระเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องกลั่นลดความดัน และทำให้ 5-ฟีนิลเททระโซล บริสุทธิ์ได้ดังนี้

นำเอาผลผลิตที่ได้มาละลายในน้ำกลั่นประมาณ 10 มิลลิลิตร และทำให้เป็นกรดด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น จนมีค่าพีเอช (pH) เท่ากับ 2 หลังจากนั้น นำไปแช่ในอ่างน้ำแข็งจนอุณหภูมิลดลงถึง 5 องศาเซลเซียส กรองเอาตะกอนที่ได้ไปทำการตกผลึกด้วยน้ำได้ 5-ฟีนิลเททระโซล 0.08 กรัม (เปอร์เซนต์ผลิตผลเท่ากับ 27.97) มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 214 - 215 องศาเซลเซียส (จากวารสารที่อ้างอิงมีจุดหลอมเหลว เท่ากับ 213 - 215 องศาเซลเซียส[20]) ซึ่งทำการหาโครงสร้างด้วยอินฟราเรด ในรูปที่ 34.1 และตารางที่ 26 และสมการที่ 26

2. วิธีการสังเคราะห์เททระโซลด้วยไทรบิวทิลทินเอไซด์

ก) การสังเคราะห์ไทรบิวทิลทินเอไซด์

ละลายโซเดียมเอไซด์ 32.7040 กรัม (0.503 โมล) ด้วยน้ำกลั่น 350 มิลลิลิตร แล้วเติมไทรบิวทิลทินคลอไรด์ลงไป 90.5 มิลลิลิตร (0.333 โมล) คนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 ชั่วโมง

สกัดด้วยไดคลอโรมีเธน 2 ครั้ง ๆ ละ 350 มิลลิลิตร แยกเอาชั้น

ไดคลอโรมีเธนมาระเหยด้วยเครื่องกลั่นลดความดันจนไดคลอโรมีเธนหมด ได้ไทรบิวทิลทินเอไซด์ 98.7185 กรัม (เปอร์เซนต์ผลิตผลเท่ากับ 89.1)

ข) การสังเคราะห์ 5-พีนิลเททระโซล

ผสมไทร-เอ็น-บิวทิลทินเอไซด์ 8.4447 กรัม (0.025 โมล) เข้ากับเบนโซไนไทรล์ 5.5 มิลลิลิตร (0.054 โมล) รีฟลักซ์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ตรวจดูการดำเนินของปฏิกิริยาด้วยอินฟราเรด จนกระทั่งแถบการดูดกลืนอินฟราเรด ที่ประมาณ 2060 ซม$^{-1}$ หายไป ของผสมที่ได้จะแยกกันเป็น 2 ชั้น ละลายส่วนผสมของปฏิกิริยาด้วยตัวทำละลายอีเทอร์ และเติมไฮโดรเจนคลอไรด์ที่ปราศจากน้ำซึ่งละลายอยู่ในอีเทอร์ จะได้ผลึกเป็นรูปเข็มใสไม่มีสี ระเหย อีเทอร์ และไฮโดรเจนคลอไรด์ในระบบสูญญากาศ ตกผลึกด้วยเมธานอล ผลึกที่ได้คือ 5-พีนิลเททระโซล 1.8764 กรัม (เปอร์เซนต์ผลิตผลเท่ากับ 55) มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 214 - 215 องศาเซลเซียส (จากวารสารที่อ้างอิงมีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 213 - 215 องศาเซลเซียส[20]) ซึ่งทำการหาโครงสร้างด้วย อินฟราเรด เอ็นเอ็มอาร์ และ แมสเสปกโตรเมตรี ในตารางที่ 26 27 และ 28 และรูปที่ 34.2 35.1 35.2 36 และ 37 และสมการที่ 26 ตามลำดับ

ค) การสังเคราะห์ 5-เมธิลเททระโซล

ผสมไทร-เอ็น-บิวทิลทินเอไซด์ 7.9055 กรัม (0.024 โมล) เข้ากับอะซีโตไนไทรล์ 3.5 มิลลิลิตร (0.067โมล) รีฟลักซ์ เป็นเวลา 31 ชั่วโมง ตรวจดูการดำเนินของปฏิกิริยาด้วยอินฟราเรด จนกระทั่งแถบการดูดกลืนอินฟราเรดที่ประมาณ 2060 ซม$^{-1}$ หายไป ของผสมที่ได้จะแยกกันเป็น 2 ชั้น ละลายส่วนผสมของปฏิกิริยาด้วยตัวทำละลายอีเทอร์ และเติมไฮโดรเจนคลอไรด์ที่ปราศจากน้ำซึ่งละลายอยู่ในอีเทอร์ จะได้ผลึกเป็นรูปเข็มใสไม่มีสี ระเหยอีเทอร์ และไฮโดรเจนคลอไรด์ในระบบสูญญากาศ ตกผลึกด้วยเพนทิลอะซีเตด ผลึกที่ได้คือ 5-เมธิลเททระโซล 0.7857 กรัม (เปอร์เซนต์ผลิตผลเท่ากับ 40.9) มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 146 - 147 องศา

เซลเซียส (จากวารสารที่อ้างอิง มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 148 - 148.5 องศาเซลเซียส[19]) ซึ่งทำการหาโครงสร้างด้วย อินฟราเรด เอ็นเอ็มอาร์ และแมสเสปกโตรเมตรี ในตารางที่ 2 3 และ 4 และ รูปที่ 2 3 4 และ 5 และสมการที่ 18 ตามลำดับ

ง) การสังเคราะห์ 5-เอธิลเททระโซล

ผสมไทร-เอ็น-บิวทิลทินเอไซด์ 5.5560 กรัม (0.016 โมล) เข้ากับโพรไพโอไนไทรล์ 4.0 มิลลิลิตร (0.056 โมล) รีฟลักซ์ เป็นเวลา 7 ชั่วโมง ตรวจดูการดำเนินของปฏิกิริยาด้วยอินฟราเรด จนกระทั่งแถบการดูดกลืนอินฟราเรดที่ประมาณ 2060 ซม$^{-1}$ หายไป ของผสมที่ได้จะแยกกันเป็น 2 ชั้น ละลายส่วนผสมของปฏิกิริยาด้วยตัวทำละลายอีเทอร์ และเติมไฮโดรเจนคลอไรด์ที่บราศจากน้ำซึ่งละลายอยู่ในอีเทอร์ จะได้ผลึกเป็นรูปเข็มใสไม่มีสี ระเหยอีเทอร์ และไฮโดรเจนคลอไรด์ในระบบสูญญากาศ ตกผลึกด้วยเอธิลอะซีเตด ผลึกที่ได้คือ 5-เอธิลเททระโซล 0.7857 กรัม (เปอร์เซนต์ผลิตผลเท่ากับ 40.9) มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 96 - 97 องศาเซลเซียส (จากวารสารที่อ้างอิงมีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 98 - 99 องศาเซลเซียส[19]) ซึ่งทำการหาโครงสร้าง ด้วยอินฟราเรด เอ็นเอ็มอาร์ และ แมสเสปกโตรเมตรี ในตารางที่ 5 6 และ 7 และรูปที่ 6 7.1 7.2 8 และ 9 และสมการที่ 19 ตามลำดับ

จ) การสังเคราะห์ 5-โพรพิลเททระโซล

ผสมไทร-เอ็น-บิวทิลทินเอไซด์ 8.0010 กรัม (0.024 โมล) เข้ากับบิวไทโรไนไทรล์ 5 มิลลิลิตร (0.057 โมล) รีฟลักซ์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ตรวจดูการดำเนินของปฏิกิริยาด้วยอินฟราเรด จนกระทั่งแถบการดูดกลืนอินฟราเรดที่ประมาณ 2060 ซม$^{-1}$ หายไป ของผสมที่ได้จะแยกกันเป็น 2 ชั้น ละลายส่วนผสมของปฏิกิริยาด้วยตัวทำละลายอีเทอร์ และเติมไฮโดรเจนคลอไรด์ที่บราศจากน้ำซึ่งละลายอยู่ในอีเทอร์ จะได้ผลึกเป็นรูปเข็มใสไม่มีสี ระเหย อีเทอร์ และไฮโดรเจนคลอไรด์ในระบบสูญญากาศ แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี โดยใช้ซิลิกาเจลเป็นตัวดูดซับ

(adsorbent) และใช้ตัวทำละลายผสมระหว่าง คลอโรฟอร์ม และเมธานอลเป็นตัวชะ (eluent) ผลึกที่ได้คือ 5-โพรพิลเททระโซล 1.6657 กรัม (เปอร์เซนต์ผลิตผลเท่ากับ 67.3) มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 62 - 63 องศาเซลเซียส (จากวารสารที่อ้างอิงมีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 64 - 65 องศาเซลเซียส[19]) ซึ่งทำการหาโครงสร้างด้วยอินฟราเรด เอ็นเอ็มอาร์ และ แมสเสปกโตรเมตรี ในตารางที่ 8 9 และ 10 และรูปที่ 10 11.1 11.2 12 และ 13 และสมการที่ 20 ตามลำดับ

ฉ) การสังเคราะห์ 5-บิวทิลเททระโซล

ผสมไทร-เอ็น-บิวทิลทินเอไซด์ 6.737 กรัม (0.020 โมล) เข้ากับวาเลอโรไนไทรล์ (valeronitrile) 7.4 มิลลิลิตร (0.070 โมล) รีฟลักซ์เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที ตรวจดูการดำเนินของปฏิกิริยาด้วยอินฟราเรด จนกระทั่งแถบการดูดกลืนอินฟราเรดที่ ประมาณ 2060 ซม$^{-1}$ หายไป ของผสมที่ได้จะแยกกันเป็น 2 ชั้น ละลายส่วนผสมของปฏิกิริยา ด้วยตัวทำละลายอีเทอร์ และเติมไฮโดรเจนคลอไรด์ที่บราศจากน้ำ ซึ่งละลายอยู่ในอีเทอร์ จะได้ผลึกเป็นรูปเข็มใสไม่มีสี ระเหยอีเทอร์ และไฮโดรเจนคลอไรด์ในระบบสูญญากาศ แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี โดยใช้ซิลิกาเจลเป็นตัวดูดซับ และ ใช้ตัวทำละลายผสมระหว่าง คลอโรฟอร์ม และเมธานอล เป็นตัวชะ ผลึกที่ได้ คือ 5-บิวทิลเททระโซล 1.5764 กรัม (เปอร์เซนต์ผลิตผลเท่ากับ 64.2) มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 47 - 48 องศาเซลเซียส (จากวารสารที่อ้างอิง มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 47.5 - 48.5 องศาเซลเซียส[19]) ซึ่งทำการหาโครงสร้าง ด้วย อินฟราเรด เอ็นเอ็มอาร์ และ แมสเสปกโตรเมตรี ในตารางที่ 11 12 และ 13 และรูปที่ 14 15.1 15.2 16 และ 17 และสมการที่ 21 ตามลำดับ

ช) การสังเคราะห์ 5-เพนทิลเททระโซล

ผสมไทร-เอ็น-บิวทิลทินเอไซด์ 8.4052 กรัม (0.025 โมล) เข้ากับเฮกเซนไนไทรล์ 7.0 มิลลิลิตร (0.058 โมล) รีฟลักซ์ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ตรวจดูการดำเนินของปฏิกิริยาด้วยอินฟราเรด จนกระทั่งแถบการดูดกลืน อินฟราเรดที่ประมาณ

2060 ซม$^{-1}$ หายไป ของผสมที่ได้จะแยกกันเป็น 2 ชั้น ละลายส่วนผสมของปฏิกิริยาด้วยตัวทำละลายอีเทอร์ และ เติมไฮโดรเจนคลอไรด์ที่ปราศจากน้ำซึ่งละลายอยู่ในอีเทอร์ จะได้ผลึกเป็นรูปเข็มใสไม่มีสี ระเหย อีเทอร์ และไฮโดรเจนคลอไรด์ในระบบสูญญากาศ แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยวิธีคอลัมน์ โครมาโตกราฟี โดยใช้ซิลิกาเจลเป็นตัวดูดซับ และใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างคลอโรฟอร์ม และเมธานอลเป็นตัวชะ ผลึกที่ได้คือ 5-เพนทิลเททระโซล 2.0457 กรัม (เปอร์เซนต์ผลิตผลเท่ากับ 62.6) มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 41 - 42 องศาเซลเซียส (จากวารสารที่อ้างอิงมีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 41 - 42 องศาเซลเซียส[19]) ซึ่งทำการหาโครงสร้างด้วย อินฟราเรด เอ็นเอ็มอาร์ และแมสเสปกโตรเมตรี ในตารางที่ 14 15 และ16 และรูปที่ 18 19.1 19.2 20 และ 21 และสมการที่ 22 ตามลำดับ

ช) การสังเคราะห์ 5-เฮกซิลเททระโซล

ผสมไทร-เอ็น-บิวทิลทินเอไซด์ 4.0606 กรัม (0.012 โมล) เข้ากับเฮปทาโนไนไทรล์ (heptanonitrile) 3.5 มิลลิลิตร (0.025 โมล) รีฟลักซ์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตรวจดูการดำเนินของปฏิกิริยาด้วยอินฟราเรด จนกระทั่งแถบการดูดกลืนอินฟราเรดที่ประมาณ 2060 ซม$^{-1}$ หายไป ของผสมที่ได้จะแยกกันเป็น 2 ชั้น ละลายส่วนผสมของปฏิกิริยาด้วยตัวทำละลายอีเทอร์ และเติมไฮโดรเจนคลอไรด์ที่ปราศจากน้ำซึ่งละลายอยู่ในอีเทอร์ จะได้ผลึกเป็นรูปเข็มใสไม่มีสี ระเหยอีเทอร์ และไฮโดรเจนคลอไรด์ในระบบสูญญากาศ แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี โดยใช้ซิลิกาเจลเป็นตัวดูดซับ และใช้ตัวทำละลายผสมระหว่าง คลอโรฟอร์ม และเมธานอลเป็นตัวชะ ผลึกที่ได้คือ 5-เฮกซิลเททระโซล 0.9975 กรัม (เปอร์เซนต์ผลิตผลเท่ากับ 56.2) มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 46 - 47 องศาเซลเซียส (จากวารสารที่อ้างอิงมีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 46.5 - 47.5 เซลเซียส[19]) ซึ่งทำการหาโครงสร้างด้วยอินฟราเรด เอ็นเอ็มอาร์ และ แมสเสปกโตรเมตรี ในตารางที่ 17 18 และ 19 และรูปที่ 22 23.1 23.2 24 และ 25 และสมการที่ 23 ตามลำดับ

ฌ) การสังเคราะห์ 5-เฮปทิลเททระโซล

ผสมไทร-เอ็น-บิวทิลทินเอไซด์ 4.0606 กรัม (0.012 โมล) เข้ากับเฮปทิลไซยาไนด์ (heptyl cyanide) 3.5 มิลลิลิตร (0.022 โมล) รีฟลักซ์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ตรวจดูการดำเนินของปฏิกิริยาด้วยอินฟราเรด จนกระทั่งแถบการดูดกลืนอินฟราเรดที่ประมาณ 2060 ซม$^{-1}$ หายไป ของผสมที่ได้จะแยกกันเป็น 2 ชั้น ละลายส่วนผสมของปฏิกิริยาด้วยตัวทำละลายอีเทอร์ และเติมไฮโดรเจนคลอไรด์ที่บราศจากน้ำซึ่งละลายอยู่ในอีเทอร์ จะได้ผลึกเป็นรูปเข็มใสไม่มีสี ระเหยอีเทอร์ และไฮโดรเจนคลอไรด์ในระบบสูญญากาศ แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี โดยใช้ซิลิกาเจลเป็นตัวดูดซับ และใช้ตัวทำละลายผสมระหว่าง คลอโรฟอร์ม และเมธานอลเป็นตัวชะ ผลึกที่ได้คือ 5-เฮปทิลเททระโซล 1.2314 กรัม (เปอร์เซนต์ผลิตผลเท่ากับ 62.3) มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 41 - 42 องศาเซลเซียส (จากวารสารที่อ้างอิง มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 41.5 - 42.5 องศาเซลเซียส[19]) ซึ่งทำการหาโครงสร้าง ด้วยอินฟราเรด เอ็นเอ็มอาร์ และ แมสเสปกโตรเมตรี ในตารางที่ 20 21 และ 22 และรูปที่ 26 27.1 27.2 28 และ 29 และสมการที่ 24 ตามลำดับ

ญ) การสังเคราะห์ 5-(2-เมธอกซี-เอธิล)-เททระโซล

ผสมไทร-เอ็น-บิวทิลทินเอไซด์ 6.6411 กรัม (0.019 โมล) เข้ากับ 3-เมธอกซี-โพรไพโอไนไทรล์ (3-methoxy-propionitrile) 5.0 มิลลิลิตร (0.055 โมล) รีฟลักซ์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ตรวจดูการดำเนินของปฏิกิริยาด้วยอินฟราเรด จนกระทั่งแถบการดูดกลืนอินฟราเรดที่ ประมาณ 2060 ซม$^{-1}$ หายไป ของผสมที่ได้จะแยกกันเป็น 2 ชั้น ละลายส่วนผสมของปฏิกิริยาด้วยตัวทำละลายอีเทอร์ และเติมไฮโดรเจนคลอไรด์ที่บราศจากน้ำซึ่งละลายอยู่ในอีเทอร์ จะได้ผลึกเป็นรูปเข็มใสไม่มีสี ระเหย อีเทอร์ และไฮโดรเจนคลอไรด์ในระบบสูญญากาศ แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี โดยใช้ซิลิกาเจลเป็นตัวดูดซับ และใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างคลอโรฟอร์ม และเมธานอล เป็นตัวชะ ผลึกที่ได้คือ 5-(2-เมธอกซี-เอธิล)-เททระโซล 1.6432 กรัม (เปอร์เซนต์ผลิตผลเท่ากับ 66.3) มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ

67 - 68 องศาเซลเซียส (จากวารสารที่อ้างอิงมีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 66 - 67 องศาเซลเซียส[20]) ซึ่งทำการหาโครงสร้างด้วยอินฟราเรด เอ็นเอ็มอาร์ และแมสเสปกโตรเมตรี ในตารางที่ 23 24 และ 25 และรูปที่ 30 31.1 31.2 32 และ 33 และสมการที่ 24 ตามลำดับ

ฎ) การสังเคราะห์ 5-(เอ็น,เอ็น-ไดเมธิล-อะมิโน)-เททระโซล

ผสมไทร-เอ็น-บิวทิลทินเอไซด์ 9.7886กรัม (0.029 โมล) เข้ากับไดเมธิลไซยานาไมด์ (dimethylcyanamide) 4.0 มิลลิลิตร (0.050 โมล) รีฟลักซ์เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ตรวจดูการดำเนินของปฏิกิริยาด้วยอินฟราเรด จนกระทั่งแถบการดูดกลืนอินฟราเรดที่ประมาณ 2060 ซม$^{-1}$ หายไป ของผสมที่ได้จะแยกกันเป็น 2 ชั้น ละลายส่วนผสมของปฏิกิริยา ด้วยตัวทำละลายอีเทอร์ และเติมไฮโดรเจนคลอไรด์ ที่ปราศจากน้ำซึ่งละลายอยู่ในอีเทอร์ จะได้ผลึกเป็นรูปเข็มใสไม่มีสี ระเหยอีเทอร์ และไฮโดรเจนคลอไรด์ในระบบสูญญากาศ แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี โดยใช้ซิลิกาเจลเป็นตัวดูดซับ และใช้ตัวทำละลายผสมระหว่าง คลอโรฟอร์ม และเมธานอลเป็นตัวชะ ผลึกที่ได้คือ 5-(เอ็น,เอ็น-ไดเมธิล-อะมิโน)-เททระโซล 1.7734 กรัม (เปอร์เซนต์ผลิตผลเท่ากับ 49.2) มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 244 - 245 องศาเซลเซียส (จากวารสารที่อ้างอิงมีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 244 - 246 องศาเซลเซียส[19]) ซึ่งทำการหาโครงสร้างด้วยอินฟราเรด เอ็นเอ็มอาร์ และแมสเสปกโตรเมตรี ในตารางที่ 29 30 และ 31 และรูปที่ 38 39 40 และ 41 และสมการที่ 27 ตามลำดับ

ค) <u>การวิเคราะห์ สารประกอบที่เป็นอนุพันธ์ของเททระโซล</u>

1. <u>การวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรดเสปกตรา</u>

ทุกเสปกตรัมของสารประกอบเททระโซลจะประกอบไปด้วย การดูดกลืนแบบยืดของพันธะไนโตรเจน-ไฮโดรเจน (N-H stretching) ที่ประมาณ 3,100 - 3,200 ซม$^{-1}$ สำหรับการดูดกลืนที่แสดงถึง พันธะคู่ระหว่าง คาร์บอน=ไนโตรเจน (C=N

1178109837

stretching) และพันธะระหว่างคาร์บอน-ไฮโดรเจนมีปรากฏเด่นชัดในทุกเสปกตรัม อินฟราเรดเสปกตรัมของสารประกอบที่เป็นอนุพันธ์ของเททระโซล

2. การวิเคราะห์ด้วย โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์เสปกตรา

โปรตอนเอนเอมอาร์เสปกตราของสารประกอบที่เป็นอนุพันธ์ของเททระโซล โดยจะพบค่าเคมิคัลชิพท์ของโปรตอนของคาร์บอน ที่ประมาณ 0.8 - 3.8 และพบค่าเคมิคัลชิพท์ของโปรตอนของไนโตรเจนที่ประมาณ 7.4 - 14.5

3. การวิเคราะห์ด้วย คาร์บอน-13เอนเอมอาร์เสปกตรา

การคำนวณค่าเคมิคัลชิพท์ของสารประกอบเททระโซล สามารถหาได้จากสมการข้างล่างนี้ [31]

ก) สมการสำหรับหาเคมิคัลชิพท์ของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน

$$(k) = A_n + \Sigma^2_{m=0} N^{\alpha}_m \alpha_{nm} + N^{\gamma} \gamma_n + N_n \qquad (17)$$

โดยที่ n = จำนวนไฮโดรเจนที่ คาร์บอน (k)

m = จำนวนไฮโดรเจนที่ คาร์บอนตำแหน่งแอลฟา (α)

N^{α}_m = จำนวนของหมู่คาร์บอนที่ตำแหน่งแอลฟา (α) ซึ่งมีค่าตั้งแต่ 0 - 2 และยกเว้นหมู่เมธิลที่ตำแหน่งแอลฟาไม่นำมาคำนวณ

N^{γ} = จำนวนคาร์บอนที่ตำแหน่งแกมม่า (γ)

N^{δ} = จำนวนคาร์บอนที่ตำแหน่งเดลต้า (δ)

ข) เพิ่มผลของหมู่ C=N ที่มีต่อสารประกอบไฮโดรคาร์บอน

ตัวอย่างการคำนวณค่าเคมิคัลชิพท์ของ 5-เอธิลเททระโซลที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2

ให้ $k = 2$

ดังนั้น $n = 3$

$m = 2$

$N^{\alpha}_{m} = 1$

$N^{\gamma} = 0$

$N^{\delta} = 0$

สมการข้างต้นเขียนได้ดังนี้

$$(1) = A_3 + 0\alpha_{30} + 0\alpha_{31} + 1\alpha_{32} + 0\gamma_3 + 0\delta_3$$

$$(1) = A_3 + 1\alpha_{32}$$

เมื่อแทนค่าจากตาราง 31 จะได้ดังนี้

$$(1) = 6.8 + (1 \times 9.56) = 16.36$$

และเพิ่มค่าของหมู่ C=N ที่มีผลต่อสารประกอบไฮโดรคาร์บอนดังนี้

เนื่องจากคาร์บอนที่ตำแหน่งที่ 2 จะอยู่ที่ตำแหน่งเบต้า (β) ต่อหมู่C=Nจึงต้องเพิ่มค่า C=N ที่ตำแหน่งเบต้าเข้าไปในสมการที่ใช้ในการหาสารประกอบไฮโดรคาร์บอน ดังนี้

$$(1) = 16.38 + C{=}N_{\beta} = 16.36 + 3 = 19.36$$

ดังนั้นเคมิคัลชิพท์ของคาร์บอนที่ตำแหน่งที่ 2 มีค่าเท่ากับ 19.36 โดยประมาณ

จากคาร์บอน-13เอนเอมอาร์เสปกตราของสารประกอบที่เป็นอนุพันธ์ของเททระโซล พบว่ามีค่าเคมิคัลชิพท์ของคาร์บอนนอกวงเททระโซลที่ประมาณ 8 - 68 และพบค่าเคมิคัลชิพท์ของคาร์บอนในวงเททระโซลที่ประมาณ 150

4. การวิเคราะห์ด้วย แมสเสปกตรา

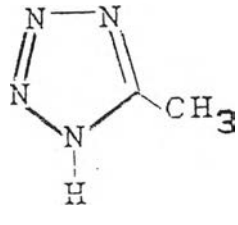
จาก แมสเสปกตราของสารประกอบที่เป็นอนุพันธ์ของเททระโซล พบว่ามีค่า M^+ ตรงกันกับน้ำหนักโมเลกุลของสารประกอบทุกตัว

ตารางที่ 2 อินฟราเรดเสปกตรัมของ 5-เมธิลเททระโซล

ชนิดของการสั่น	เลขคลื่น (wave number (cm^{-1})
N-H str	3,100 - 3,200
C-H str	2,860 และ 2,940
C=N str	1,570
C-H ben	1,375 และ 1,435
N-N=N str	1,250
วงของเททระโซล	1,045 และ 1,100

โดยที่ str = stretching

ben = bending



ตารางที่ 3 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เมธิลเททระโซล

ชนิดของโปรตอน	ค่าโปรตอนเคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการเปิดตาราง
โปรตอน-1 (s)	2.67	2.00
โปรตอน-ไนโตรเจน (s)	8.41	-

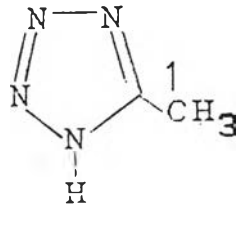
โดยที่ s = singlet

d = doublet

t = triplet

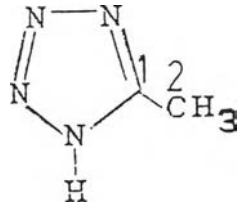
q = quartet

m = multiplet



ตารางที่ 4 คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เมธิลเททระโซล

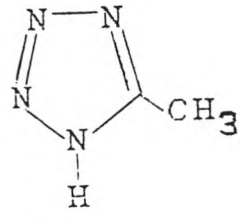
ชนิดของคาร์บอน	ค่าคาร์บอน-13เคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการคำนวณ
คาร์บอน-1	152.02	-
คาร์บอน-2	8.51	10.80



สมการที่ 18 การแตกหักของมวล 5-เมธิลเททระโซล

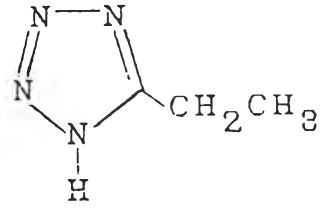
$$[C_2H_4N_4]^+ \xrightarrow{-N_2} [C_2H_4N_2]^+ \xrightarrow{-N} [C_2H_4N]^+ \quad (18)$$

(m/z 84) (m/z 56) (m/z 42)



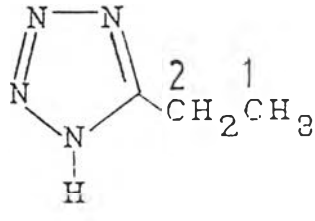
ตารางที่ 5 อินฟราเรดเสปกตรัมของ 5-เอธิลเททระโซล

ชนิดของการสั่น	เลขคลื่น (wave number (cm^{-1})
N-H str	3,100 - 3,200
C-H str	2,830 และ 2,960
C=N str	1,560
C-H ben	1,385 และ 1,460
N-N=N str	1,240
วงของเททระโซล	1,040 และ 1,090



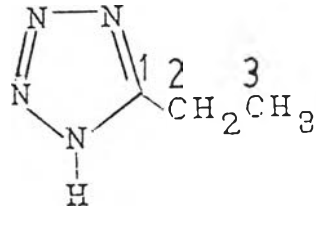
ตารางที่ 6 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เอธิลเททระโซล

ชนิดของโปรตอน	ค่าโปรตอนเคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการเปิดตาราง
โปรตอน-1 (t)	1.50	2.50
โปรตอน-2 (q)	3.17	2.50
โปรตอน-ไนโตรเจน (s)	7.27	-



ตารางที่ 7 คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เอธิลเททระโซล

ชนิดของคาร์บอน	ค่าคาร์บอน-13เคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการคำนวณ
คาร์บอน-1	157.88	-
คาร์บอน-2	17.16	19.34
คาร์บอน-3	11.87	19.36



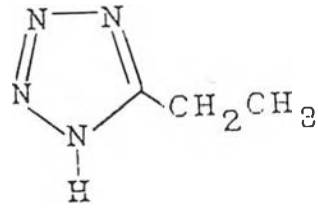
สมการที่ 19 การแตกหักของมวล 5-เอธิลเททระโซล

$$[C_3H_6N_4]^+ \xrightarrow{-N_2} [C_3H_6N_2]^+ \xrightarrow{-NH} [C_3H_5N]^+$$

(m/z 98) (m/z 70) (m/z 55)

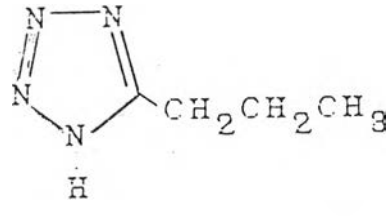
$$[C_3H_5N]^+ \xleftarrow{-CH_2} [C_3H_5N]^+ \quad (19)$$

(m/z 41)



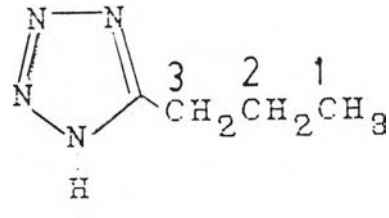
ตารางที่ 8 อินฟราเรดเสปกตรัมของ 5-โพรพิลเททระโซล

ชนิดของการสั่น	เลขคลื่น (wave number (cm^{-1})
N-H str	3,100 - 3,200
C-H str	2,860 และ 2,950
C=N str	1,550
C-H ben	1,370 และ 1,450
N-N=N str	1,250
วงของเททระโซล	1,040 และ 1,080



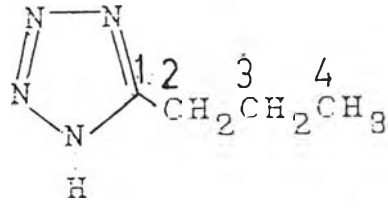
ตารางที่ 9 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-โพรพิลเททระโซล

ชนิดของโปรตอน	ค่าโปรตอนเคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการเปิดตาราง
โปรตอน-1 (t)	1.02	-
โปรตอน-2 (m)	1.93	2.50
โปรตอน-3 (t)	3.11	2.90
โปรตอน-ไนโตรเจน (s)	12.63	-

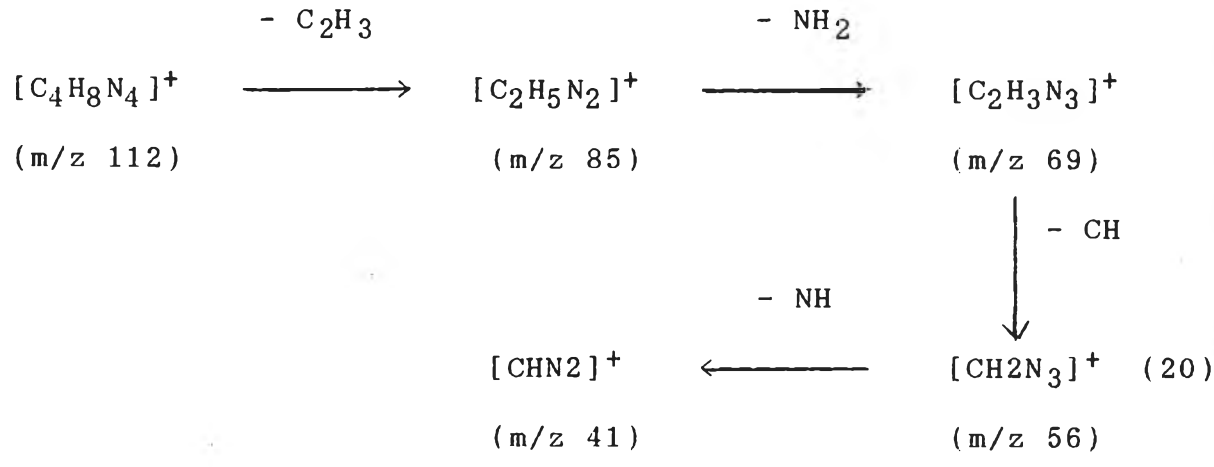


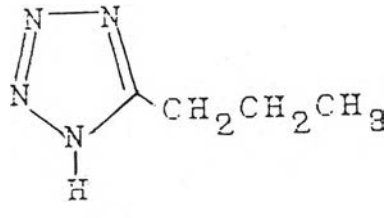
ตารางที่ 10 คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-โพรพิลเททระโซล

ชนิดของคาร์บอน	ค่าคาร์บอน-13เคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการคำนวณ
คาร์บอน-1	156.78	-
คาร์บอน-2	25.24	29.09
คาร์บอน-3	21.11	28.09
คาร์บอน-4	13.47	13.36



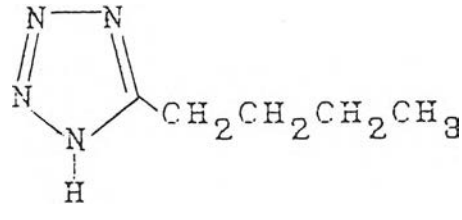
สมการที่ 20 การแตกหักของมวล 5-โพรพิลเททระโซล





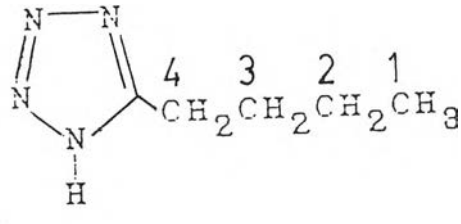
ตารางที่ 11 อินฟราเรดเสปกตรัมของ 5-บิวทิลเททระโซล

ชนิดของการสั่น	เลขคลื่น (wave number (cm^{-1})
N-H str	3,100 - 3,200
C-H str	2,860 และ 2,950
C=N str	1,550
C-H ben	1,375 และ 1,460
N-N=N str	1,245
วงของเททระโซล	1,050 และ 1,100



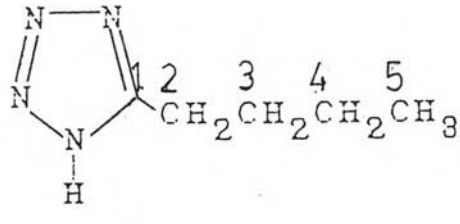
ตารางที่ 12 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-บิวทิลเททระโซล

ชนิดของโปรตอน	ค่าโปรตอนเคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการเปิดตาราง
โปรตอน-1 (t)	0.98	-
โปรตอน-2 (m)	1.48	2.50
โปรตอน-3 (m)	1.94	2.90
โปรตอน-4 (t)	3.21	-
โปรตอน-ไนโตรเจน (s)	14.84	-

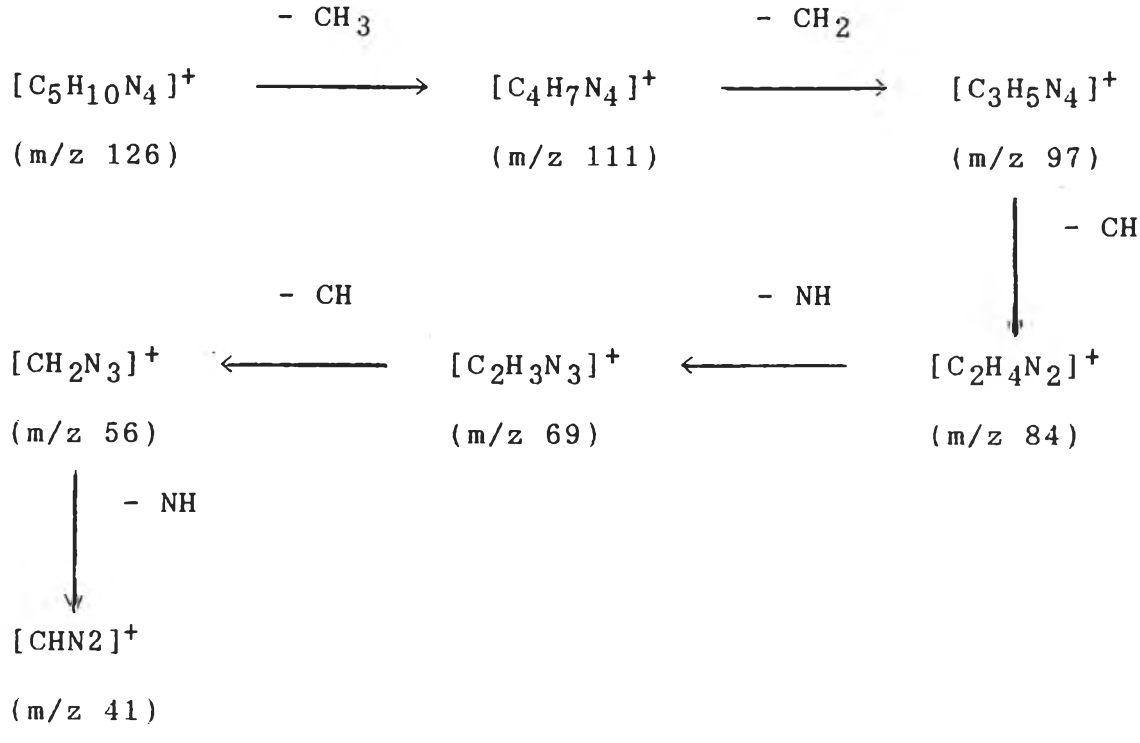


ตารางที่ 13 คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-บิวทิลเททระโซล

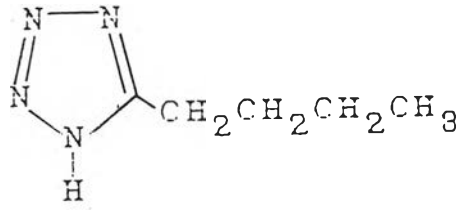
ชนิดของคาร์บอน	ค่าคาร์บอน-13เคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการคำนวณ
คาร์บอน-1	156.78	-
คาร์บอน-2	23.01	26.40
คาร์บอน-3	29.56	37.84
คาร์บอน-4	21.98	22.09
คาร์บอน-5	13.38	13.37



สมการที่ 21 การแตกหักของมวล 5-บิวทิลเททระโซล

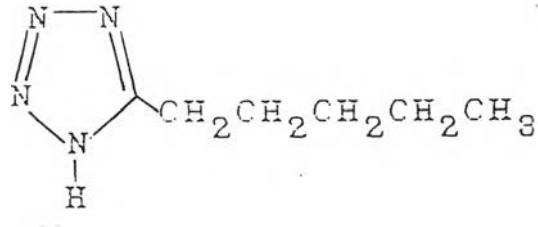


(21)



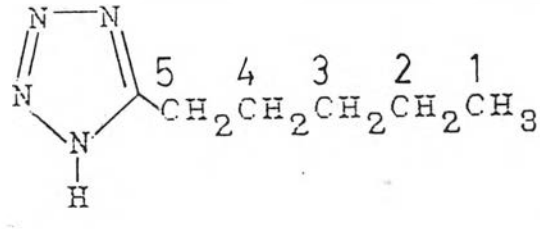
ตารางที่ 14 อินฟราเรดเสปกตรัมของ 5-เพนทิลเททระโซล

ชนิดของการสั่น	เลขคลื่น (wave number (cm^{-1})
N-H str	3,100 - 3,200
C-H str	2,860 และ 2,950
C=N str	1,550
C-H ben	1,375 และ 1,450
N-N=N str	1,250
วงของเททระโซล	1,040 และ 1,100



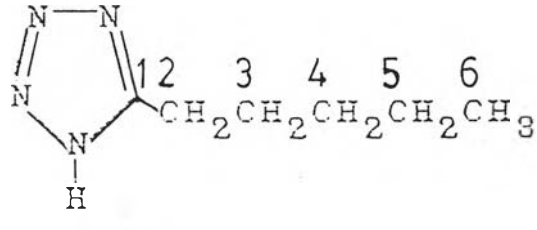
ตารางที่ 15 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เพนทิลเททระโซล

ชนิดของโปรตอน	ค่าโปรตอนเคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการเปิดตาราง
โปรตอน-1	0.95 (d)	-
โปรตอน-2		2.50
โปรตอน-3	1.72 (m)	2.90
โปรตอน-4		-
โปรตอน-5 (t)	3.17	-
โปรตอน-ไนโตรเจน (s)	14.78	-

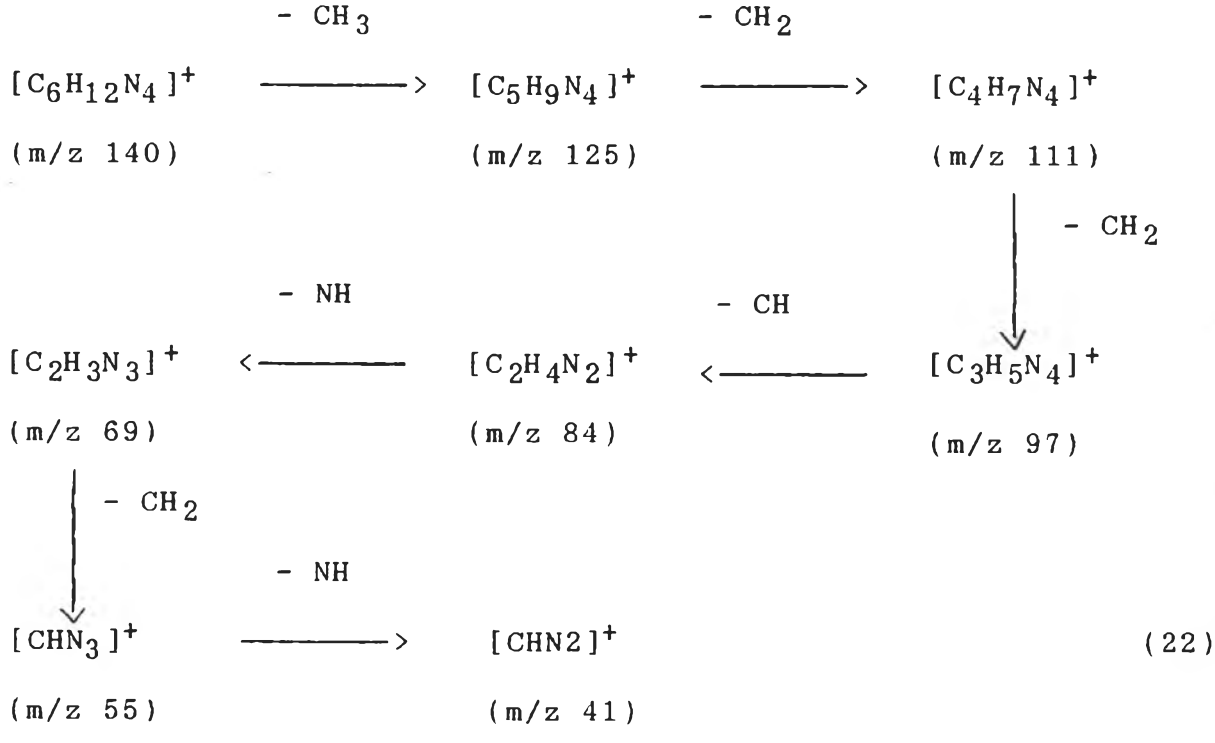


ตารางที่ 16 คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เพนทิลเททระโซล

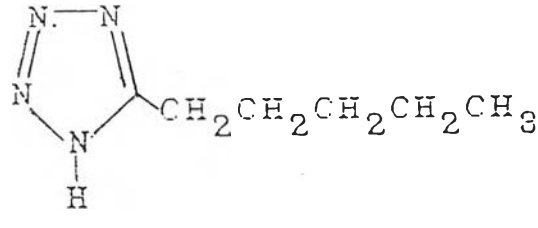
ชนิดของคาร์บอน	ค่าคาร์บอน-13เคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการคำนวณ
คาร์บอน-1	157.13	-
คาร์บอน-2	22.00	26.65
คาร์บอน-3	36.44	35.15
คาร์บอน-4	27.53	31.84
คาร์บอน-5	21.39	22.40
คาร์บอน-6	13.91	13.86



สมการที่ 22 การแตกหักของมวล 5-เพนทิลเททระโซล

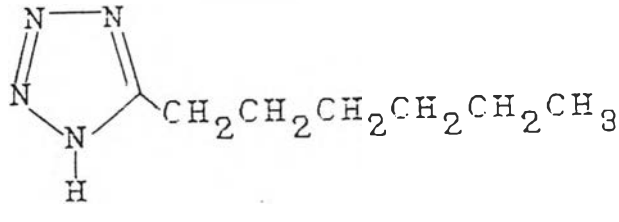


(22)



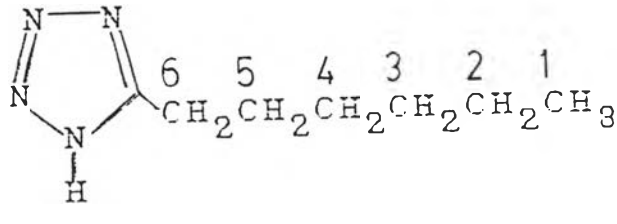
ตารางที่ 17 อินฟราเรดเสปกตรัมของ 5-เฮกซิลเททระโซล

ชนิดของการสั่น	เลขคลื่น (wave number (cm^{-1})
N-H str	3,100 - 3,200
C-H str	2,850 และ 2,920
C=N str	1,550
C-H ben	1,370 และ 1,450
N-N=N str	1,245
วงของเททระโซล	1,045 และ 1,100



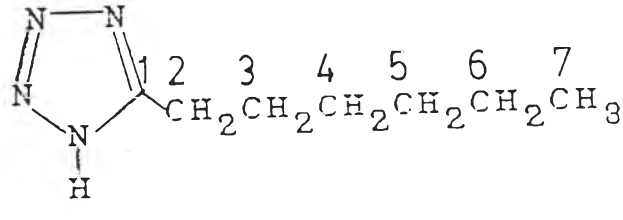
ตารางที่ 18 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เฮกซิลเททระโซล

ชนิดของโปรตอน	ค่าโปรตอนเคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการเปิดตาราง
โปรตอน-1 (t)	0.85	-
โปรตอน-2		2.50
โปรตอน-3 (m)	1.32	2.90
โปรตอน-4		-
โปรตอน-5 (m)	1.90	-
โปรตอน-6 (t)	3.15	-
โปรตอน-ไนโตรเจน (s)	14.53	-

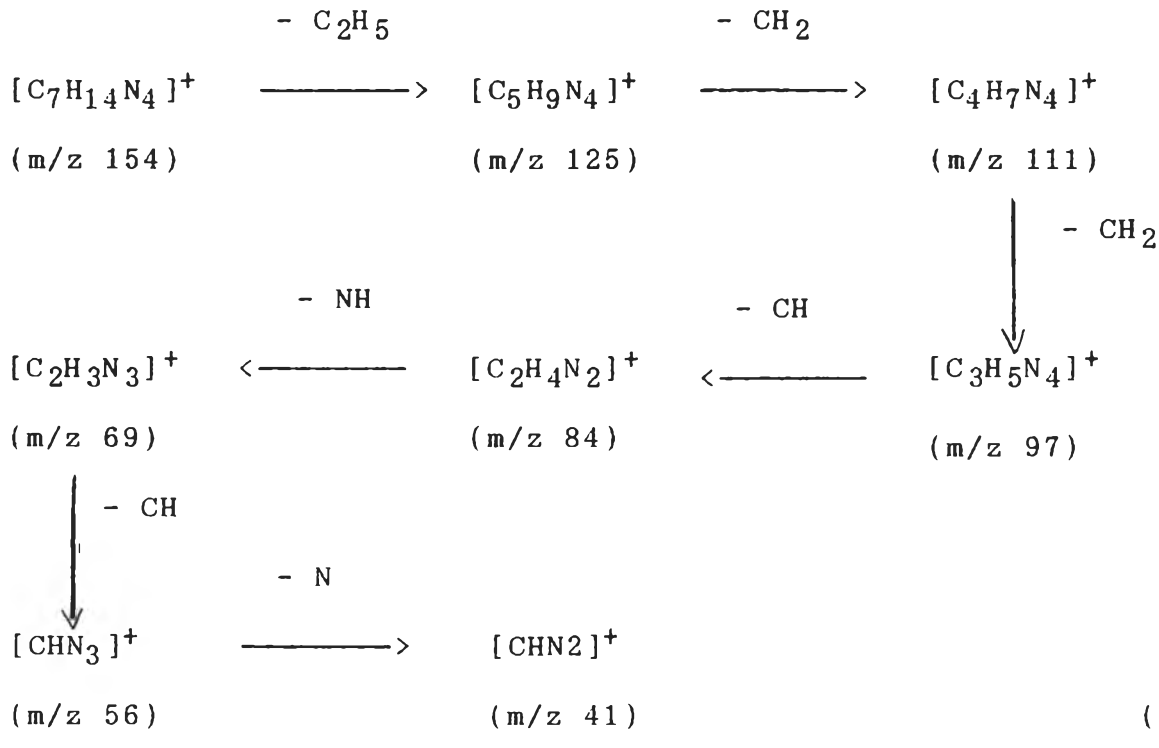


ตารางที่ 19 คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เฮกซิลเททระโซล

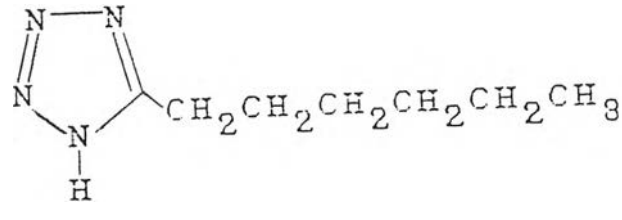
ชนิดของคาร์บอน	ค่าคาร์บอน-13เคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการคำนวณ
คาร์บอน-1	156.96	-
คาร์บอน-2	23.38	26.65
คาร์บอน-3	31.13	35.40
คาร์บอน-4	27.60	29.15
คาร์บอน-5	28.58	32.15
คาร์บอน-6	22.30	22.65
คาร์บอน-7	13.84	13.86



สมการที่ 23 การแตกหักของมวล 5-เฮกซิลเททระโซล

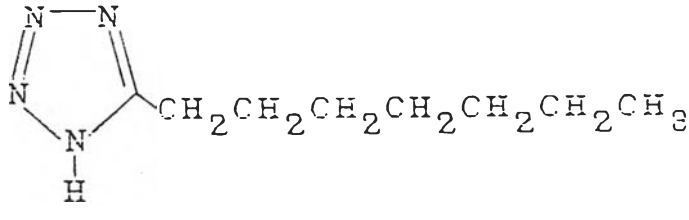


(23)



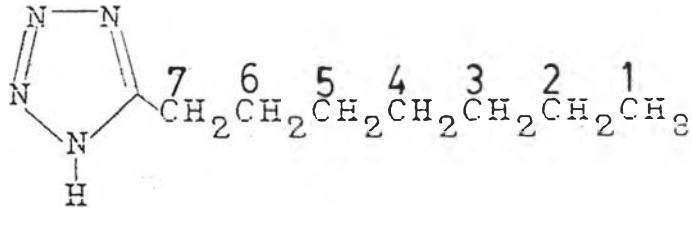
ตารางที่ 20 อินฟราเรดเสปกตรัมของ 5-เฮปทิลเททระโซล

ชนิดของการสั่น	เลขคลื่น (wave number (cm^{-1})
N-H str	3,100 - 3,200
C-H str	2,840 และ 2,920
C=N str	1,550
C-H ben	1,370 และ 1,460
N-N=N str	1,245
วงของเททระโซล	1,045 และ 1,100



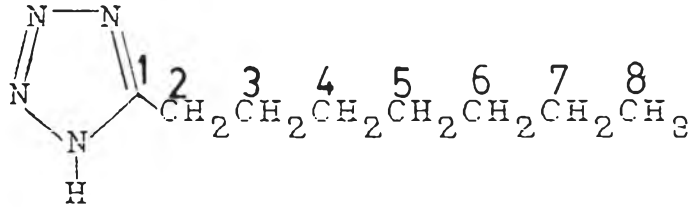
ตารางที่ 21 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เฮปทิลเททระโซล

ชนิดของโปรตอน	ค่าโปรตอนเคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการเปิดตาราง
โปรตอน-1 (t)	0.85	-
โปรตอน-2		2.50
โปรตอน-3 —(m)	1.30	2.90
โปรตอน-4		-
โปรตอน-5		-
โปรตอน-6 (t)	1.91	-
โปรตอน-7 (t)	3.15	-
โปรตอน-ไนโตรเจน (s)	14.15	-

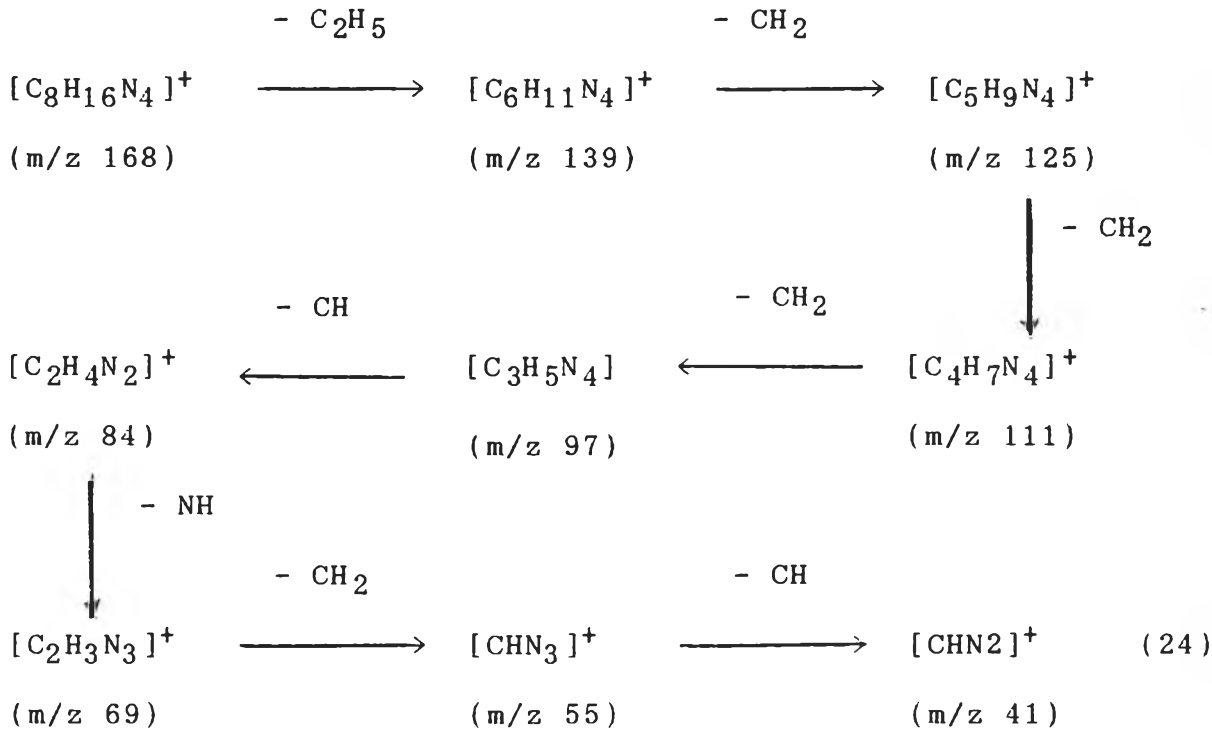


ตารางที่ 22 คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เฮปทิลเททระโซล

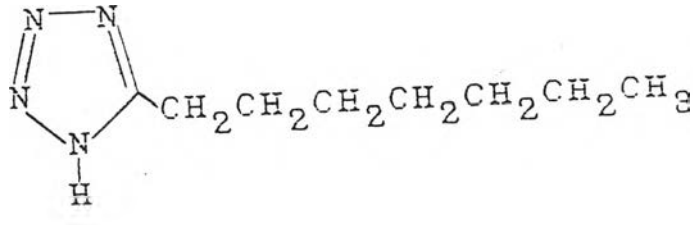
ชนิดของคาร์บอน	ค่าคาร์บอน-13เคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการคำนวณ
คาร์บอน-1	156.92	-
คาร์บอน-2	23.38	26.65
คาร์บอน-3	31.48	35.40
คาร์บอน-4	27.64	29.40
คาร์บอน-5	28.65	29.46
คาร์บอน-6	28.89	32.40
คาร์บอน-7	22.45	22.65
คาร์บอน-8	13.90	13.86



สมการที่ 24 การแตกหักของมวล 5-เฮปทิลเททระโซล

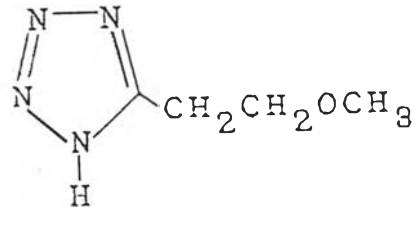


(24)



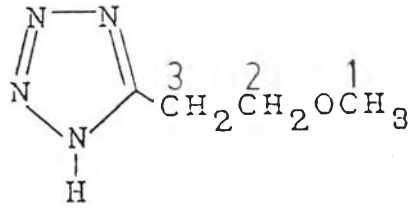
ตารางที่ 23 อินฟราเรดเสปกตรัมของ 5-(2-เมธอกซี-เอธิล)-เททระโซล

ชนิดของการสั่น	เลขคลื่น (wave number (cm^{-1})
N-H str	3,100 - 3,200
C-H str	2,810 และ 2,970
C=N str	1,570
C-H ben	1,370 และ 1,435
N-N=N str	1,245
วงของเททระโซล	1,040 และ 1,100
C-O-C str	1,080



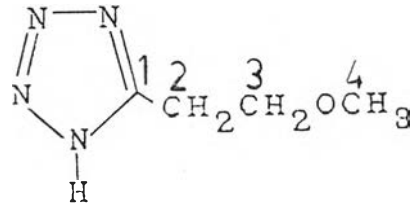
ตารางที่ 24 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-(2-เมธอกซี-เอธิล)-เททระโซล

ชนิดของโปรตอน	ค่าโปรตอนเคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการเปิดตาราง
โปรตอน-1 (s)	3.36	3.30
โปรตอน-2 (t)	3.40	2.50
โปรตอน-3 (t)	3.84	2.90
โปรตอน-ไนโตรเจน (s)	14.19	-

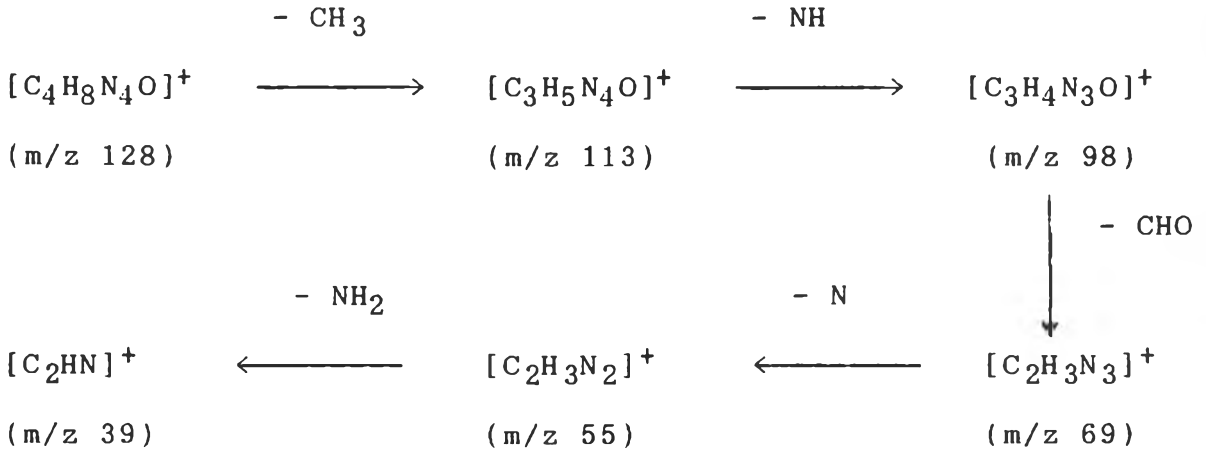


ตารางที่ 25 คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-(2-เมธอกซี-เอธิล)-เททระโซล

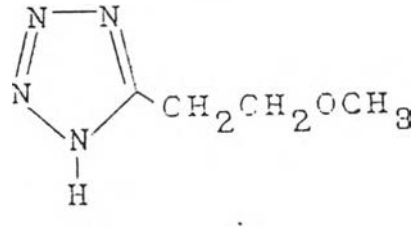
ชนิดของคาร์บอน	ค่าคาร์บอน-13เคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการคำนวณ
คาร์บอน-1	154.37	-
คาร์บอน-2	24.23	37.09
คาร์บอน-3	68.71	86.09
คาร์บอน-4	58.62	64.80



สมการที่ 25 การแตกหักของมวล 5-(2-เมธอกซี-เอธิล)-เททระโซล

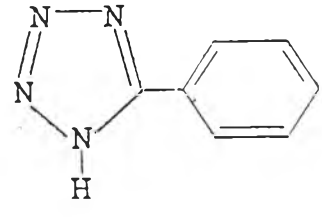


(25)



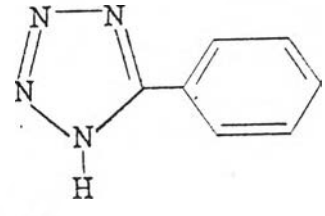
ตารางที่ 26 อินฟราเรดเสปกตรัมของ 5-ฟีนิลเททระโซล

ชนิดของการสั่น	เลขคลื่น (wave number (cm^{-1})
N-H str	3,100 - 3,200
C-H str (aromatic)	3,040
C-H str (alkyl group)	2,820 และ 2,960
C=C str (aromatic)	1,600 , 1,480 และ 1,460
C=N str	1,550
C-H ben (alkyl group	1,370 และ 1,420
N-N=N str	1,245
วงของเททระโซล	1,045 และ 1,100
C-H ben (aromatic	720 และ 700



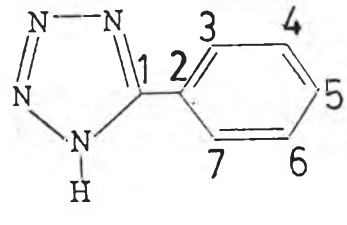
ตารางที่ 27 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-ฟีนิลเททระโซล

ชนิดของโปรตอน	ค่าโปรตอนเคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการเปิดตาราง
โปรตอน-ฟีนิล (m)	7.81	7.27
โปรตอน-ไนโตรเจน (s)	-	-

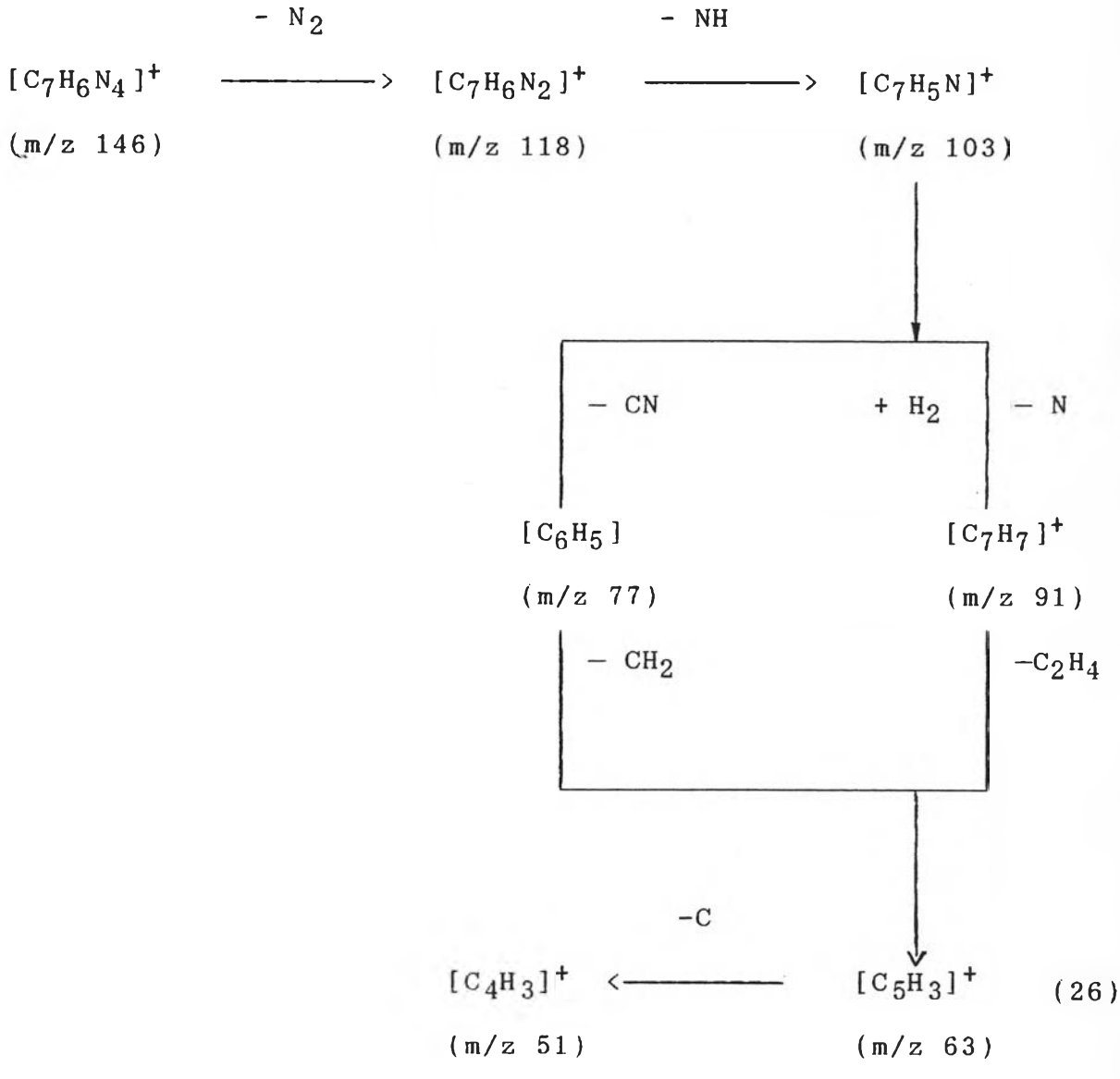


ตารางที่ 28 คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-ฟีนิลเททระโซล

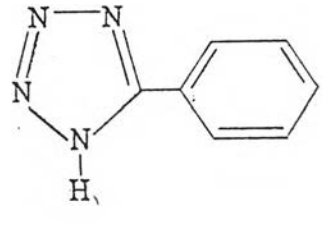
ชนิดของคาร์บอน	ค่าคาร์บอน-13เคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการคำนวณ
คาร์บอน-1	153.97	-
คาร์บอน-2	122.83	113.10
คาร์บอน-3	127.54	132.10
คาร์บอน-4	125.42	129.10
คาร์บอน-5	129.39	132.40
คาร์บอน-6	125.42	129.10
คาร์บอน-7	127.54	132.10



สมการที่ 26 การแตกหักของมวล 5-ฟีนิลเททระโซล

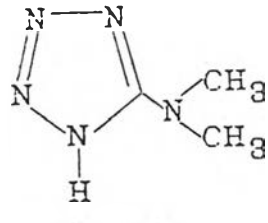


(26)



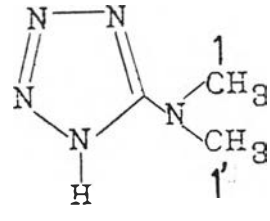
ตารางที่ 29 อินฟราเรดเสปกตรัมของ 5-(เอ็น,เอ็น-ไดเมธิลแอมีน)-เททระโซล

ชนิดของการสั่น	เลขคลื่น (wave number (cm^{-1})
N-H str	3,100 - 3,200
C-H str	2,810 และ 2,930
C=N str	1,635
C-H ben	1,350 และ 1,450
N-N=N str	1,250
วงของเททระโซล	1,025 และ 1,100



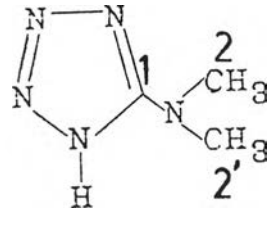
ตารางที่ 30 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-(เอ็น,เอ็น-ไดเมธิล-อะมิโน)-เททระโซล

ชนิดของโปรตอน	ค่าโปรตอนเคมิคัลชิฟท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการเปิดตาราง
โปรตอน-1— —(s) โปรตอน-1'	3.15	2.10
โปรตอน-ไนโตรเจน (s)	11.98	-

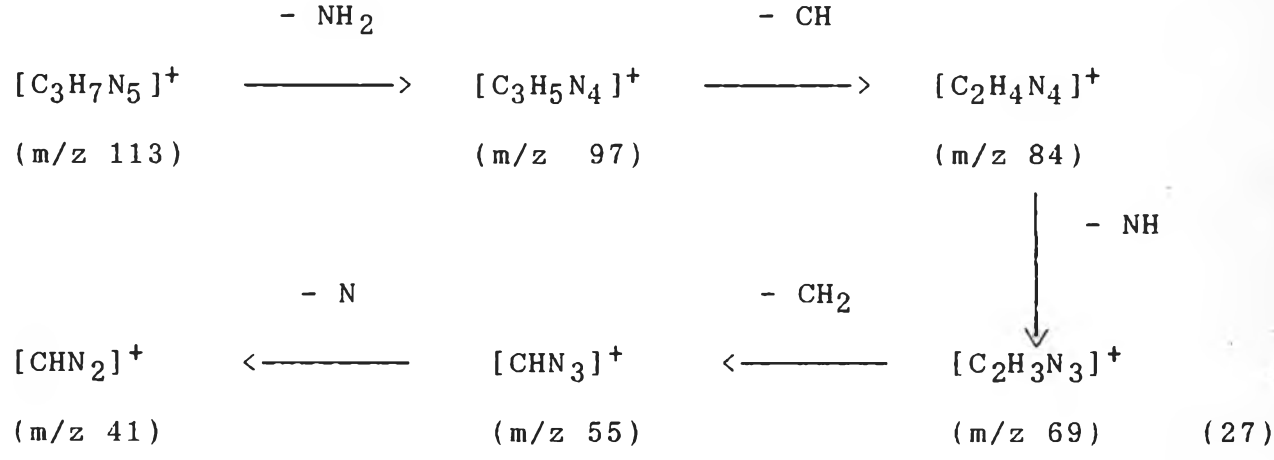


ตารางที่ 31 คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-(เอ็น,เอ็น-ไดเมธิล-อะมิโน)-เททระโซล

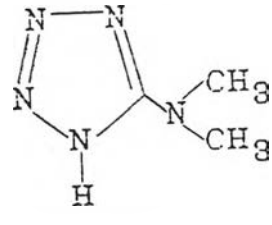
ชนิดของคาร์บอน	ค่าคาร์บอน-13เคมิคัลชิพท์ (ppm)	
	ค่าที่วัดได้จริง	ค่าที่ได้จากการคำนวณ
คาร์บอน-1	155.54	-
คาร์บอน-2	38.08	48.80
คาร์บอน-2'	38.08	48.80



สมการที่ 27 การแตกหักของมวล 5-(เอ็น,เอ็น-ไดเมธิล-อะมิโน)-เททระโซล



(27)



ง. การทดสอบคุณสมบัติของสารที่สังเคราะห์ได้ต่อน้ำมันดีเซล

1. การหาค่าดัชนีซีเทน (Cetane Index) ค่าดัชนีซีเทนสามารถหาได้จากค่าความถ่วงเอพีไอ (API gravity) และอุณหภูมิการกลั่นที่ 50 เปอร์เซนต์

ก) การหาค่าความถ่วงเอพีไอ

1) อุปกรณ์ที่ใช้ในการวัด

(ก) ไฮโดรมิเตอร์ (hydrometer) มีเสกลสำหรับอ่านค่าความถ่วงเอพีไอ

(ข) เทอร์โมมิเตอร์ มีเสกลเป็น -5 - 215 องศาฟาเรนไฮต์

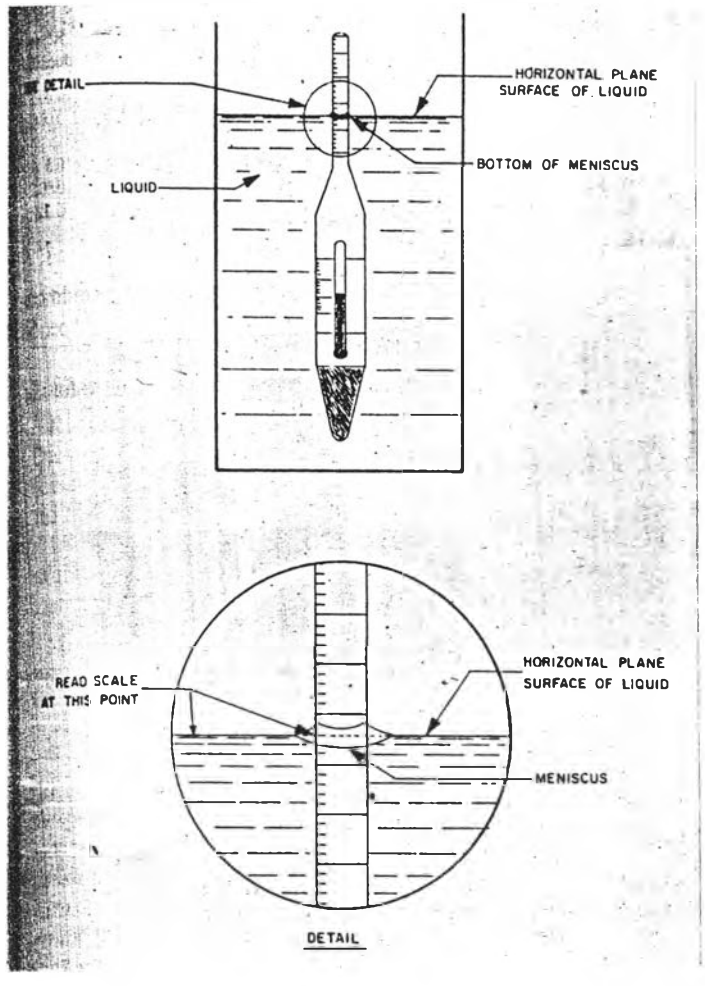
(ค) กระบอกไฮโดรมิเตอร์มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในอย่างน้อยมากกว่าเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของไฮโดรมิเตอร์เท่ากับ 25 มิลลิเมตร และมีความสูงของกระบอกพอที่จะใช้ในการวัดได้ คือ เมื่อจุ่มไฮโดรมิเตอร์แล้วให้ปลายล่างของไฮโดรมิเตอร์อยู่สูงกว่าพื้นล่างของกระบอกอย่างน้อย 25 มิลลิมิตร

2) อุณหภูมิที่ใช้ในการวัด ใช้ได้ในช่วง 0 - 195 องศาฟาเรนไฮต์

3) การอ่านค่าความถ่วงเอพีไอ แสดงไว้ในรูปที่ 42

(ก) เทน้ำมันตัวอย่างที่ต้องการอ่านค่าความถ่วงเอพีไอลงในกระบอกไฮโดรมิเตอร์ที่สะอาด โดยไม่กระเด็นเพื่อป้องกันการเกิดฟองอากาศ และลดการระเหยของส่วนที่มีการระเหยง่าย และมีจุดเดือดต่ำ

(ข) ตั้งกระบอกตวงที่มีตัวอย่างน้ำมันอยู่ให้อยู่ในแนวตั้งฉากกับพื้น



รูปที่ 2 แสดงการอ่านค่าความถ่วงเอพีไอ [31]

(ค) หย่อนไฮโดรมิเตอร์ลงไปในตัวอย่างน้ำมัน ระวังอย่าให้ส่วนที่อยู่เหนือตำแหน่งที่จะวัดเปียก คนตัวอย่างอย่างต่อเนื่องด้วยเทอร์โมมิเตอร์ อ่านค่าอุณหภูมิที่ได้จากเทอร์โมมิเตอร์

(ง) กดไฮโดรมิเตอร์ลงไปในตัวอย่างน้ำมันอีก 2 หน่วยแล้วปล่อยให้ลอยขึ้น เมื่อไฮโดรมิเตอร์หยุดนิ่งอ่านค่าความถ่วงเอพีไอตามรูปที่ 42

(จ) การแปลงค่าความถ่วงเอพีไอ เปลี่ยนค่าความถ่วงเอพีไอที่วัดได้ไปที่อุณหภูมิมาตรฐานตามตารางของ ASTM D 1250

ข) การหาอุณหภูมิการกลั่นที่ 50 เปอร์เซนต์

1) อุปกรณ์ที่ใช้ในการกลั่นแสดงไว้ในรูปที่ 43

(ก) ฟลาสค์ (Flask)

(ข) เครื่องควบแน่น (Condenser)

(ค) ที่กำบัง (Shield)

(ง) เครื่องให้ความร้อนด้วยไฟฟ้า (Electric Heater)

(จ) ที่ตั้งฟลาสค์ (Flask Support)

(ฉ) กระบอกตวง (Graduate Cylinder)

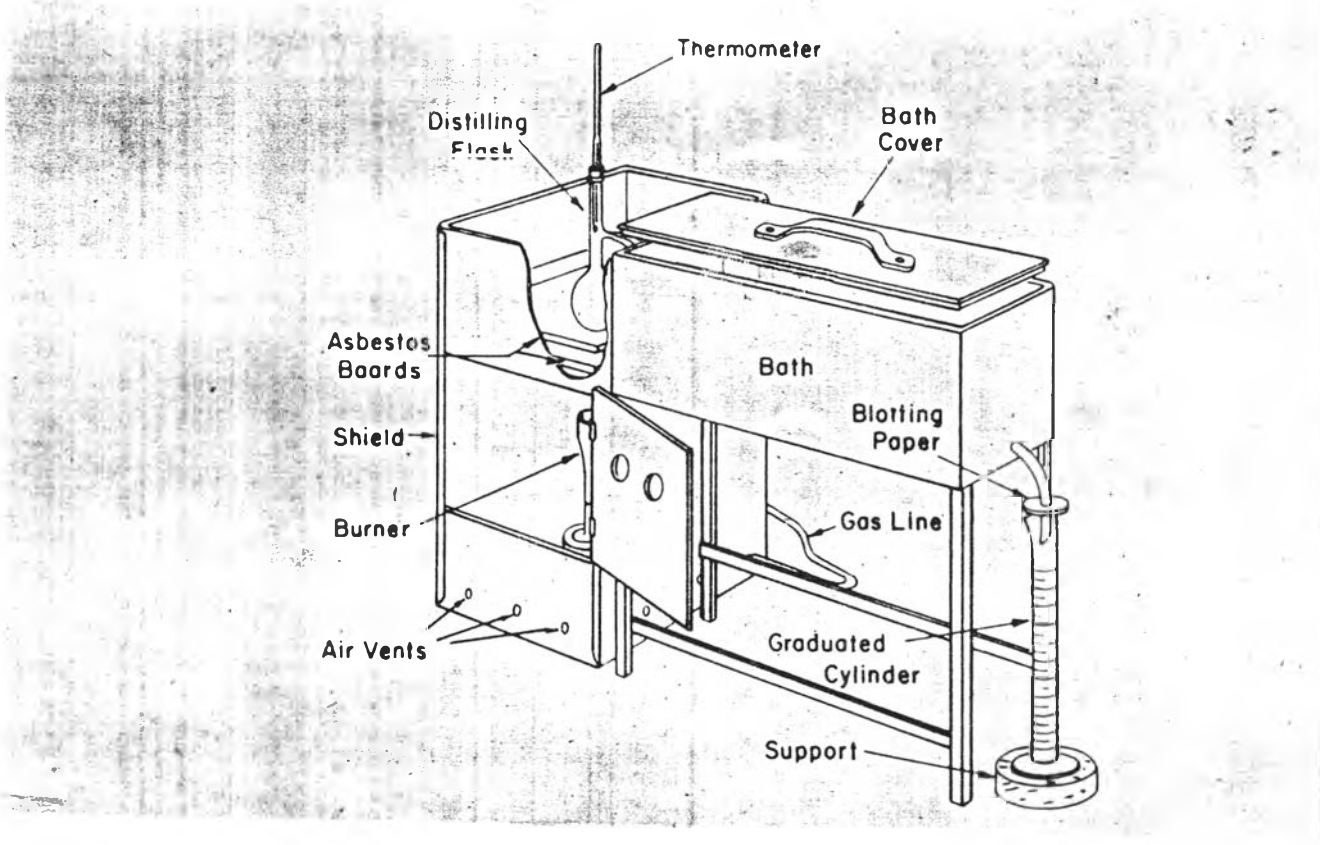
(ช) เทอร์โมมิเตอร์

2) การกลั่น

(ก) เติมน้ำลงในกล่องเครื่องควบแน่น (Condenser box)

(ข) ใช้ผ้าที่อ่อนนุ่มมัดติดกับลวดทองแดงทำความสะอาดท่อเครื่องควบแน่น (Condenser Tube)

(ค) ตวงน้ำมันมา 100 มิลลิลิตร ด้วยกระบอกตวง



รูปที่ 3 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการกลั่น [32]

แล้วเทลงในฟลาสก์ที่ใช้ในการกลั่น

(ง) ใส่เทอร์โมมิเตอร์ลงในคอของฟลาสค์ โดยใช้จุกคอร์กเป็นตัวยึด โดยให้เทอร์โมมิเตอร์อยู่ที่ตำแหน่งดังรูปที่ 44

(จ) วางฟลาสค์ลงบนที่ตั้งฟลาสค์ และวางกระบอกตวงไว้ใต้ปลายท่อเครื่องควบแน่น

(ฉ) กลั่นจนได้ปริมาตรน้ำมันในกระบอกตวงเป็น 50 มิลลิลิตร บันทึกอุณหภูมิ

ค) การคำนวนค่าดัชนีซีเทนแบ่งเป็น 2 ชนิดคือ

1) การคำนวณค่าดัชนีซีเทน สำหรับน้ำมันดีเซลที่ไม่มีการใส่สารเติมแต่ง

ค่าดัชนีซีเทนสามารถคำนวณจากสมการข้างล่างนี้

$$\text{ดัชนีซีเทน} = -420.34 + 0.016\,G^2 + 0.192\,G \log M + 65.01\,(\log M)^2 - 0.0001809\,M^2 \qquad (5)$$

2) การคำนวณค่าดัชนีซีเทนสำหรับน้ำมันดีเซล ที่มีการใส่สารเติมแต่งจะมีการเพิ่มค่าจากสมการข้างต้น โดยการบวกด้วยสมการข้างล่างนี้

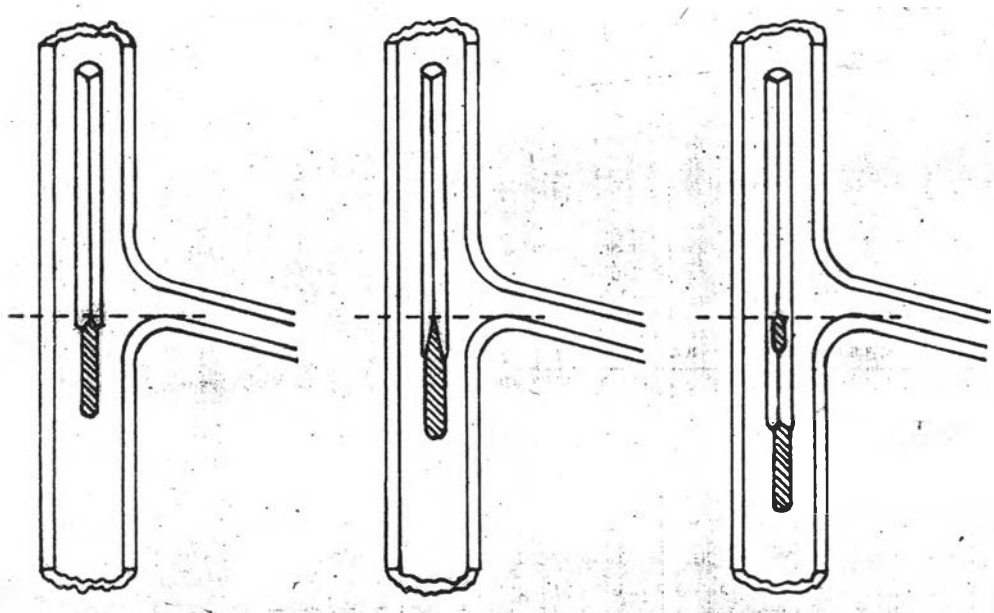
$$\text{ค่าการปรับปรุง} = 0.1742(0.1G)^{1.4444}(0.01M)^{1.0052}[\ln(1 + 17.5534D)] \qquad (6)$$

2. การหาค่าซีเทน (Cetane Number)

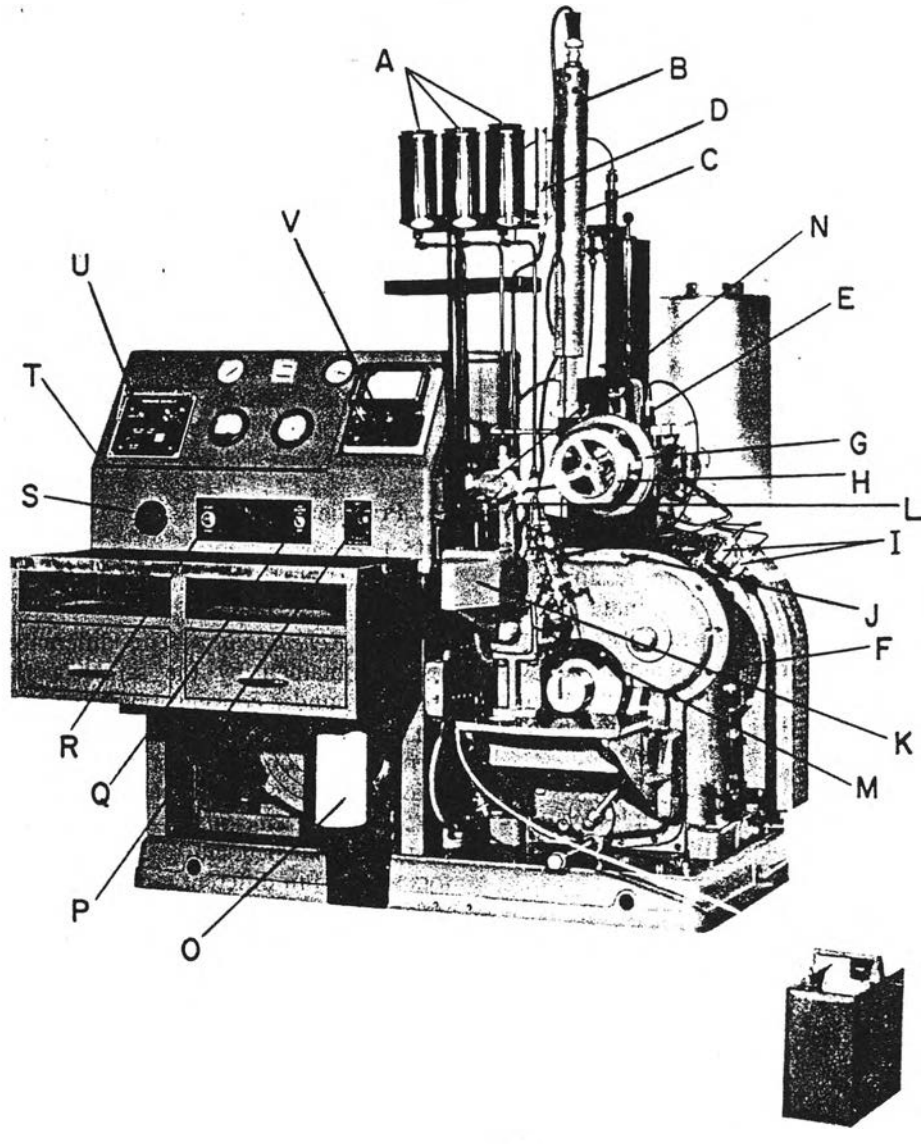
ก) อุปกรณ์ที่ใช้คือ เครื่องยนต์สูบเดียวที่สามารถปรับอัตราส่วนการอัดได้อย่างต่อเนื่อง แสดงไว้ในรูปที่ 45

ข) เชื้อเพลิงอ้างอิงมี 2 ชนิดคือ

1) เชื้อเพลิงอ้างอิงปฐมภูมิ (ASTM Primary Cetane



รูปที่ 4 แสดงการวางตำแหน่งเทอร์โมมิเตอร์ขณะทำการกลั่น [31]



A—Fuel Tanks
B—Air Heater Housing
C—Air Intake Silencer
D—Buret
E—Combustion Pickup
F—Safety Guard
G—Handwheel for Adjusting Compression Ratio
H—Locking Handwheel
I—Flywheel Pickups
J—Oil Filler Cap
K—Fuel Pump Safey Shut-Off Solenoid
L—Tank Drain Valve
M—Fuel Injection Pump
N—Fuel Selector Valve
O—Oil Filter
P—Oil Heater Control
Q—Air Heater Switch
R—Engine Start-Stop Switch
S—Air Heater Control
T—Console Instrument Panel
U—Temperature Controller
V—Ignition Delay Meter

รูปที่ 5 แสดงเครื่องยนต์สูบเดียวที่ใช้ในการวัดค่าซีเทน [33]

Reference Fuel) คือ เอ็น-ซีเทน และ เฮปทาเมธิลโนเนน

2) เชื้อเพลิงอ้างอิงทุติยภูมิ (Secondary Reference Fuel)

ค) การปรับสภาวะของเครื่องยนต์ก่อนการวัดค่าซีเทน โดยทั่วไป

1) อัตราเร็วของเครื่องยนต์เป็น 900 $\pm$ 9 รอบ ต่อนาที
2) การฉีดเริ่มที่ 13 องศาก่อนศูนย์ตายบน
3) ความดันในการฉีดเป็น 1500 $\pm$ 50 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว
4) อัตราในการฉีดเป็น 13 $\pm$ 0.2 มิลลิลิตรต่อนาที
5) ระยะช่องว่างของลิ้น เป็น 0.008 $\pm$ 0.001 นิ้ว
6) น้ำมันหล่อลื่นที่ใช้เป็นชนิด SAE 30
7) ความดันของน้ำมันเป็น 25 - 30 ปอนด์ ต่อตารางนิ้ว
8) อุณหภูมิของน้ำมัน เป็น 135 $\pm$ 15 องศาฟาเรนไฮต์
9) อุณหภูมิของน้ำหล่อเย็นเป็น 212 $\pm$ 3 องศาฟาเรนไฮต์
10) อุณหภูมิไอดีเป็น 150 $\pm$ 1 องศาฟาเรนไฮต์

ง) การวัดค่าซีเทน

1) เทน้ำมันตัวอย่างลงในถังเชื้อเพลิงที่ว่าง
2) ควบคุมสภาวะของเครื่องยนต์ให้ได้ตามที่กำหนด
3) วัดค่าซีเทนโดยปรับความยาวของห้องสันดาป (อัตราส่วนการอัด) จนเกิดการติดไฟ จุดศูนย์ตายบน บันทึกค่าอัตราส่วนการอัด
4) เลือกเชื้อเพลิงมาตรฐานทุติยภูมิ ที่มีค่าซีเทนทั้งสองต่างกันไม่เกิน 5 ซีเทน โดยที่ตัวหนึ่งสูงกว่าตัวอย่าง และอีกตัวหนึ่งต่ำกว่าตัวอย่าง ปรับอัตราส่วนการอัด จนเกิดการติดไฟที่จุดศูนย์ตายบน บันทึกค่าอัตราส่วนการอัด
5) คำนวณค่าซีเทน โดยเทียบกับอัตราส่วนการอัดของเชื้อเพลิงมาตรฐานทุติยภูมิ

3. ผลที่ได้จากการวัดค่าดัชนีซีเทนเมื่อเติมสารเติมแต่ง

ก) ตัวอย่างการคำนวณค่าดัชนีซีเทนที่เปลี่ยนไปเมื่อเติม 5-เมธิลเททระโซล ลงในน้ำมันดีเซล 0.05 เปอร์เซนต์

เมื่อเติมแล้วพบว่าค่าความถ่วงเอพีไอเป็น 34.1 และ มีการกลั่นที่ 50 เปอร์เซนต์เป็น 299 องศาเซลเซียส (570.2 องศาฟาเรนไฮต์)

จากสูตร

$$\text{ดัชนีซีเทน} = -420.34 + 0.016\,G^2 + 0.192\,G \log M + 65.01\,(\log M)^2 - 0.0001809\,M^2 \qquad (5)$$

แทนค่าได้ดังนี้

$$\text{ดัชนีซีเทน} = -420.34 + 0.016\,(34.1)^2 + 0.192\,(34.1)\,(\log 570.2) + 65.01\,(\log 570.2)^2 - 0.0001809\,(570.2)^2$$

ดังนั้นค่าดัชนีซีเทนที่ยังไม่มีการปรับปรุงมีค่าเท่ากับ 51.4

บวกด้วยสมการข้างล่างนี้

$$\text{ค่าการปรับปรุง} = 0.1742(0.1G)^{1.4444}(0.01M)^{1.0052}[\ln(1 + 17.5534D)] \qquad (6)$$

แทนค่าได้ดังนี้

$$\text{ค่าการปรับปรุง} = 0.1742(0.1(34.1)^{1.4444}(0.01(570.2)^{1.0052}[\ln(1 + 17.5534(0.05)]$$

ดังนั้น ค่าการปรับปรุงจะมีค่าเท่ากับ 3.7

ดัชนีซีเทนของ 5-เมธิลเททระโซล เท่ากับ 51.4 + 3.7 = 55.1

ข) การวัดค่าซีเทน และดัชนีซีเทน เมื่อเติมอนุพันธ์ของเททระโซล ลงในน้ำมันดีเซล

1) ใช้วิธีละลายอนุพันธ์ของเททระโซลด้วยตัวทำละลายดังตารางที่ 32 แล้วจึงนำไปละลายในน้ำมันดีเซล เพื่อทำการวัดค่าซีเทน และดัชนีซีเทนต่อไป พบว่า 5-ฟีนิลเททระโซล 5-(เอ็น,เอ็น-ไดเมธิล-อะมิโน)-เททระโซล ไม่สามารถหาตัวทำละลายที่เหมาะสมของการละลายในน้ำมันดีเซล ส่วนอนุพันธ์เททระโซลที่เหลือสามารถที่จะละลายในน้ำมันดีเซล โดยละลายในตัวทำละลายก่อน ซึ่งแสดงตัวทำละลายที่ใช้ในตารางที่ 32

ตารางที่ 32 แสดงตัวทำละลายที่ใช้กับอนุพันธ์ของเททระโซล ก่อนนำไปละลายในน้ำมันดีเซล

อนุพันธ์ของเททระโซล	ตัวทำละลายที่ใช้
5-เมธิลเททระโซล	โพลีเอธิลีนไกลคอล
5-เอธิลเททระโซล	โพลีเอธิลีนไกลคอล
5-โพรพิลเททระโซล	เอมิลแอลกอฮอล์
5-บิวทิลเททระโซล	เอมิลแอลกอฮอล์
5-เพนทิลเททระโซล	เอมิลแอลกอฮอล์
5-เฮกซิลเททระโซล	เอมิลแอลกอฮอล์
5-เฮปทิลเททระโซล	เอมิลแอลกอฮอล์
5-(2-เมธอกซี-เอธิล)-เททระโซล	เอมิลแอลกอฮอล์
5-ฟีนิลเททระโซล	ไม่มีตัวทำละลายที่เหมาะสม
5-(เอ็น,เอ็น-ไดเมธิล-อะมิโน)-เททระโซล	ไม่มีตัวทำละลายที่เหมาะสม

2) ค่าดัชนีซีเทนที่ได้ และจากการคำนวณค่าซีเทนที่ได้จากการวัดแสดงไว้ในตารางที่ 33 และ 34

ตารางที่ 33 แสดง ดัชนีซีเทนที่ได้จากการคำนวณด้วยสูตรข้างต้น โดยใช้น้ำมันดีเซล ที่มีค่าซีเทน เท่ากับ 51

สารเติมแต่งที่ใช้	ปริมาณที่เติม(g)	ค่าดัชนีซีเทน	ค่าปรับปรุง	ค่าดัชนีซีเทนที่ปรับปรุง
5-เมธิลเททระโซล	0.252	51.4	3.7	55.1
5-เอธิลเททระโซล	0.252	51.5	3.7	55.2
5-โพรพิลเททระโซล	0.252	51.6	3.8	55.4
5-บิวทิลเททระโซล	0.253	51.4	3.8	55.2
5-เพนทิลเททระโซล	0.251	51.6	3.7	55.3
5-เฮกซิลเททระโซล	0.253	51.4	3.8	55.2
5-เฮปทิลเททระโซล	0.253	51.2	3.8	55.0
5-(2-เมธอกซีเอธิล)-เททระโซล	0.253	51.7	3.8	55.5
D II - 3	0.251	51.6	3.7	55.3

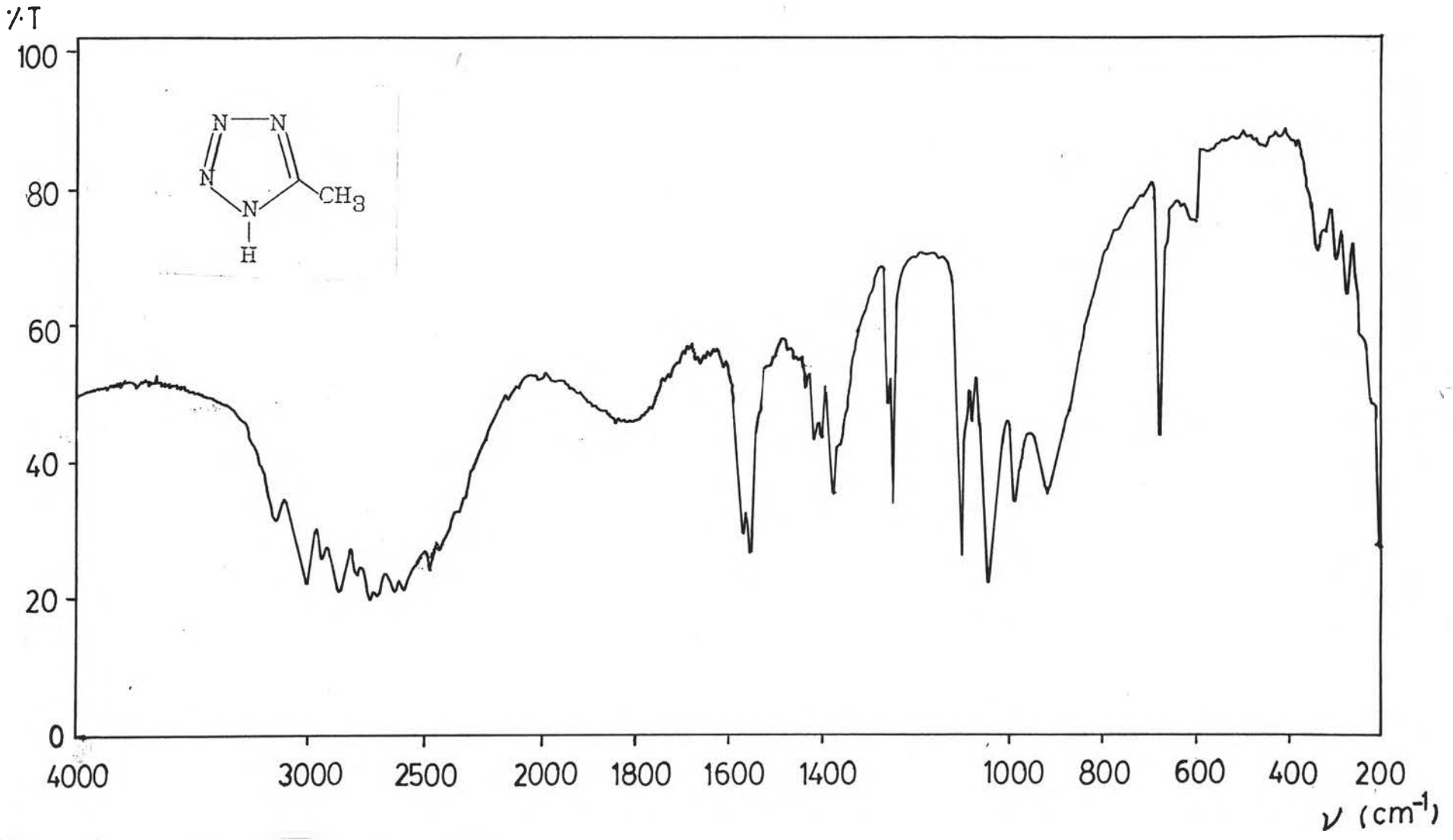
โดยที่ D II - 3 คือ สารประกอบไนเตรตที่ใช้กันในอุตสากรรม

จากตารางข้างที่ 33 นี้ พบว่า อนุพันธ์ของเททระโซลส่วนใหญ่ให้ค่าซีเทนที่ปรับปรุงใกล้เคียงกัน ที่ค่าซีเทนประมาณ 55 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าอนุพันธ์ของเททระโซลสามารถเพิ่มค่าซีเทนจากน้ำมันดีเซลบริสุทธิ์ที่มีค่าซีเทน 51 ได้จริง ประมาณ 3 ซีเทน

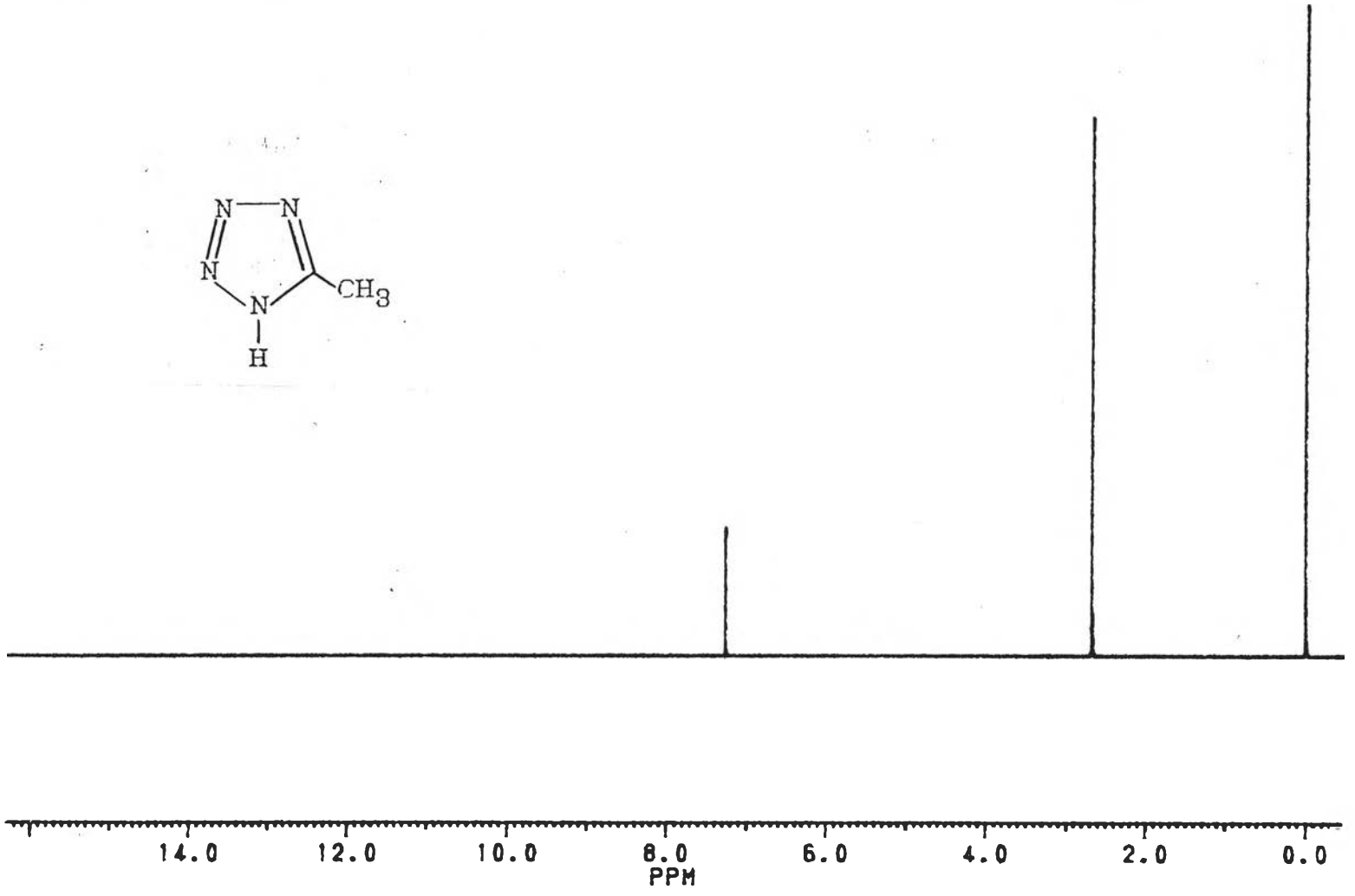
ตารางที่ 34 แสดง ดัชนีซีเทนที่ได้จากการคำนวณด้วยสูตรข้างต้น โดยใช้น้ำมันดีเซลที่มีค่าซีเทน เท่ากับ 52 เปรียบเทียบกับ ค่าซีเทนที่ได้จากการวัด

สารเติมแต่งที่ใช้	ปริมาณที่เติม(g)	ค่าดัชนีซีเทน	ค่าปรับปรุง	ค่าดัชนีซีเทนที่ปรับปรุง	ค่าซีเทนที่ได้ได้จากการวัด
5-บิวทิลเททระโซล	0.258	52.2	3.9	56.1	54.2
5-(2-เมธอกซีเอธิล)-เททระโซล	0.256	51.9	3.8	55.7	53.9
D II - 3	0.253	52.2	3.8	56.0	56.9

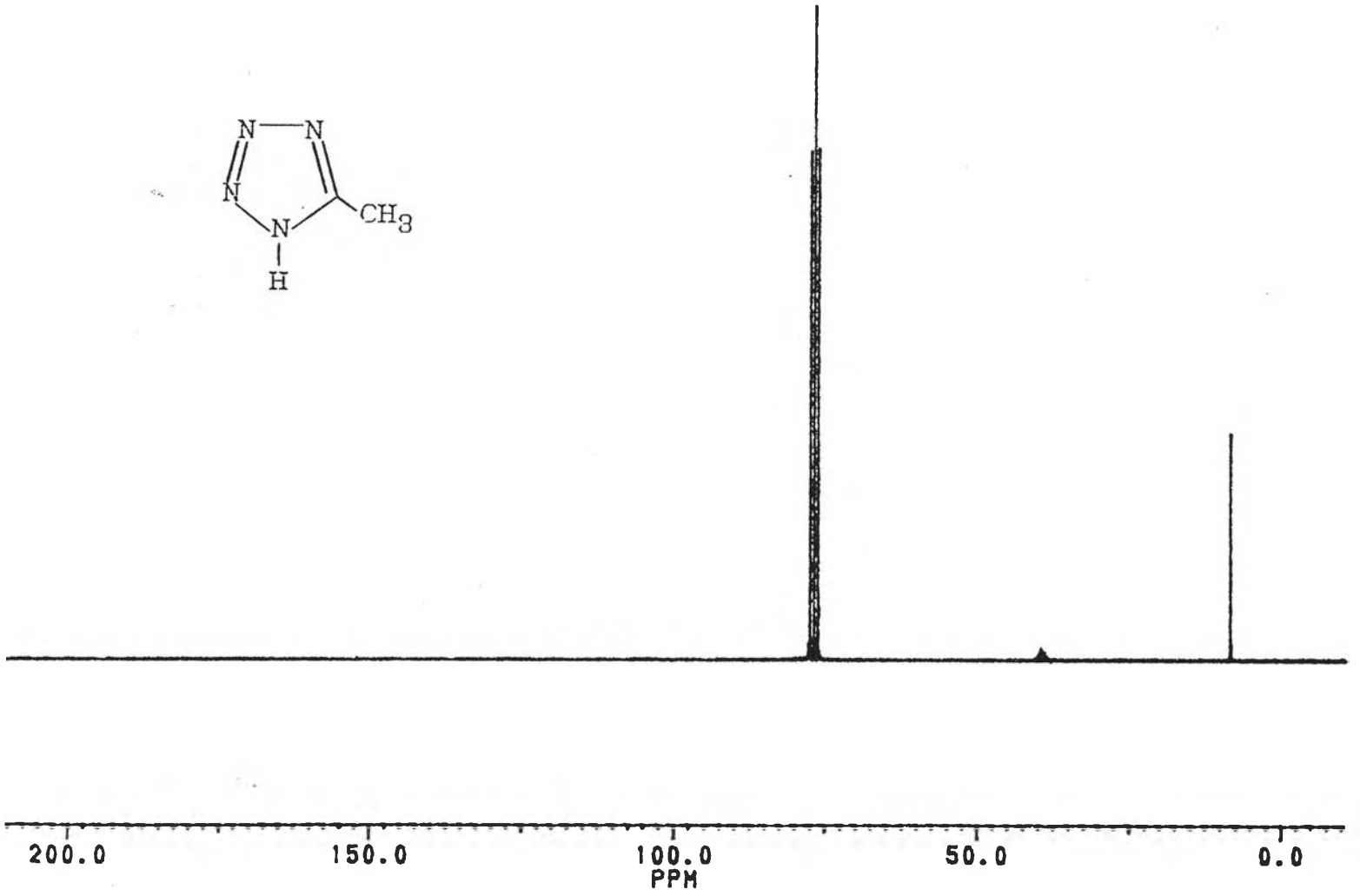
จากตารางที่ 34 พบว่า ค่าซีเทนที่วัดได้มีความใกล้เคียงกับค่าซีเทนที่ปรับปรุงเมื่อใช้ D II - 3 เป็นสารเพิ่มค่าซีเทน ส่วนกรณีของอนุพันธ์ของเททระโซลให้ค่าซีเทนใกล้เคียงน้อยกว่า เมื่อเทียบกับค่าซีเทนที่ปรับปรุง และจากค่าซีเทน พบว่าอนุพันธ์เททระโซล สามารถเพิ่มค่าซีเทนของน้ำมันดีเซลบริสุทธิ์ที่มีค่าซีเทน 52 ได้ประมาณ 3 ซีเทน



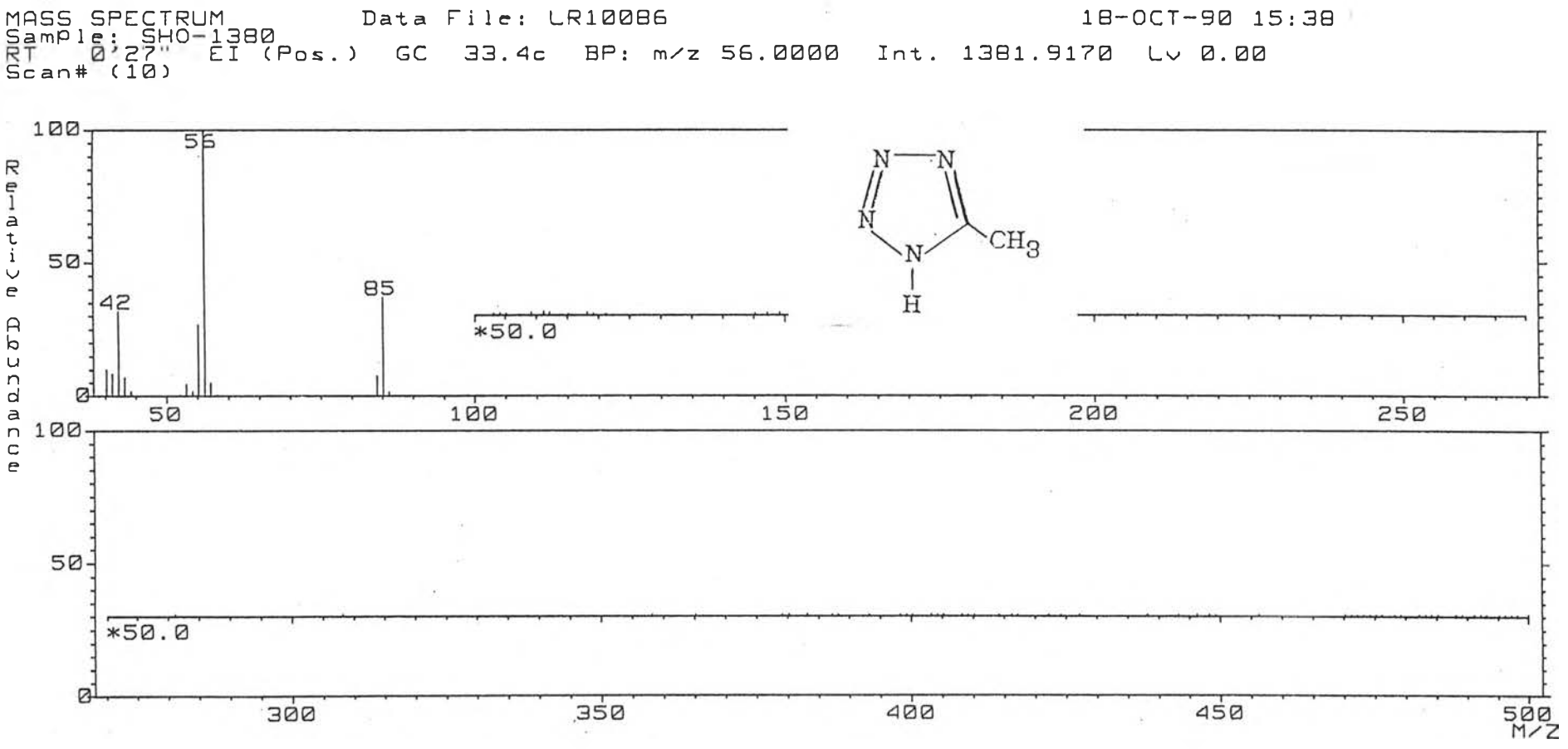
รูปที่ 6 แสดงอินฟราเรดเสปกตรัมของ 5-เมธิลเททระโซล



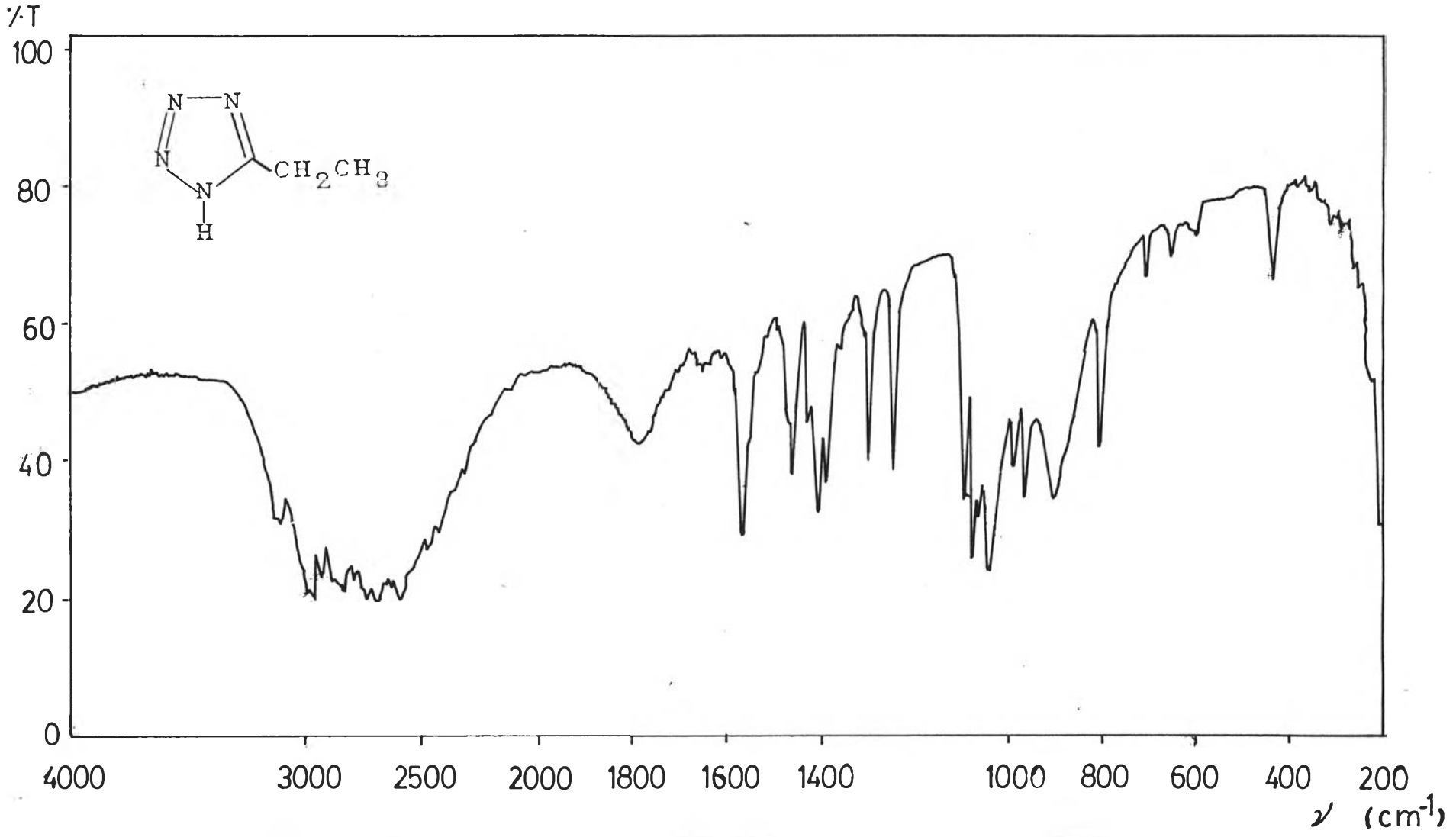
รูปที่ 7 แสดงโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เมธิลเททระโซล



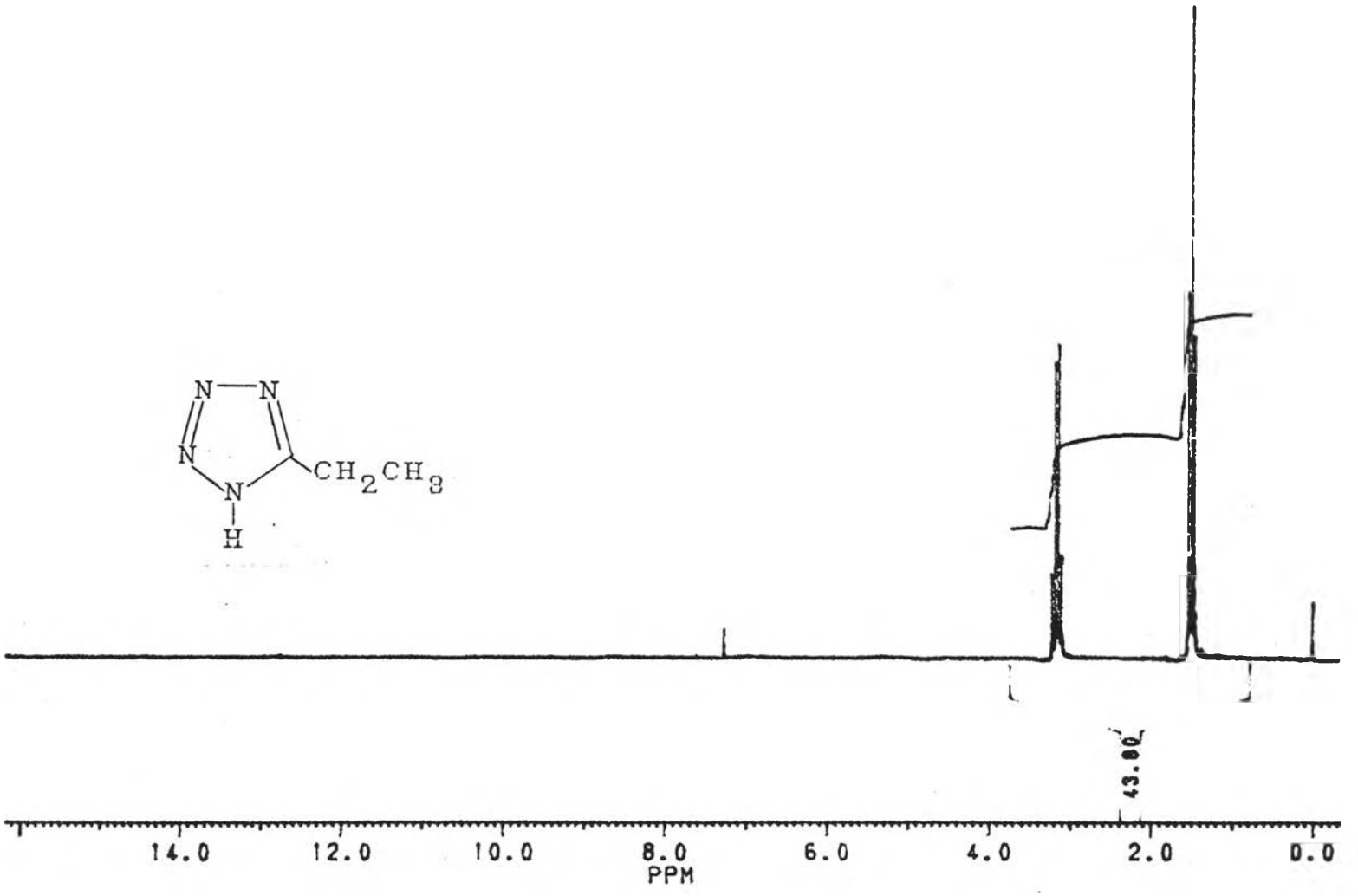
รูปที่ 8 แสดงคาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เมธิลเททระโซล



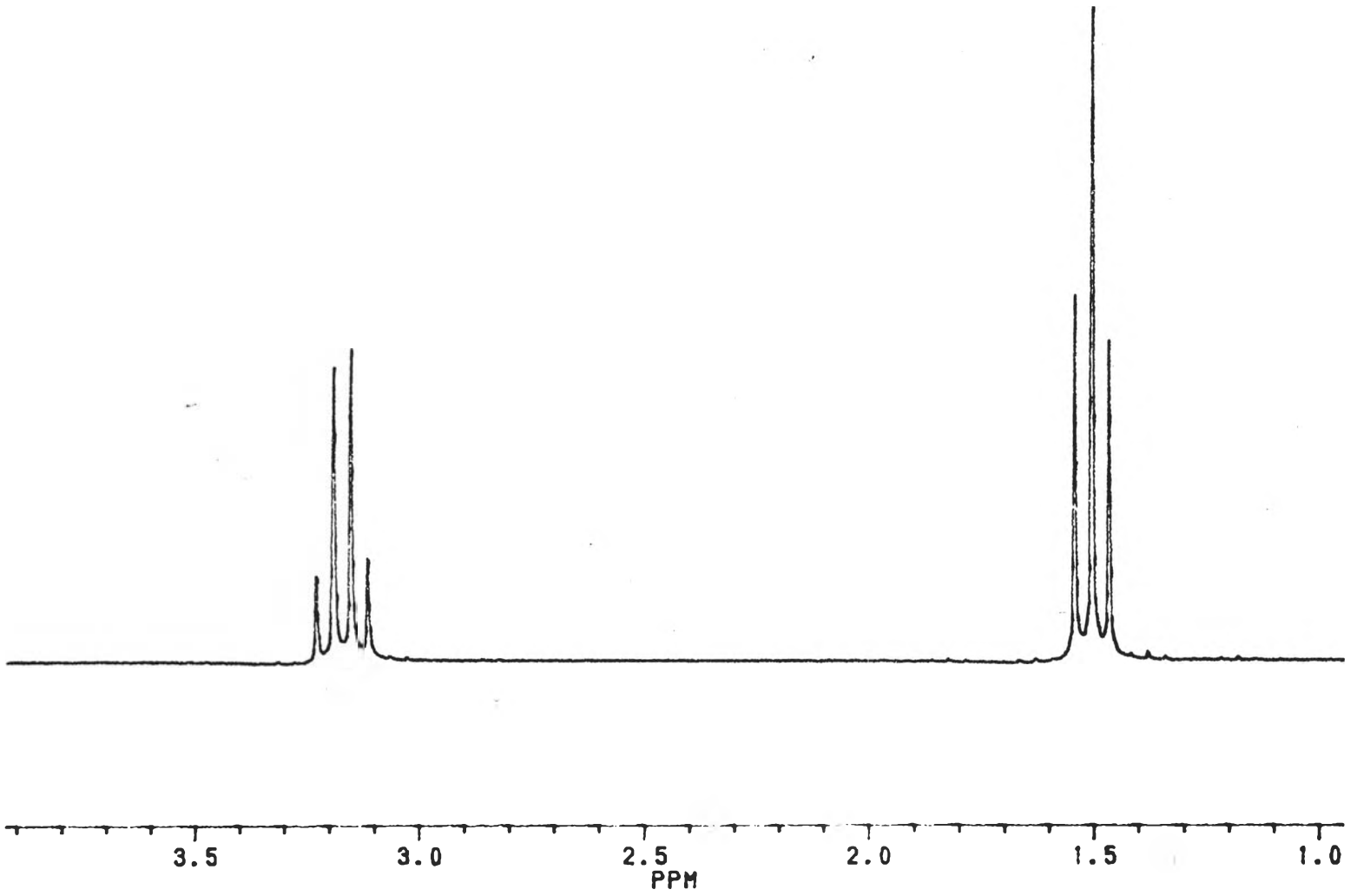
รูปที่ 9 แสดงแมสเสปกตรัมของ 5-เมธิลเททระโซล



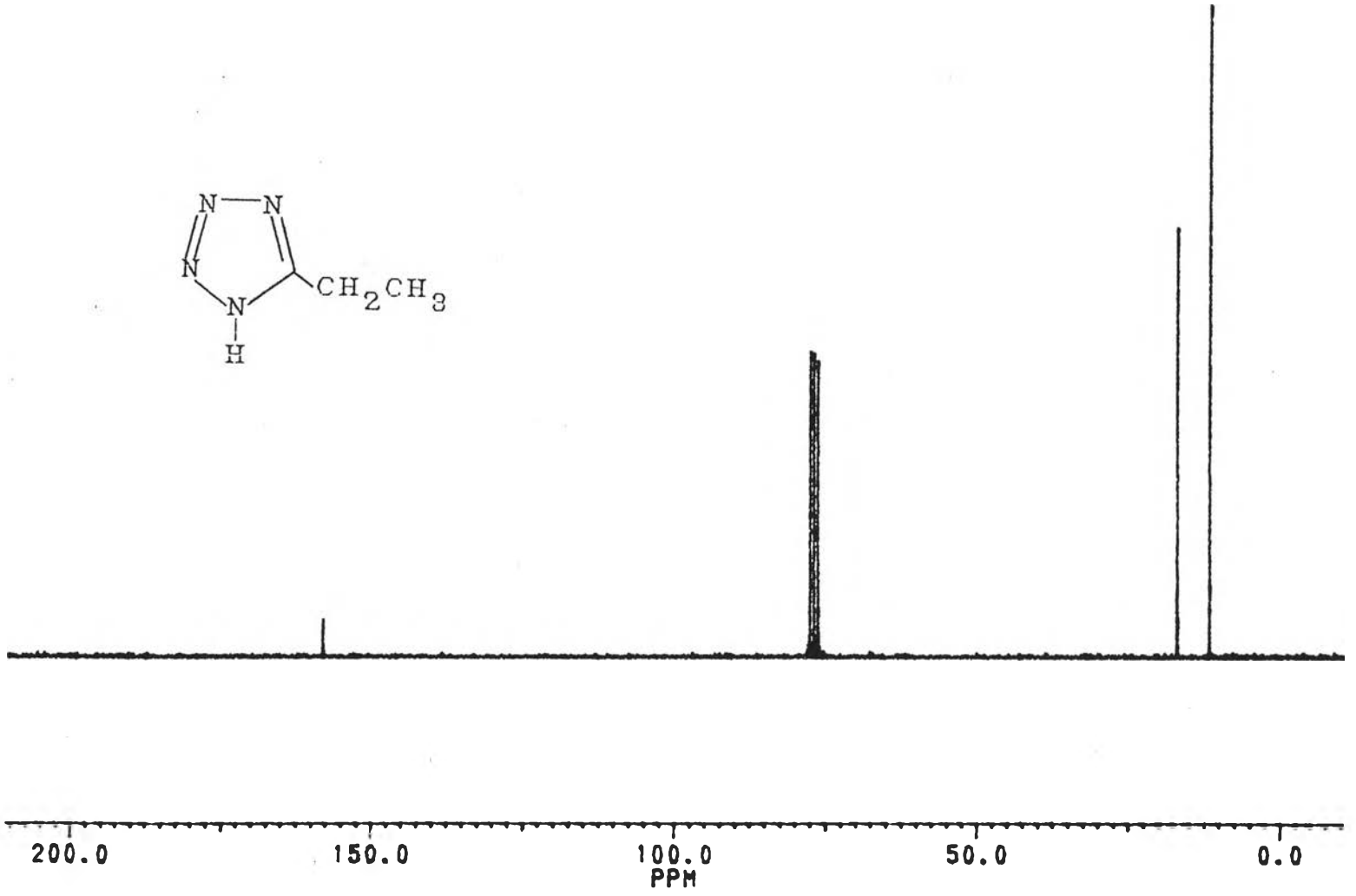
รูปที่ 10 แสดงอินฟราเรดของ 5-เอธิลเททระโซล



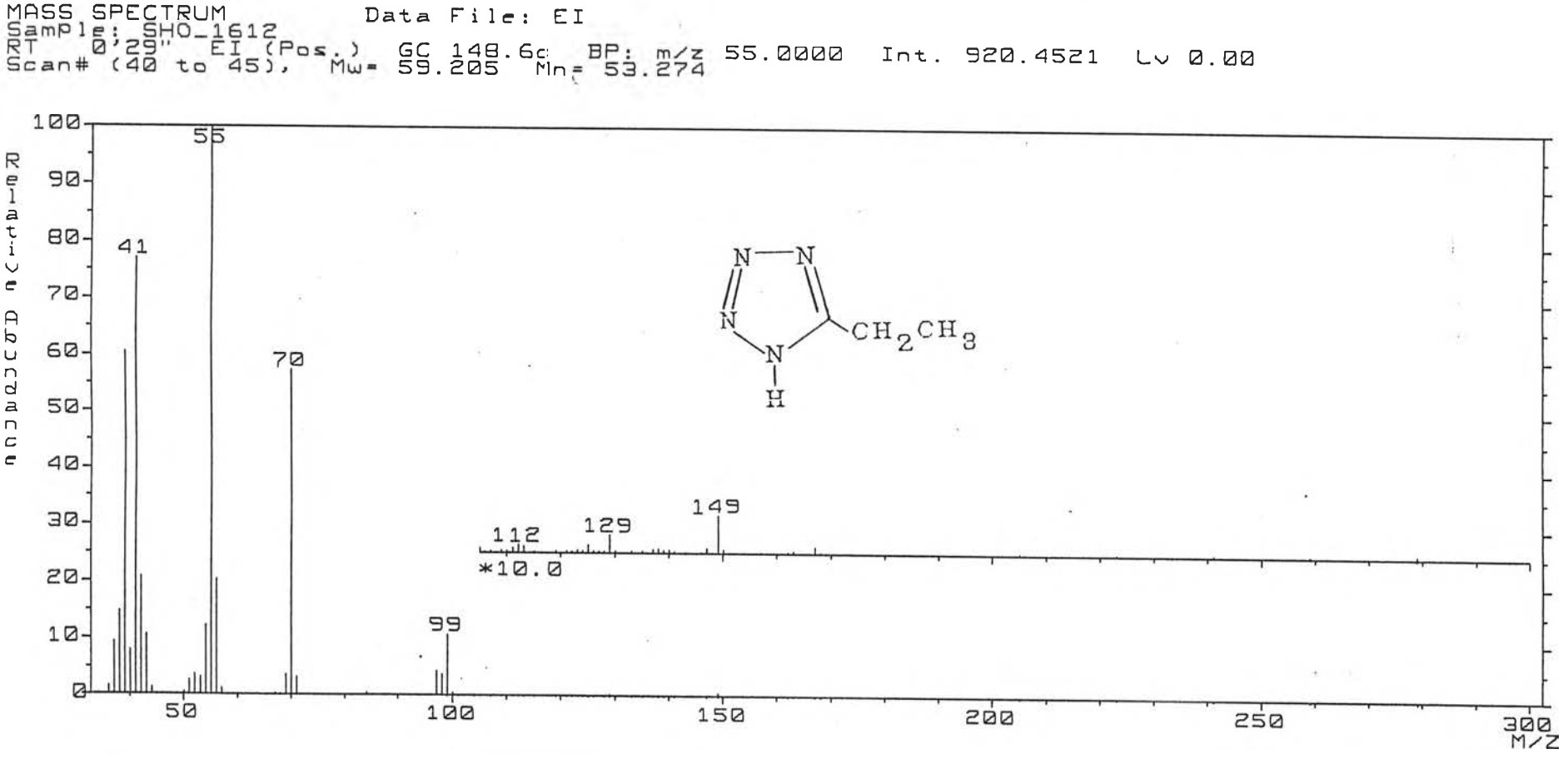
รูปที่ 11.1 แสดงโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เอธิลเททระโซล



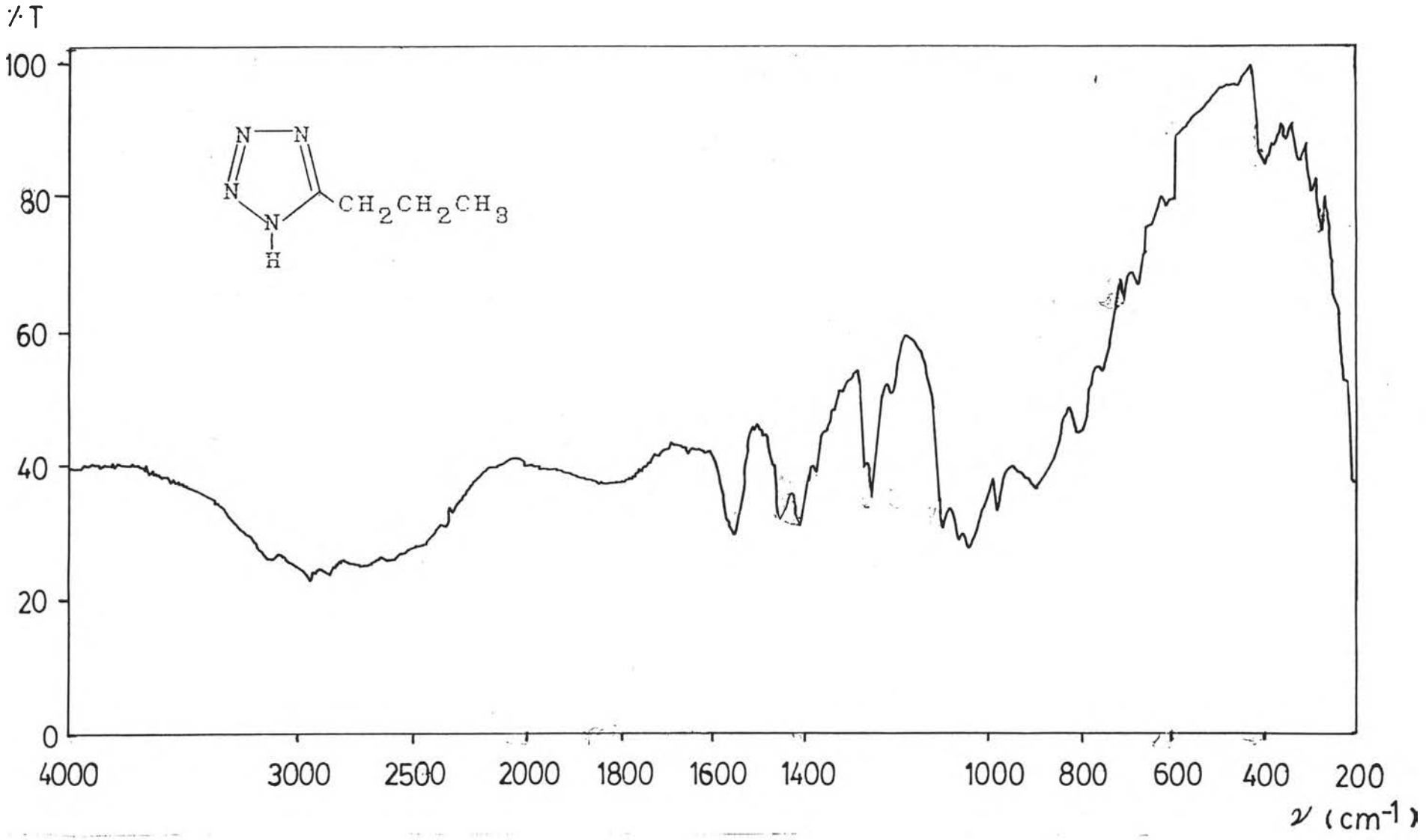
รูปที่ 11.2 แสดงส่วนขยายของโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เอธิลเททระโซล



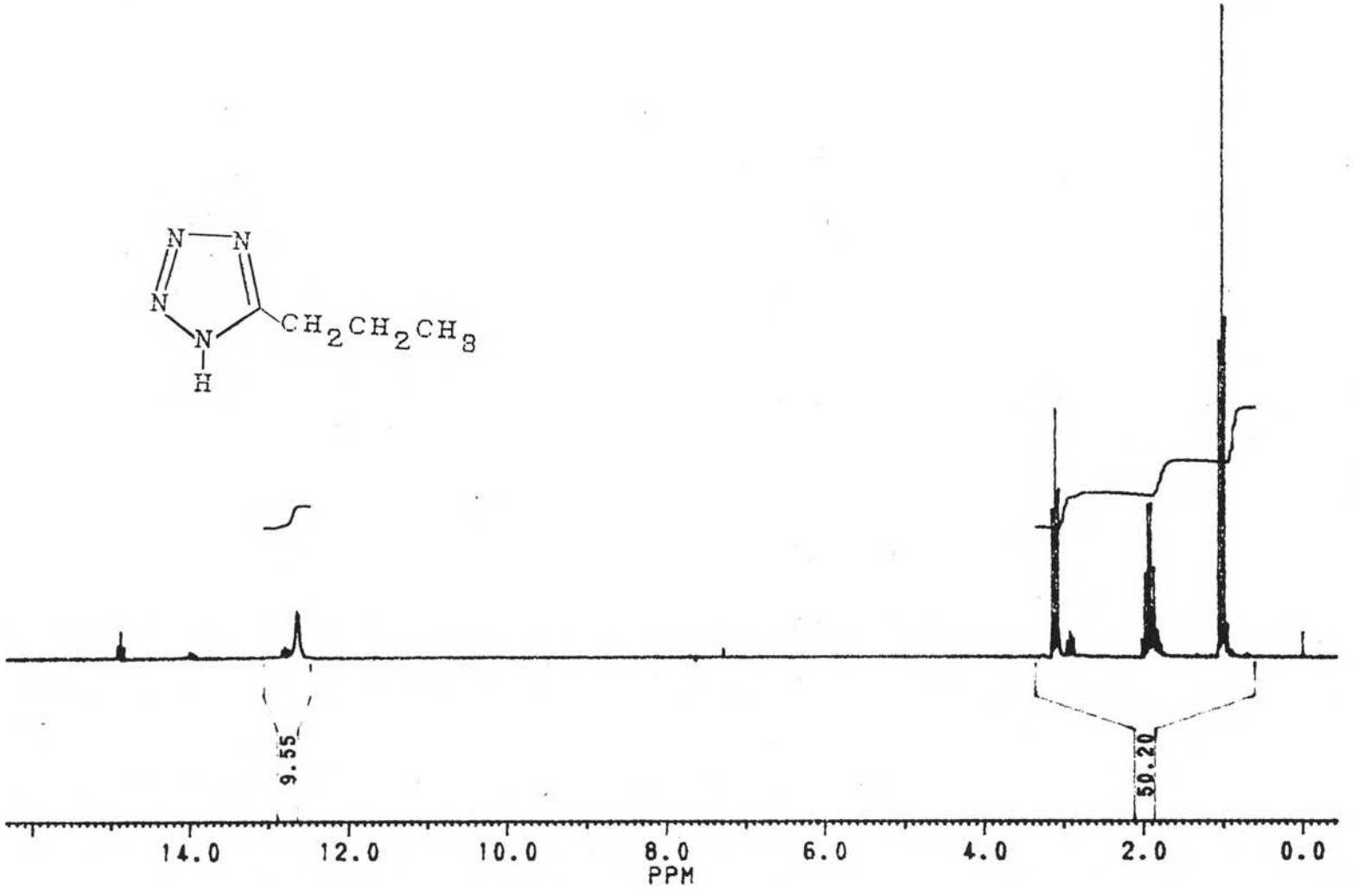
รูปที่ 12 แสดงคาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เอธิลเททระโซล



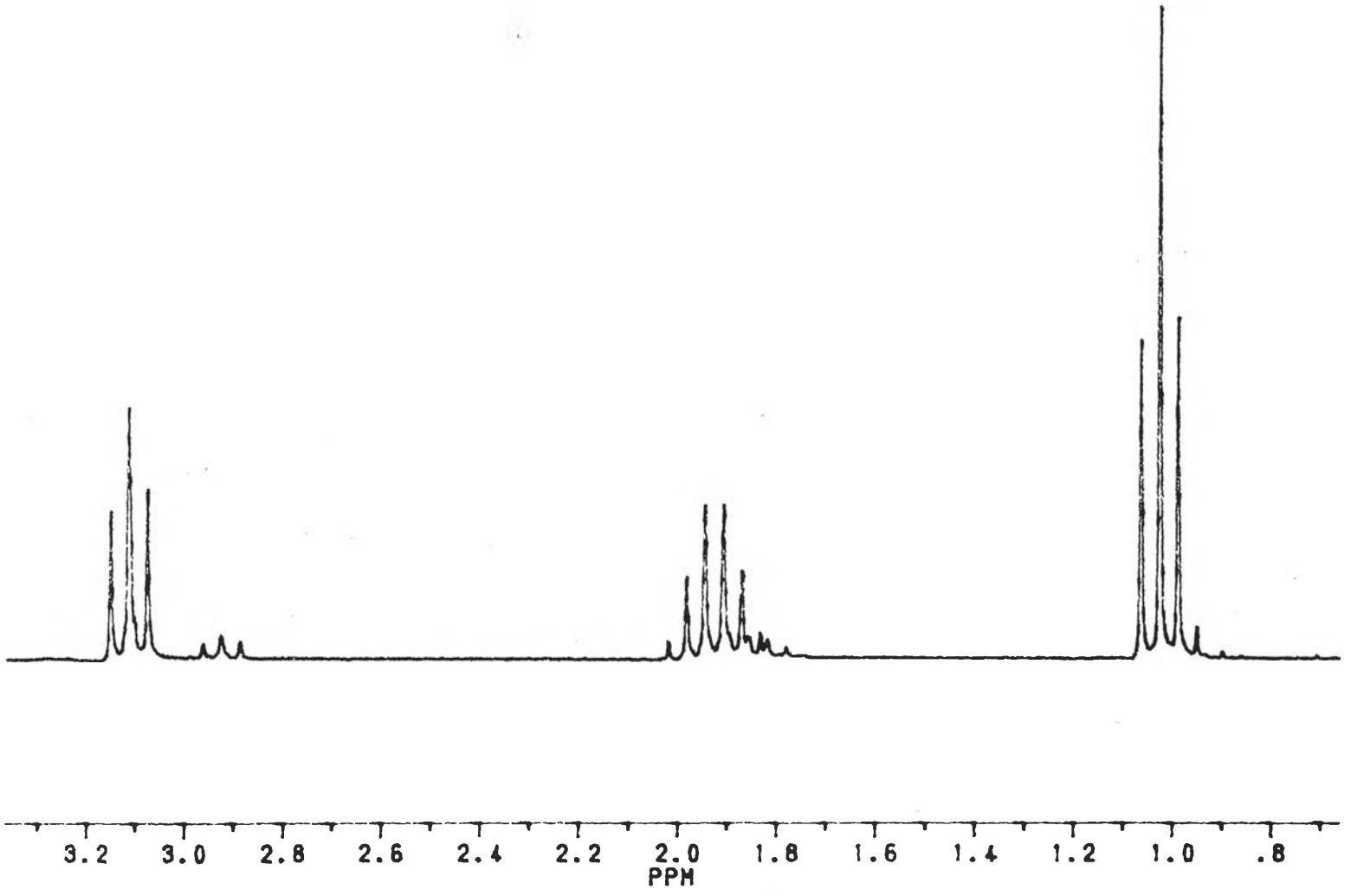
รูปที่ 13 แสดงแมสเสปกตรัมของ 5-เอธิลเททระโซล



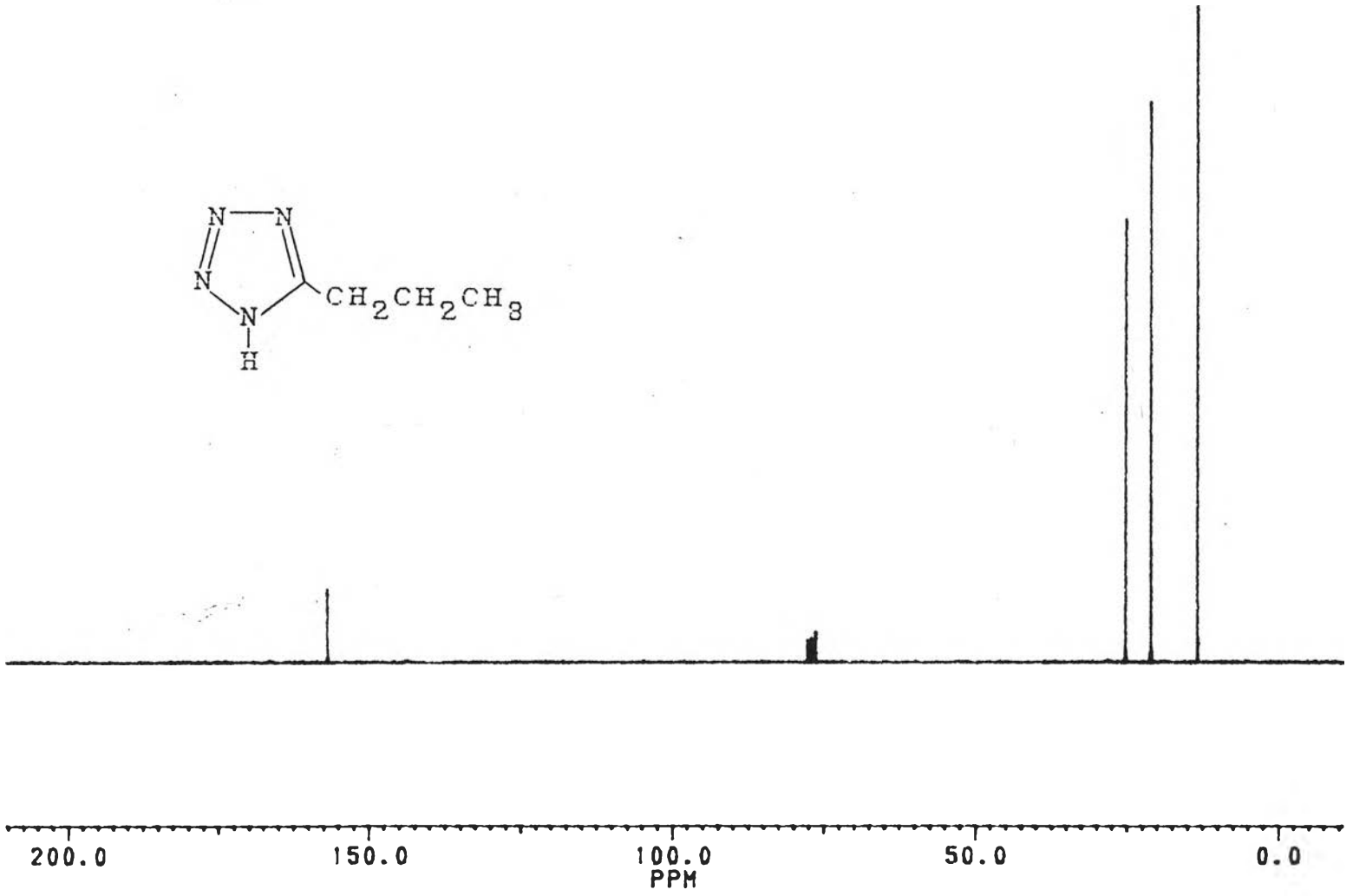
รูปที่ 14 แสดงอินฟราเรดของ 5-โพรพิลเททระโซล



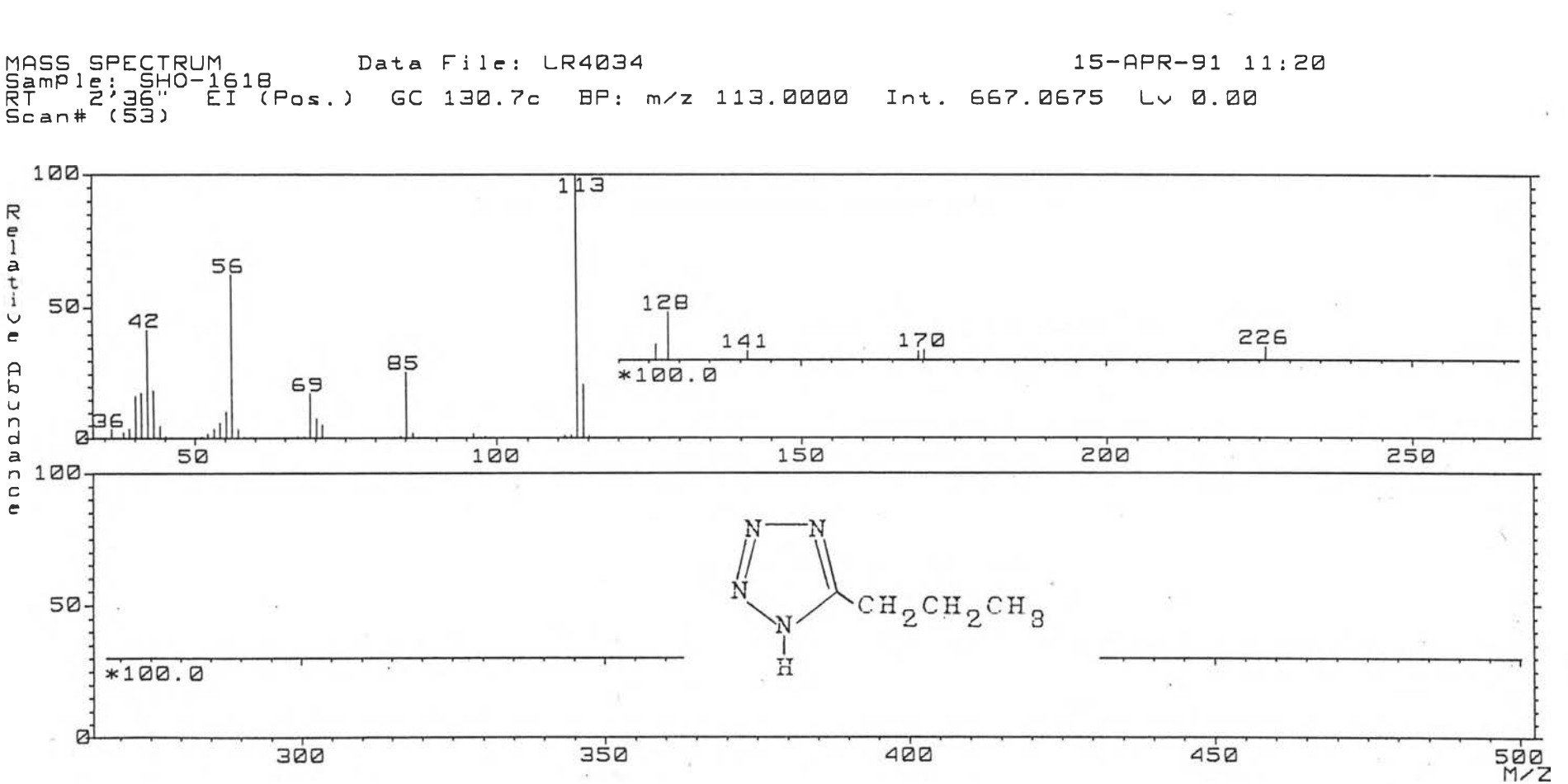
รูปที่ 15.1 แสดงโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-โพรพิลเททระโซล



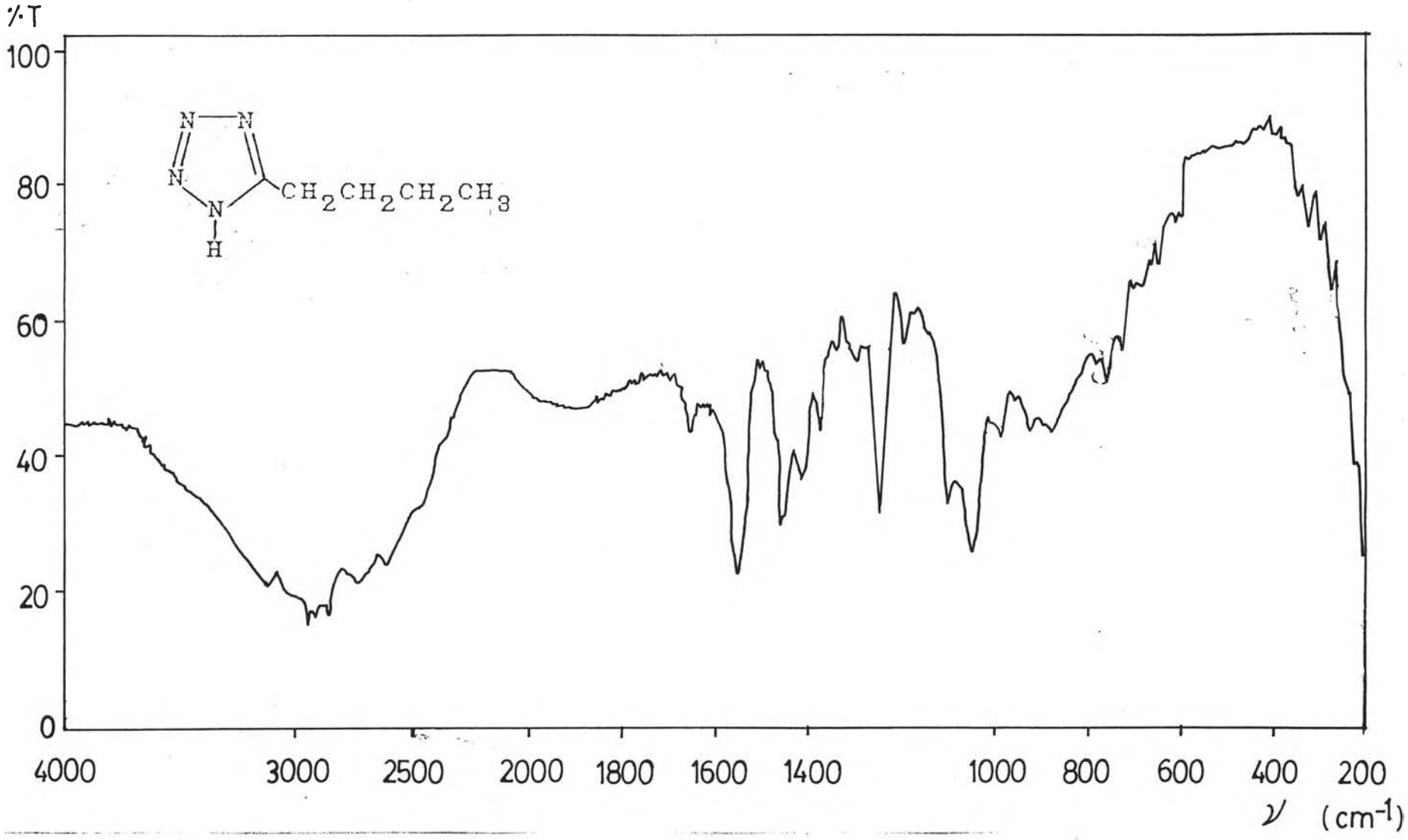
รูปที่ 15.2 แสดงส่วนขยายของโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-โพรพิลเททระโซล



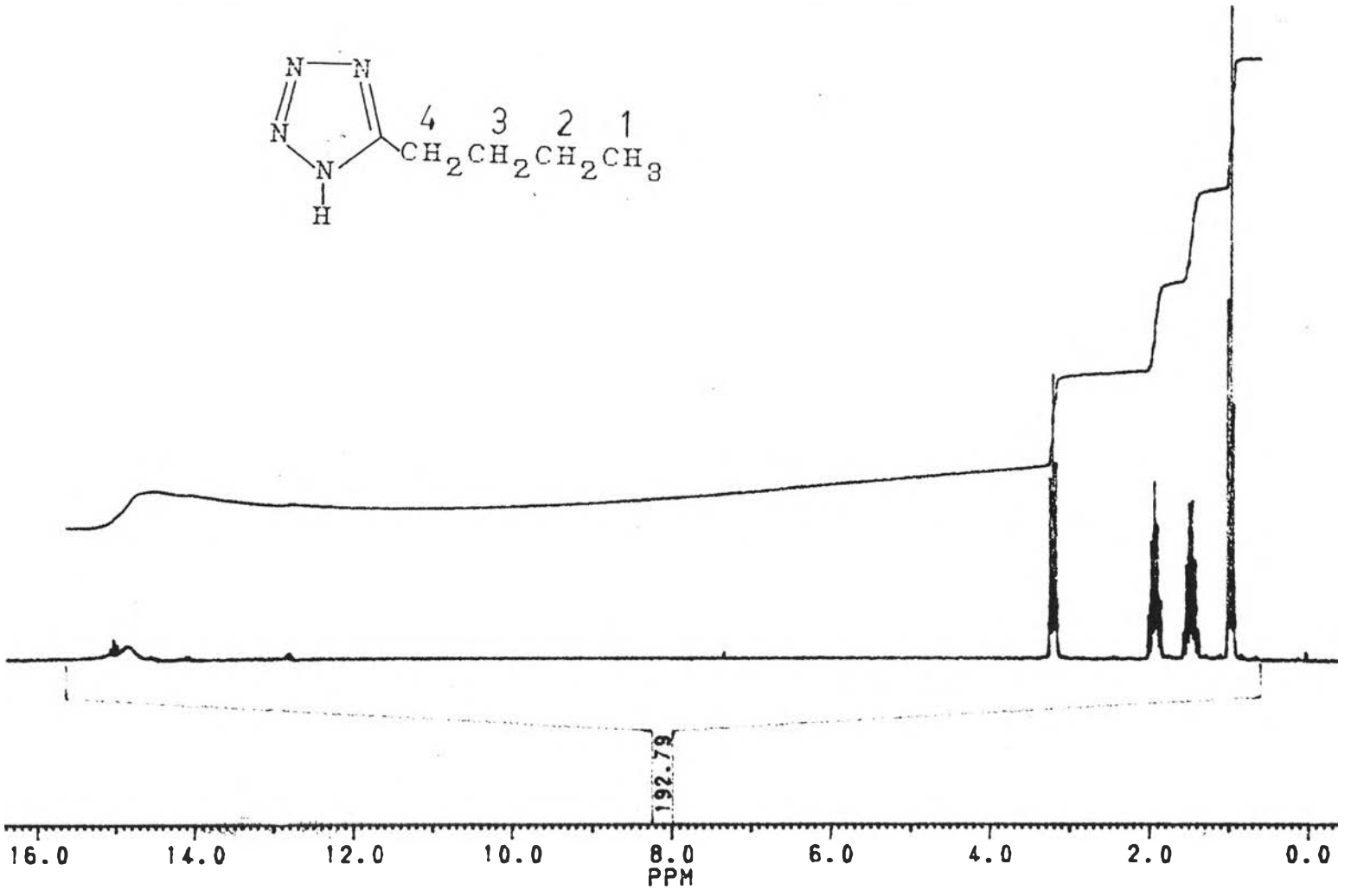
รูปที่ 16 แสดงคาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-โพรพิลเททระโซล



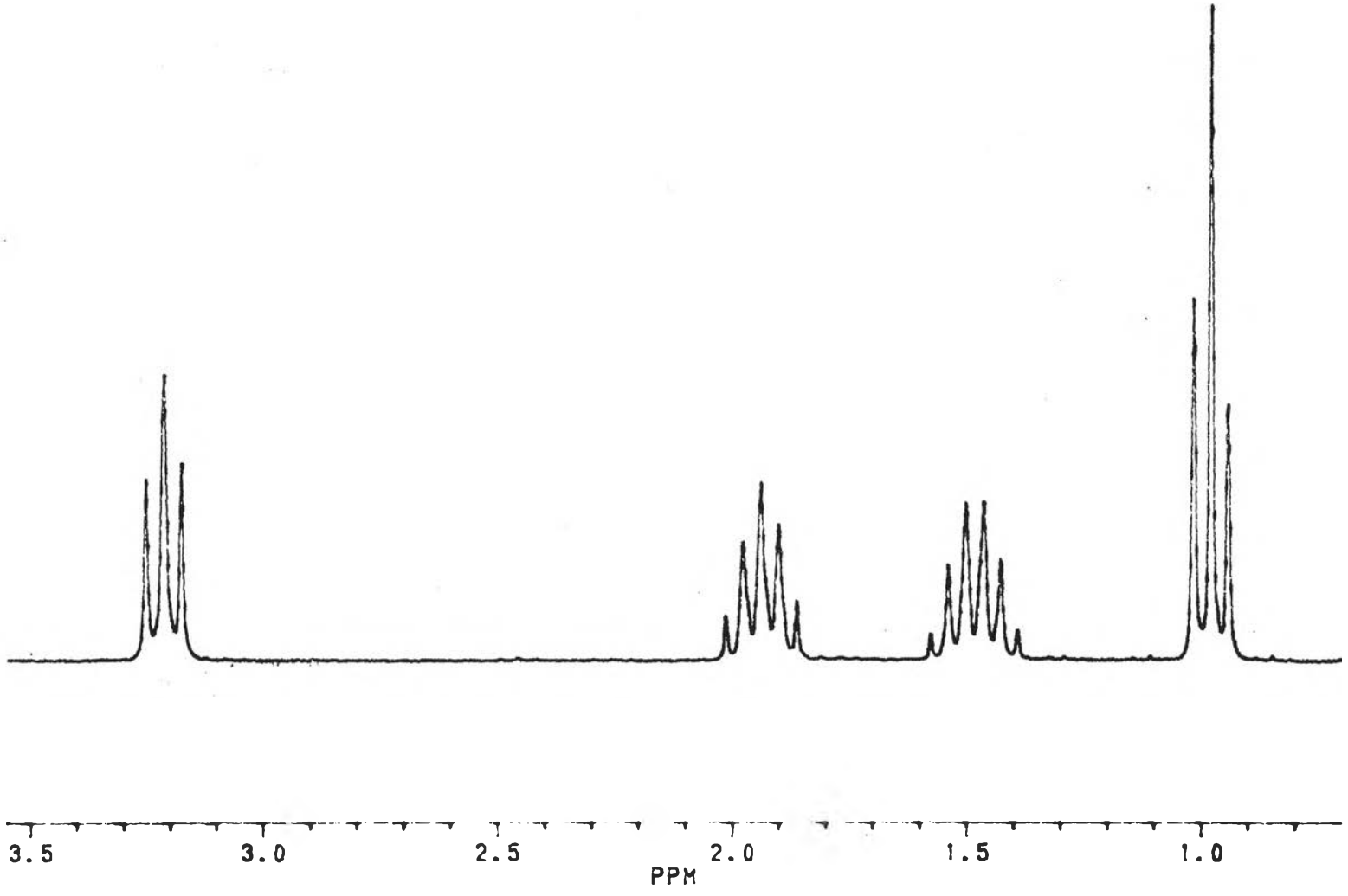
รูปที่ 17 แสดงแมสเสปกตรัมของ 5-โพรพิลเททระโซล



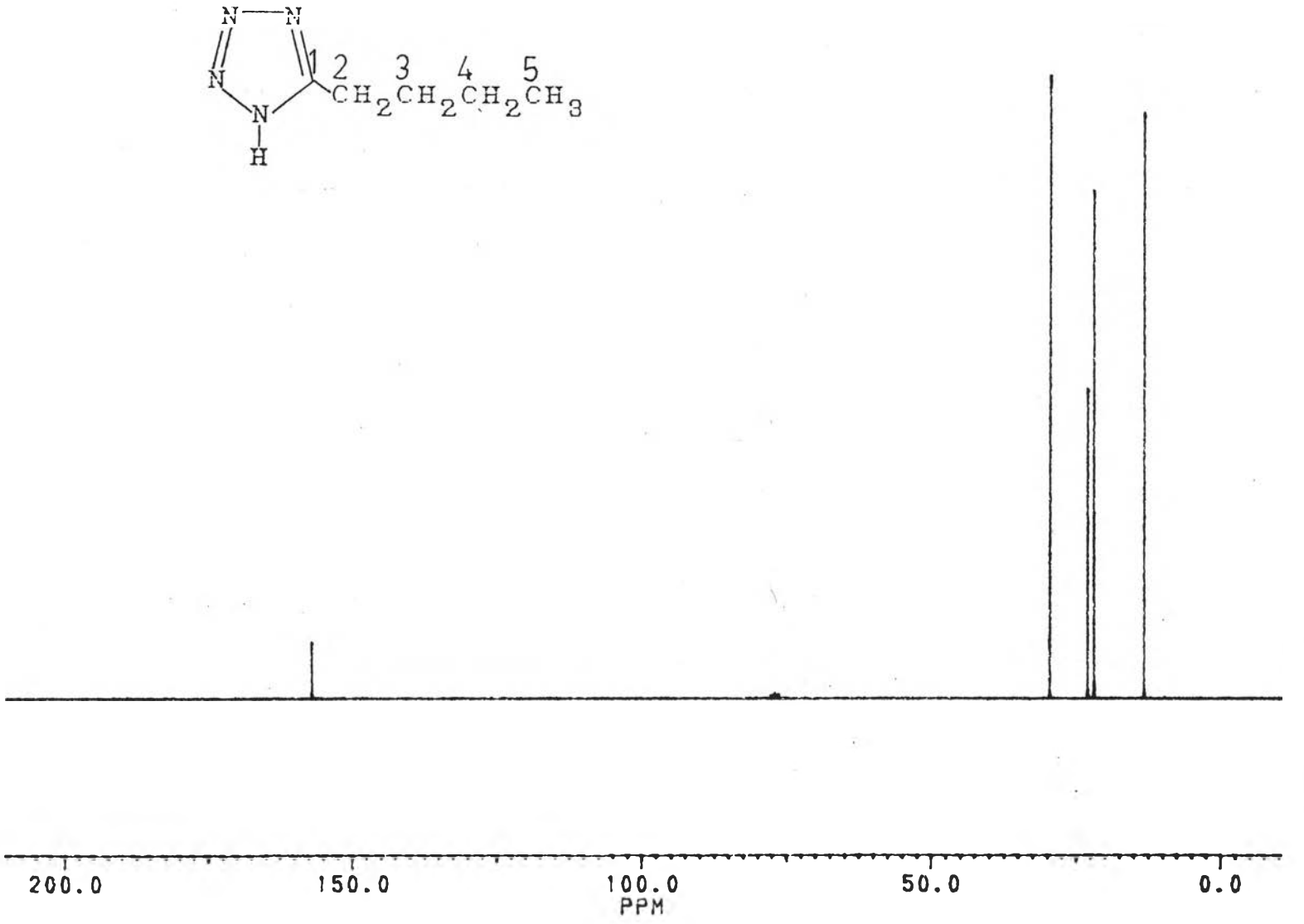
รูปที่ 18 แสดงอินฟราเรดของ 5-บิวทิลเททระโซล



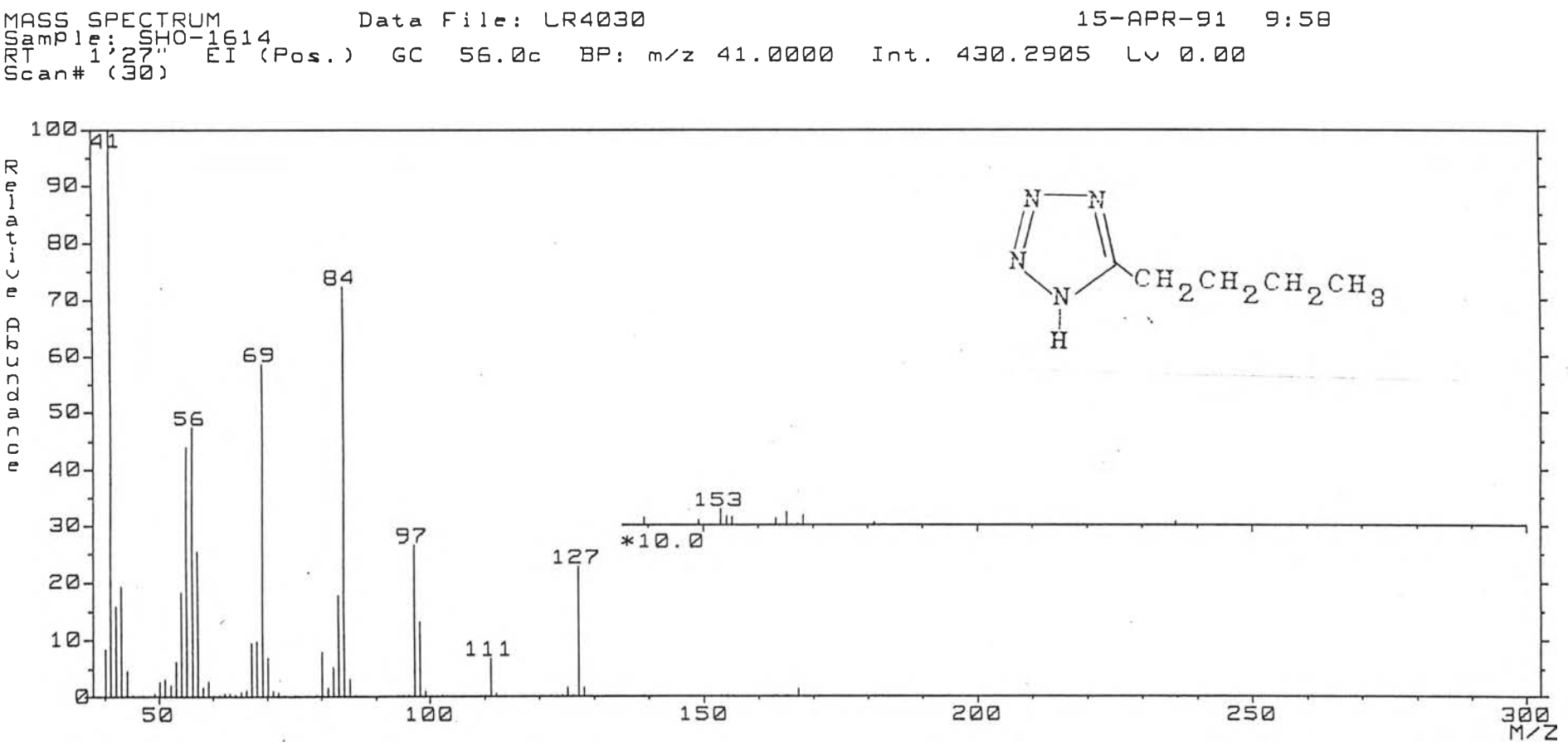
รูปที่ 19.1 แสดงโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-บิวทิลเททระโซล



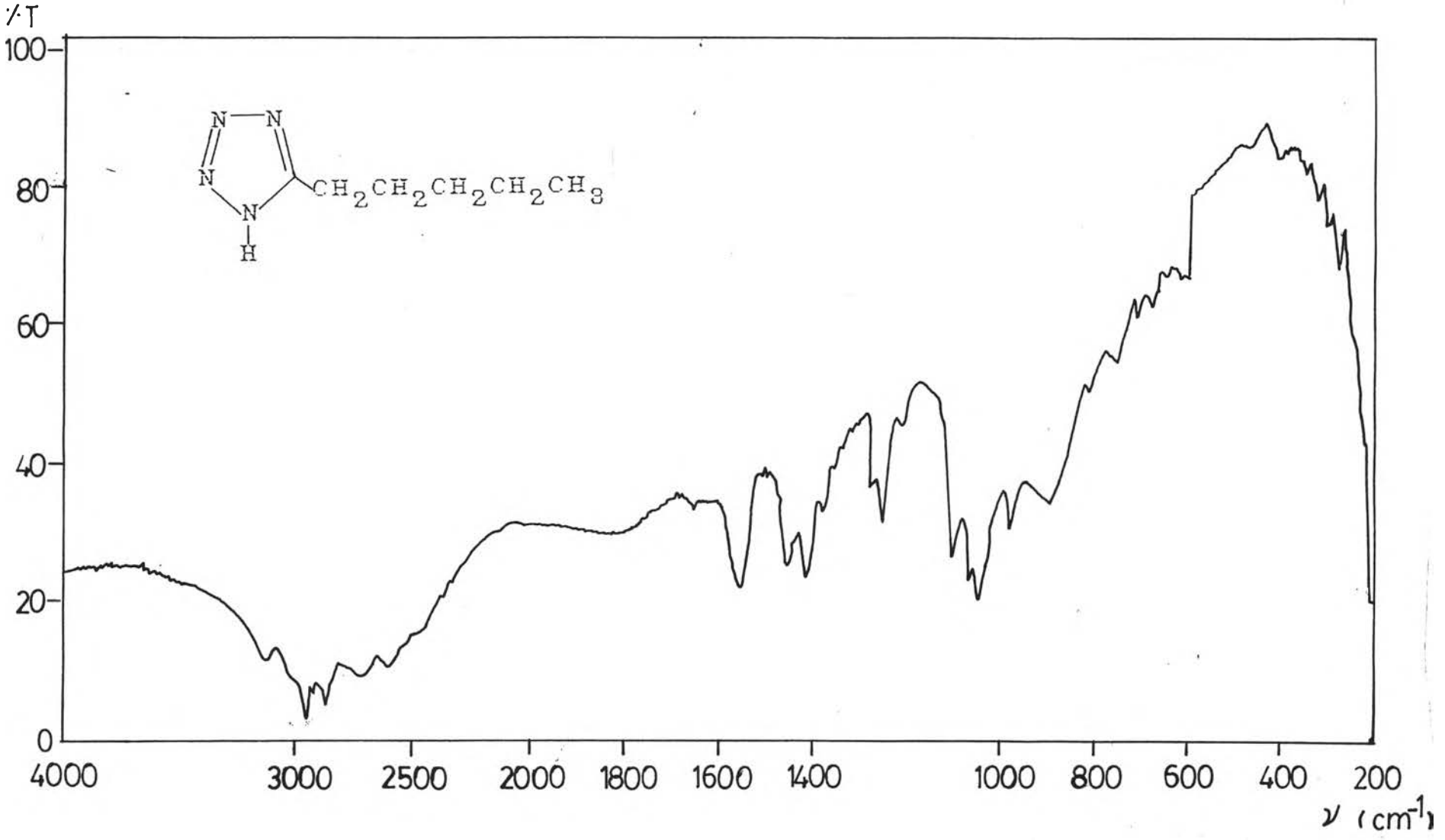
รูปที่ 19.2 แสดงส่วนขยายของโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-บิวทิลเททระโซล



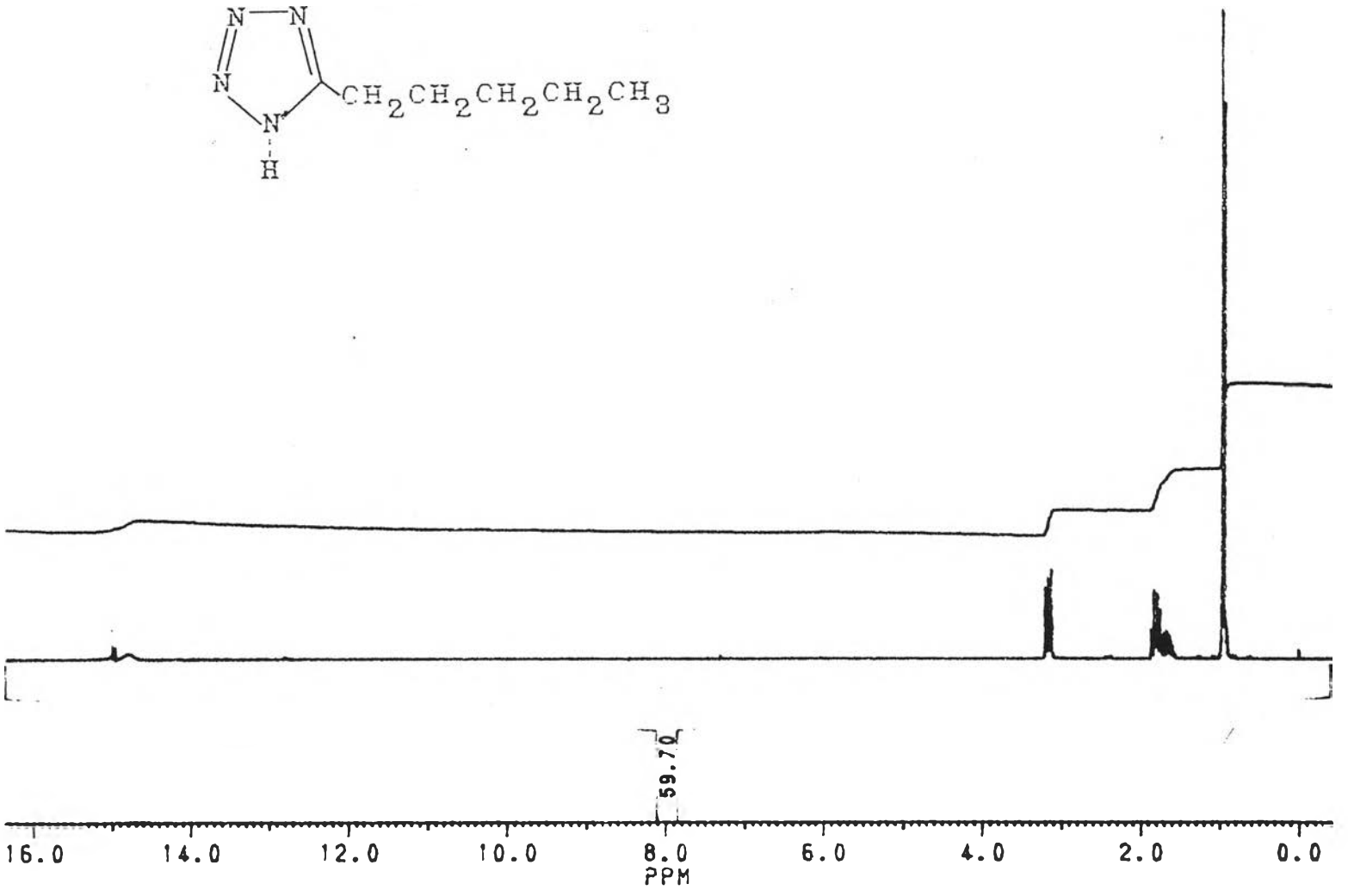
รูปที่ 20 แสดงคาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-บิวทิลเททระโซล



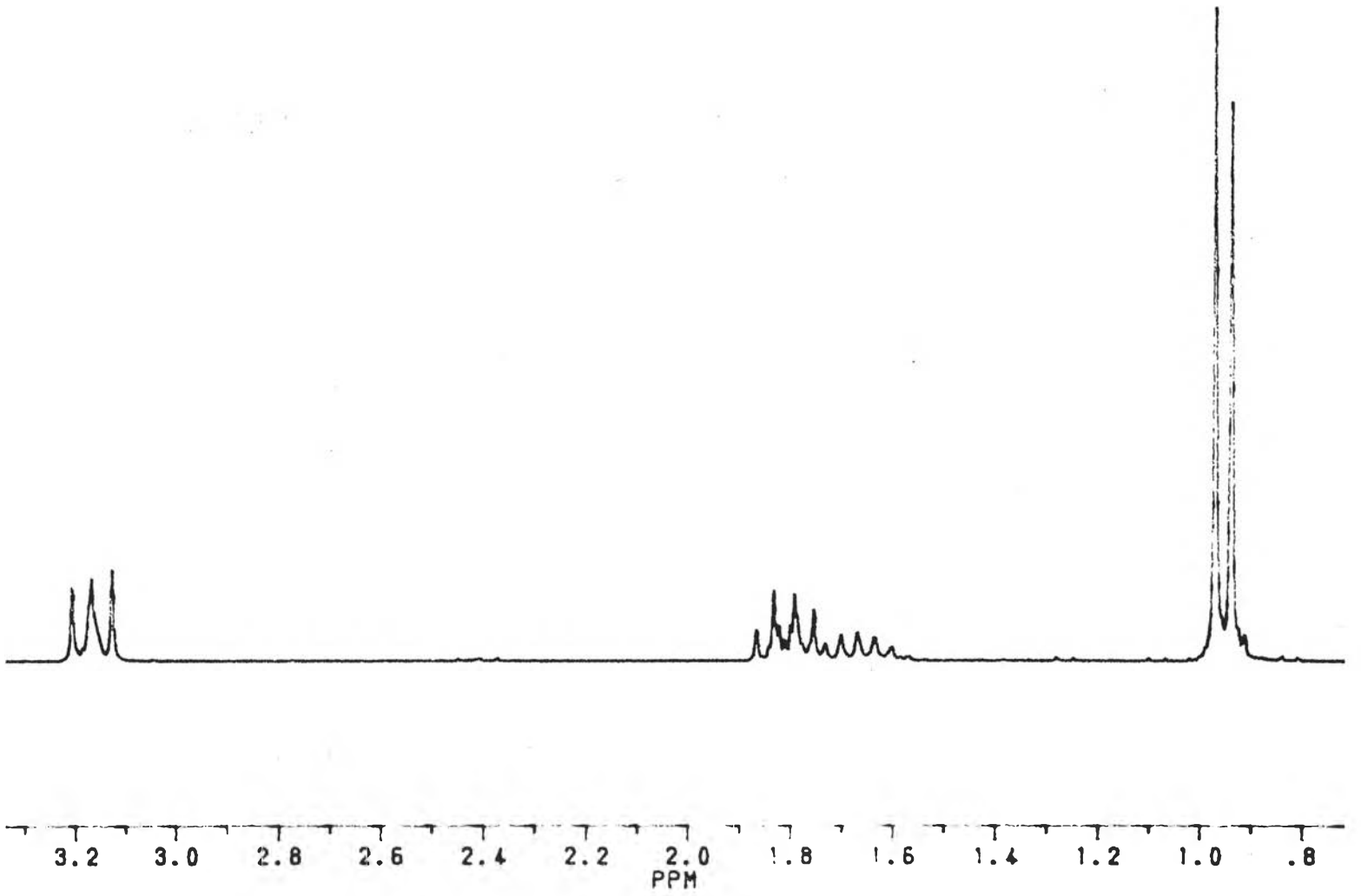
รูปที่ 21 แสดงแมสเสปกตรัมของ 5-บิวทิลเททระโซล



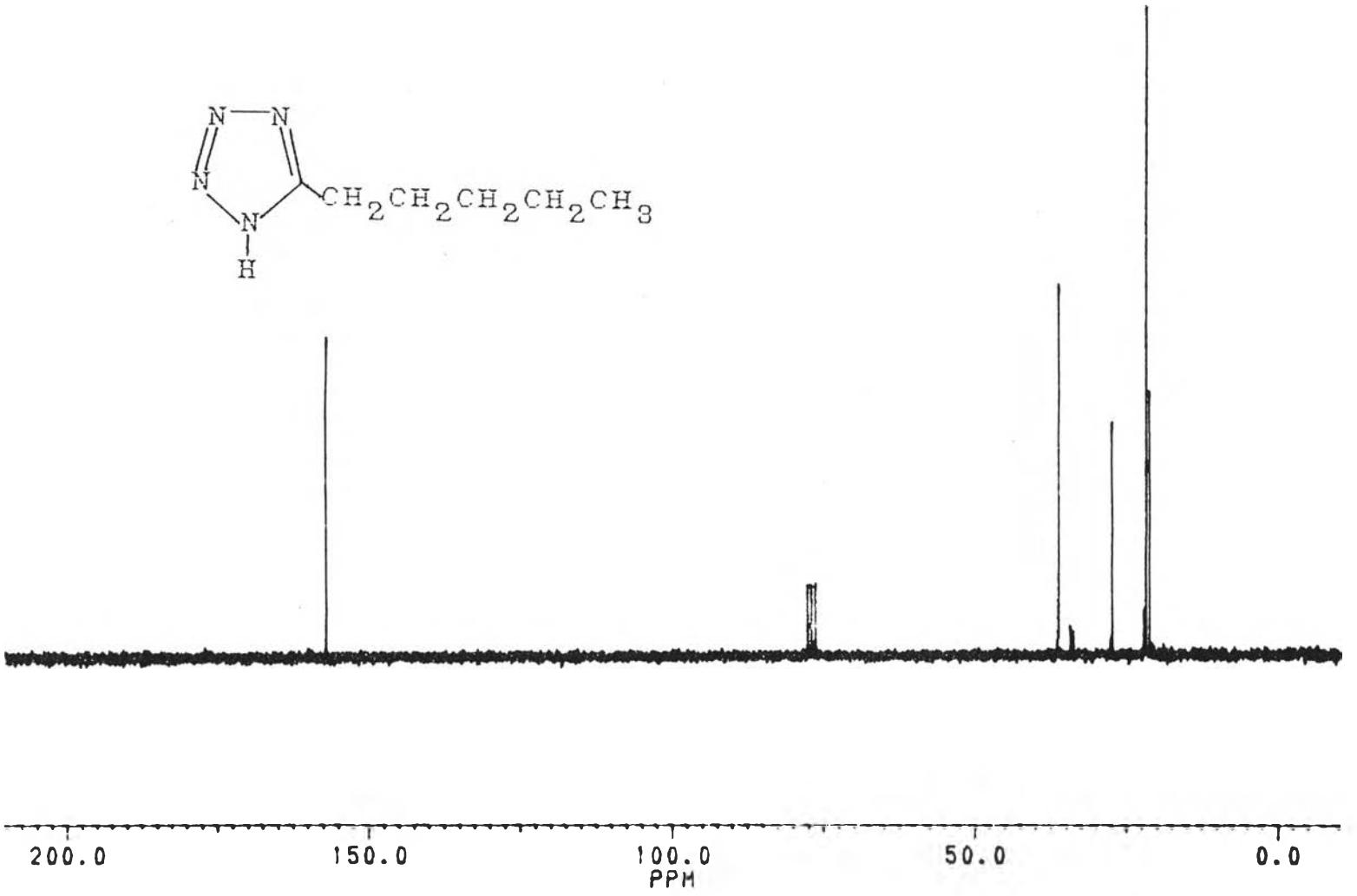
รูปที่ 22 แสดงอินฟราเรดของ 5-เพนทิลเททระโซล



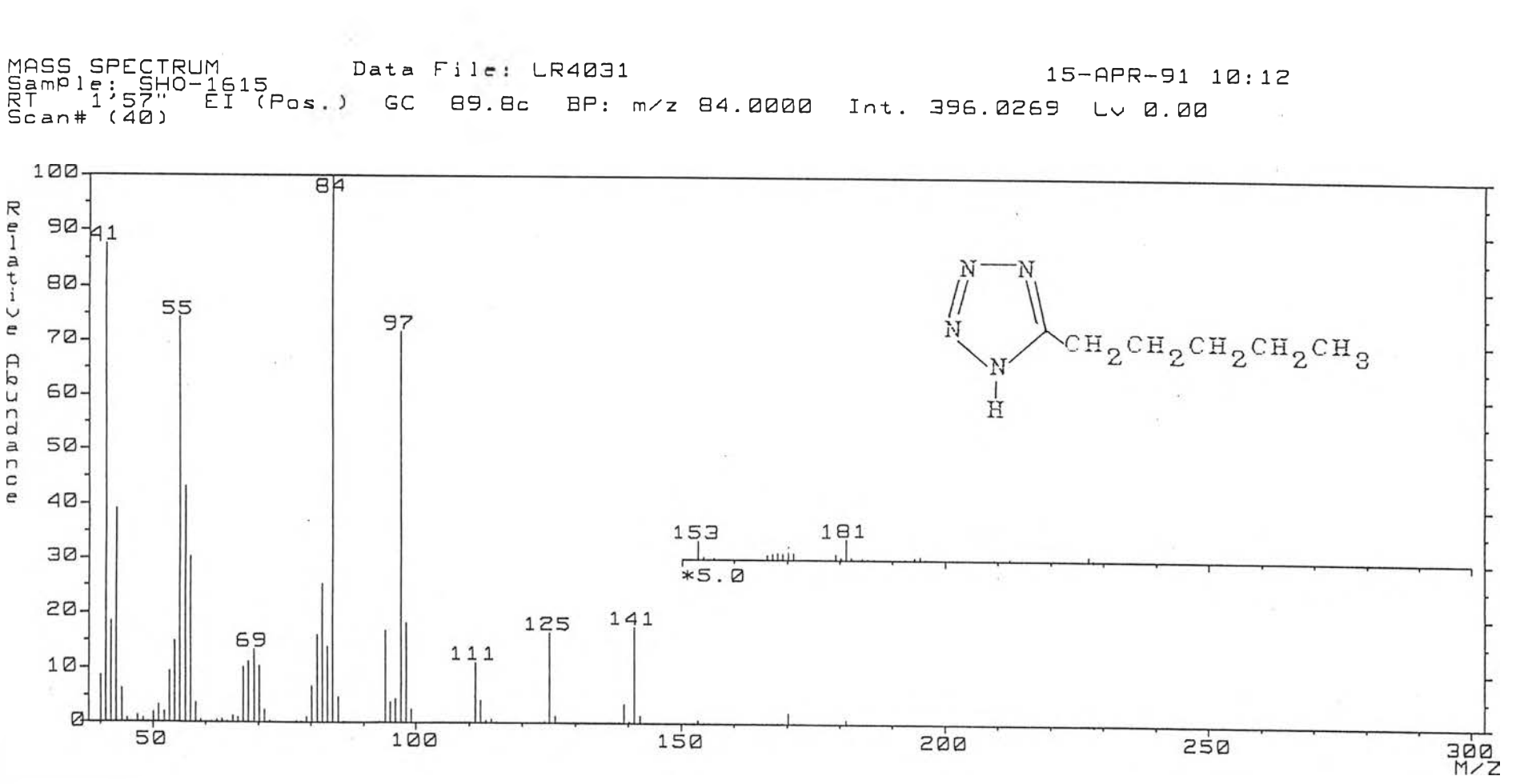
รูปที่ 23.1 แสดงโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เพนทิลเททระโซล



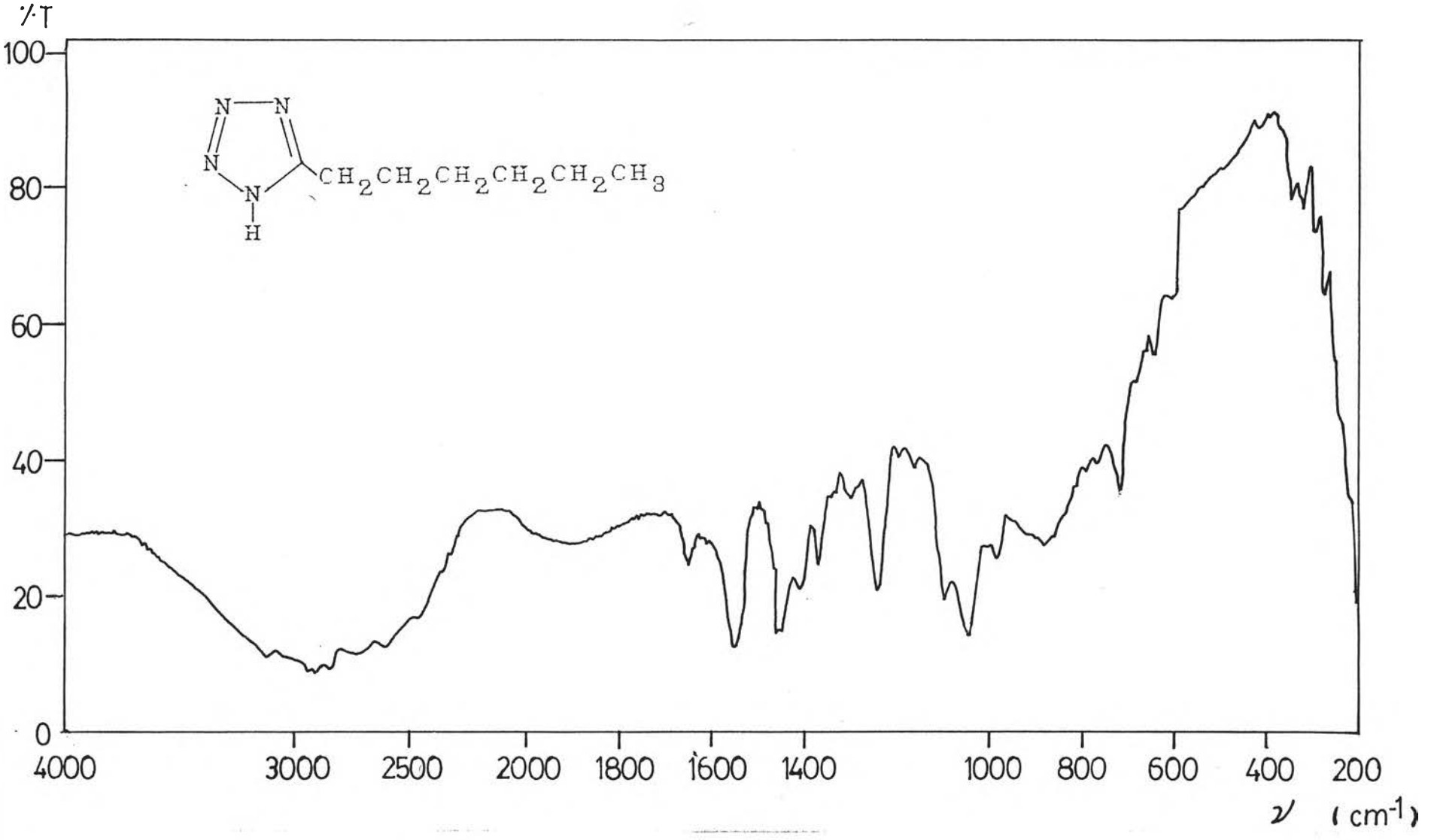
รูปที่ 23.2 แสดงส่วนขยายของโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เพนทิลเททระโซล



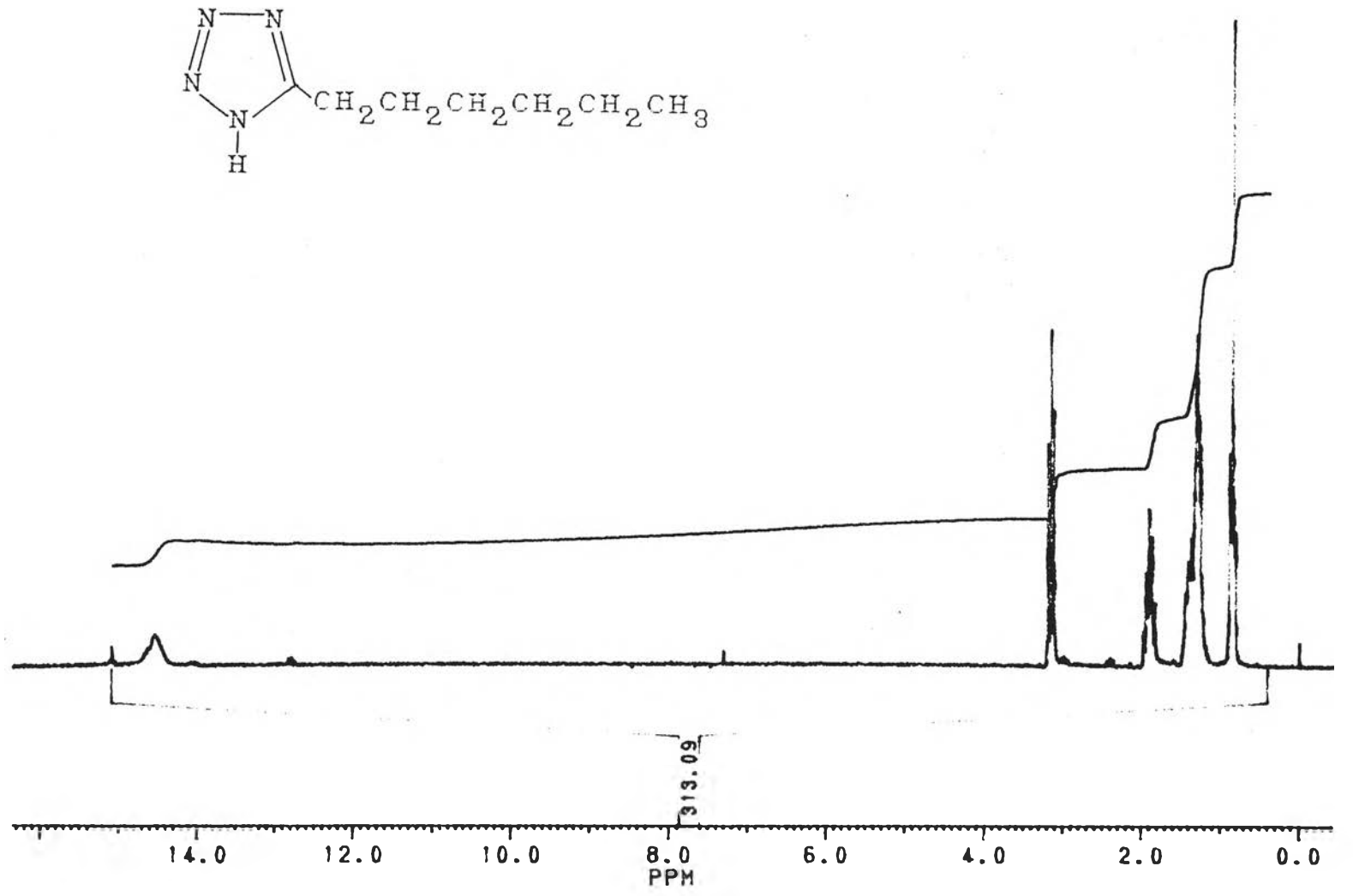
รูปที่ 24 แสดงคาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เพนทิลเททระโซล



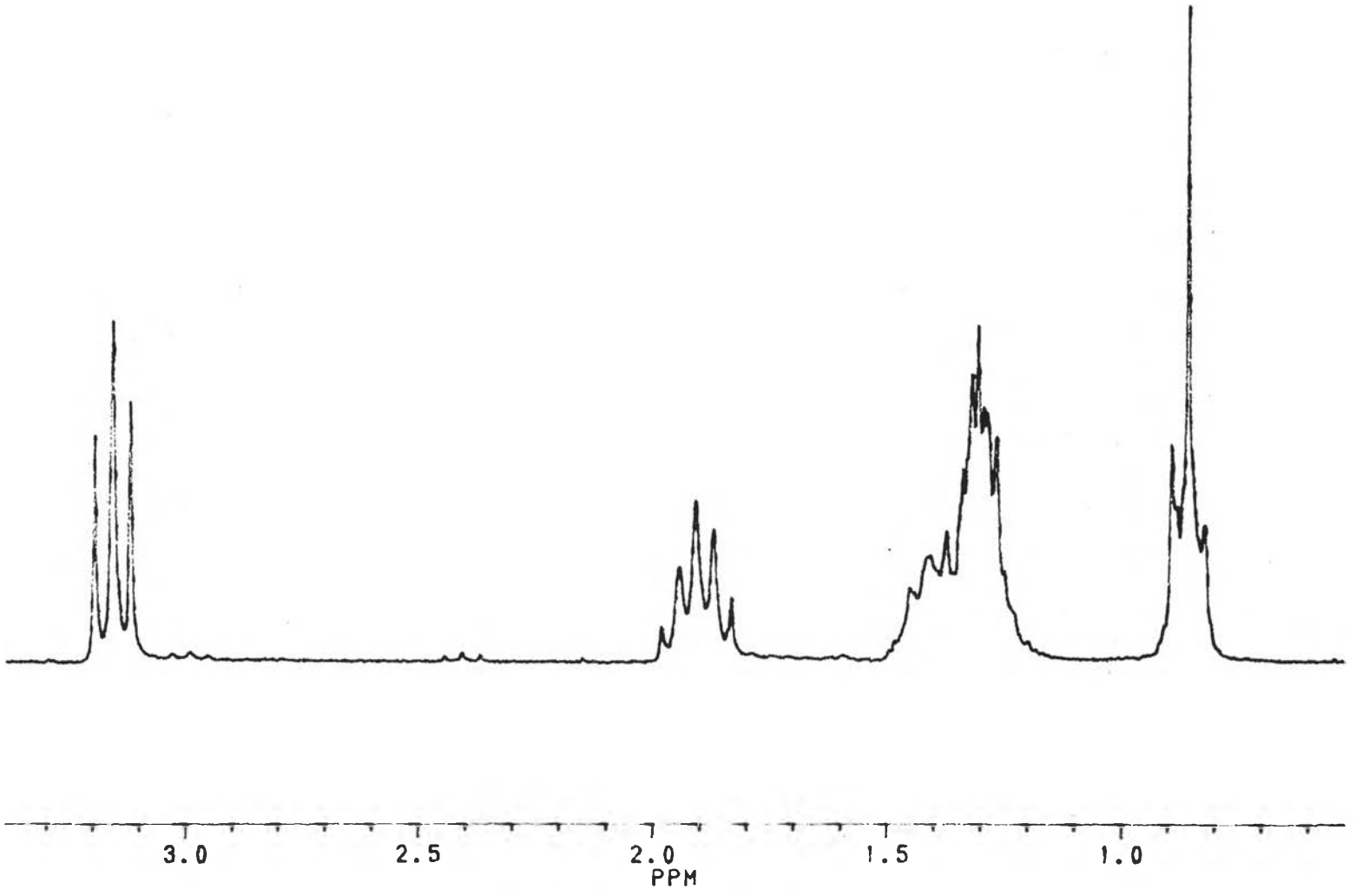
รูปที่ 25 แสดงแมสเสปกตรัมของ 5-เพนทิลเททระโซล



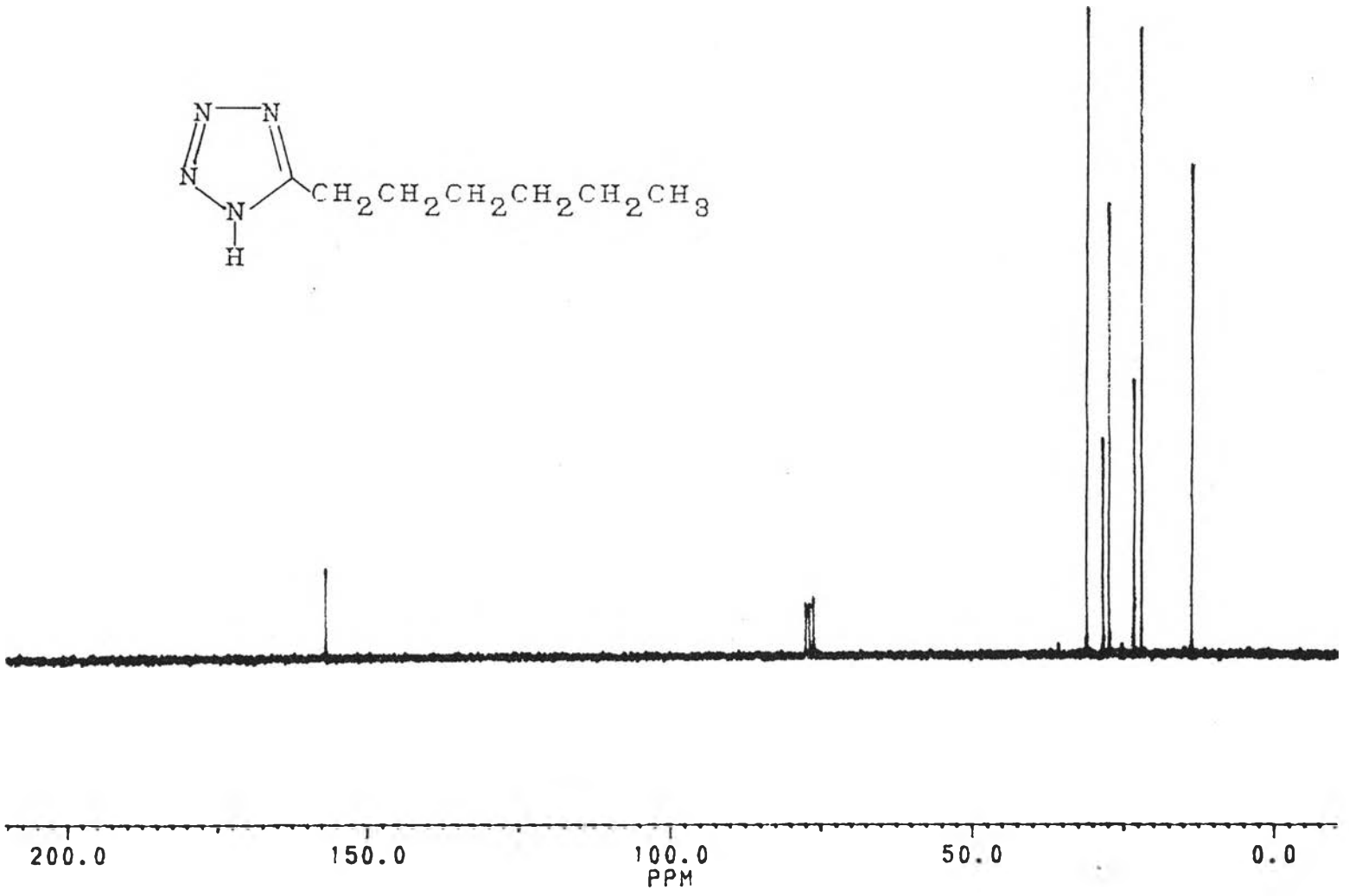
รูปที่ 26 แสดงอินฟราเรดของ 5-เฮกซิลเททระโซล



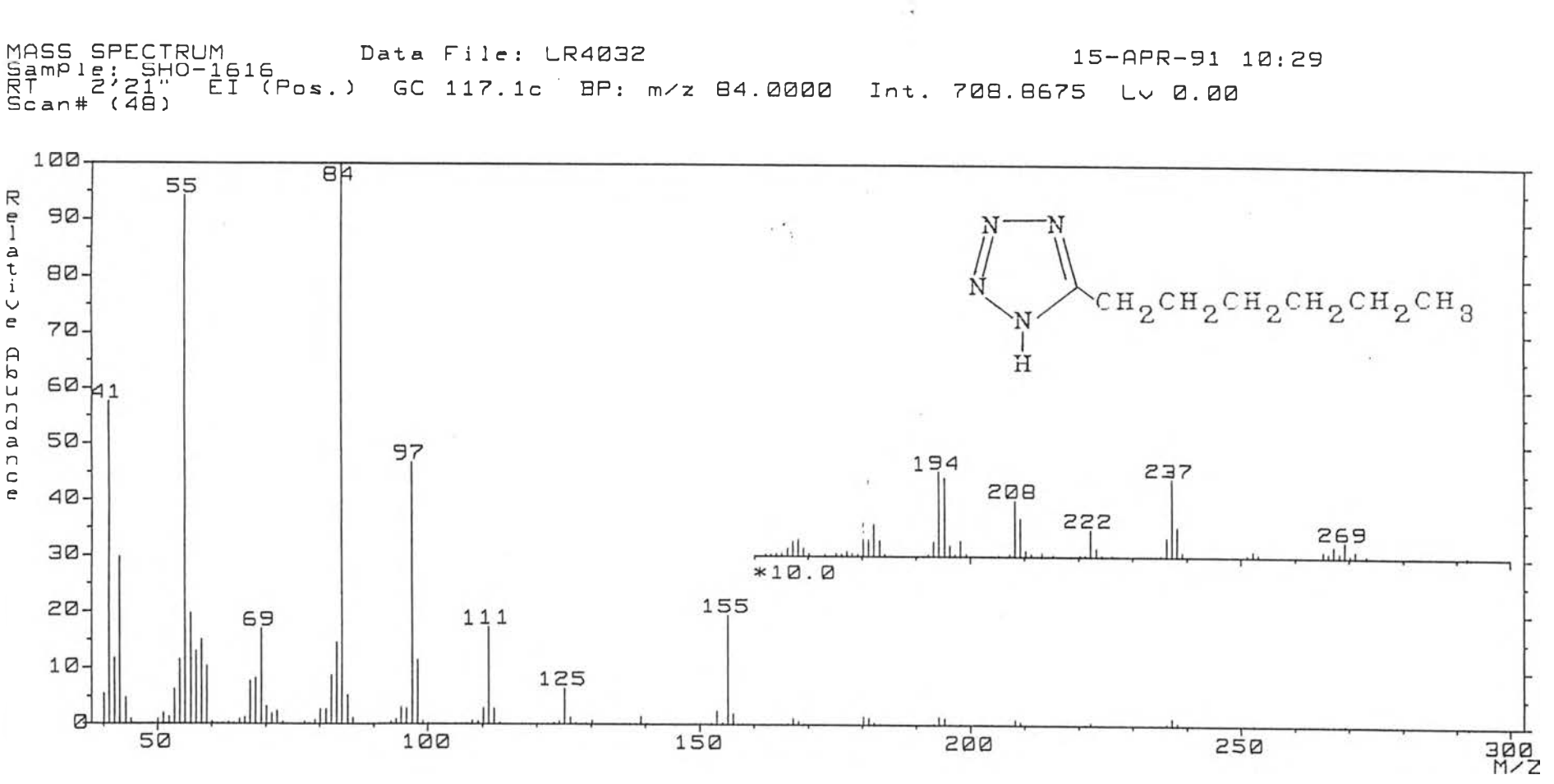
รูปที่ 27.1 แสดงโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เฮกซิลเททระโซล



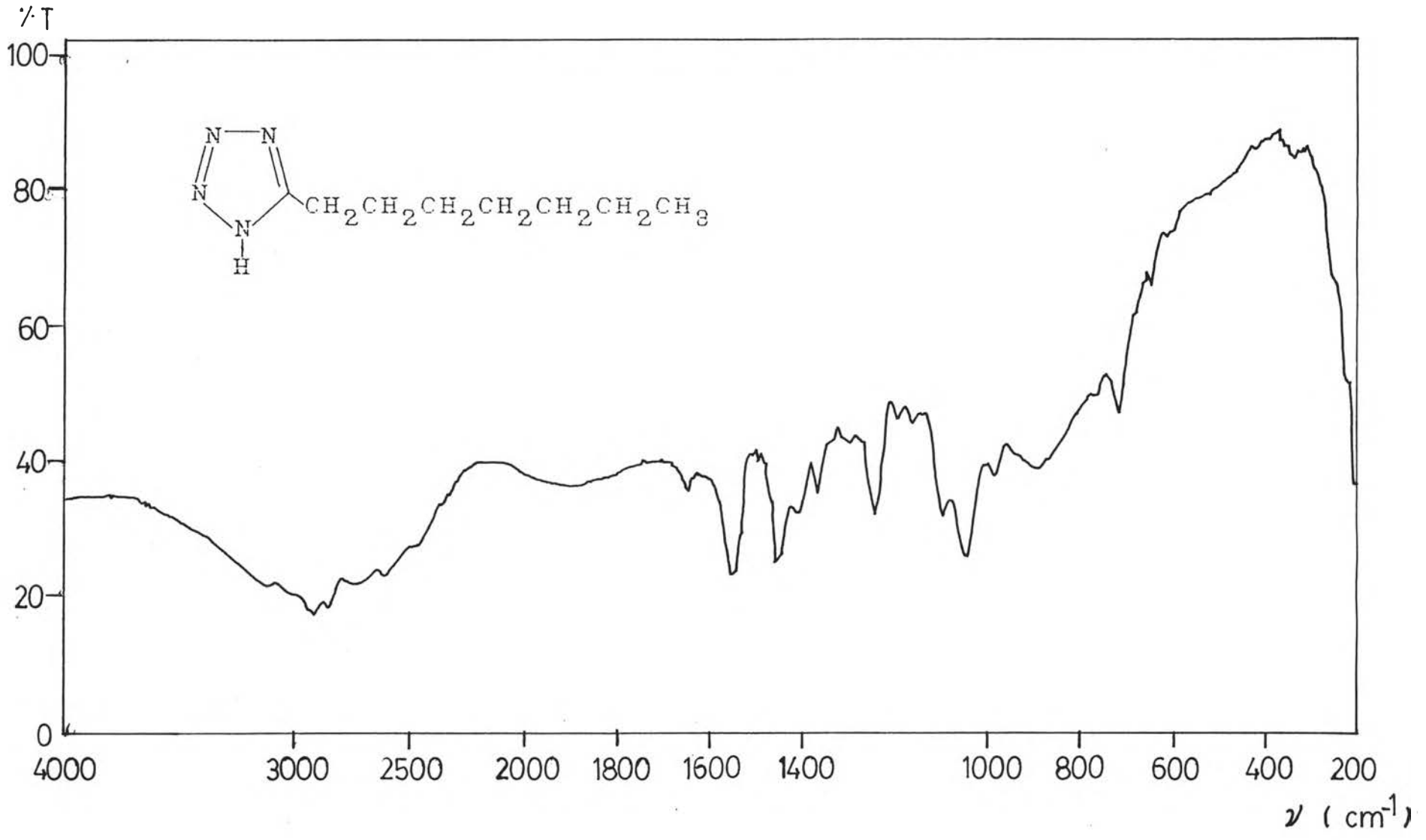
รูปที่ 27.2 แสดงส่วนขยายของโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เฮกซิลเททระโซล



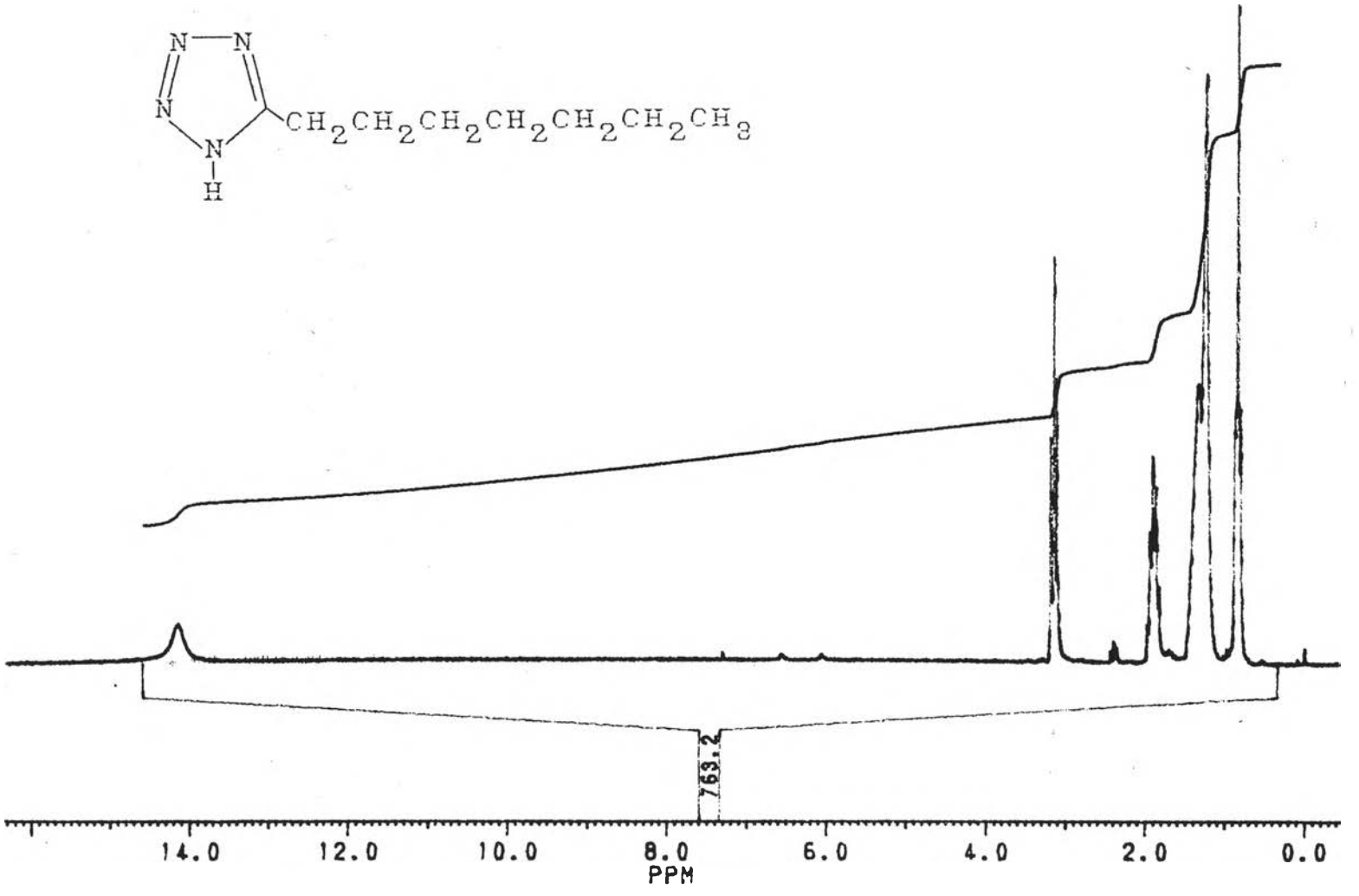
รูปที่ 28 แสดงคาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เฮกซิลเททระโซล



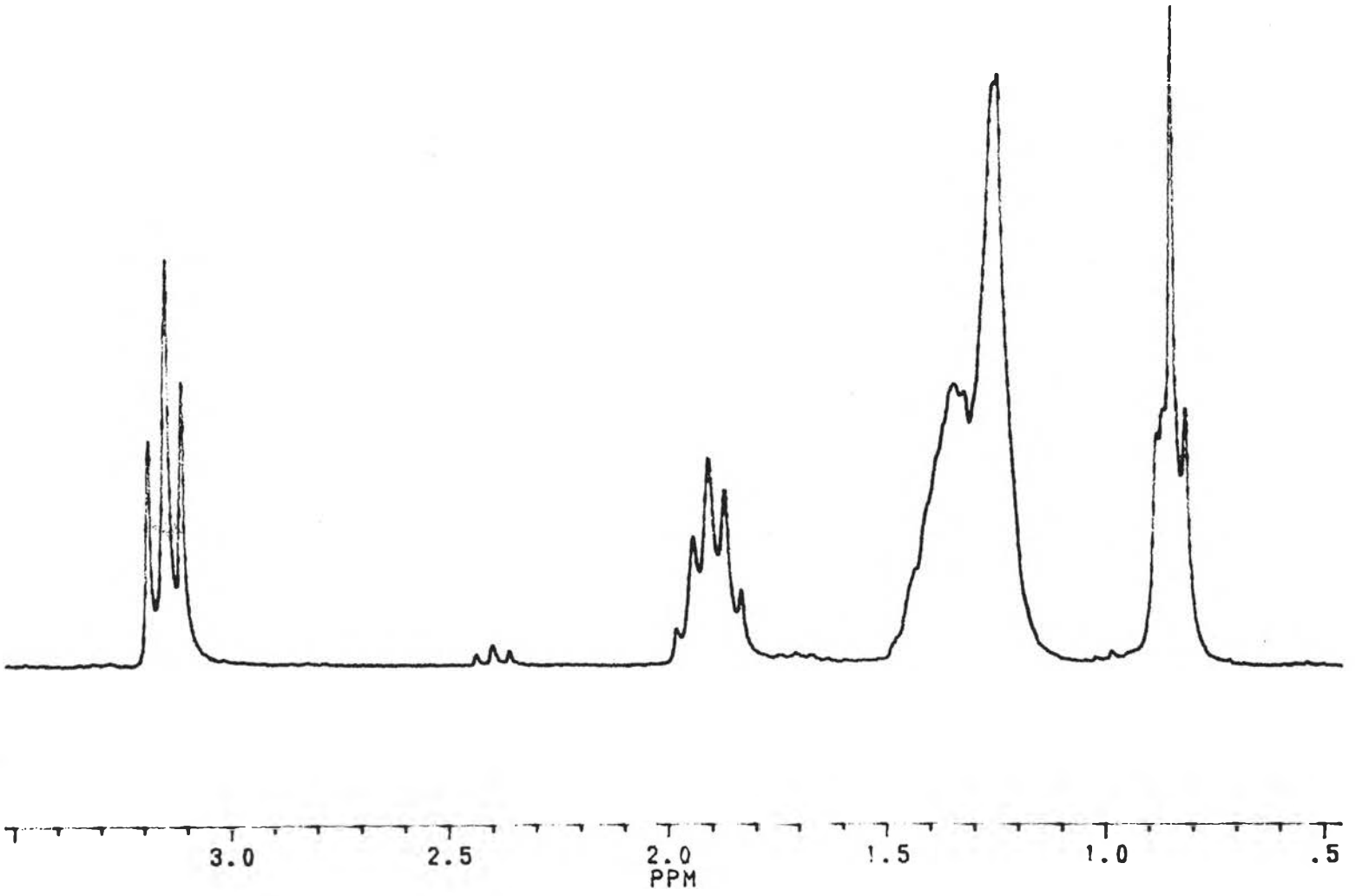
รูปที่ 29 แสดงแมสเสปกตรัมของ 5-เฮกซิลเททระโซล



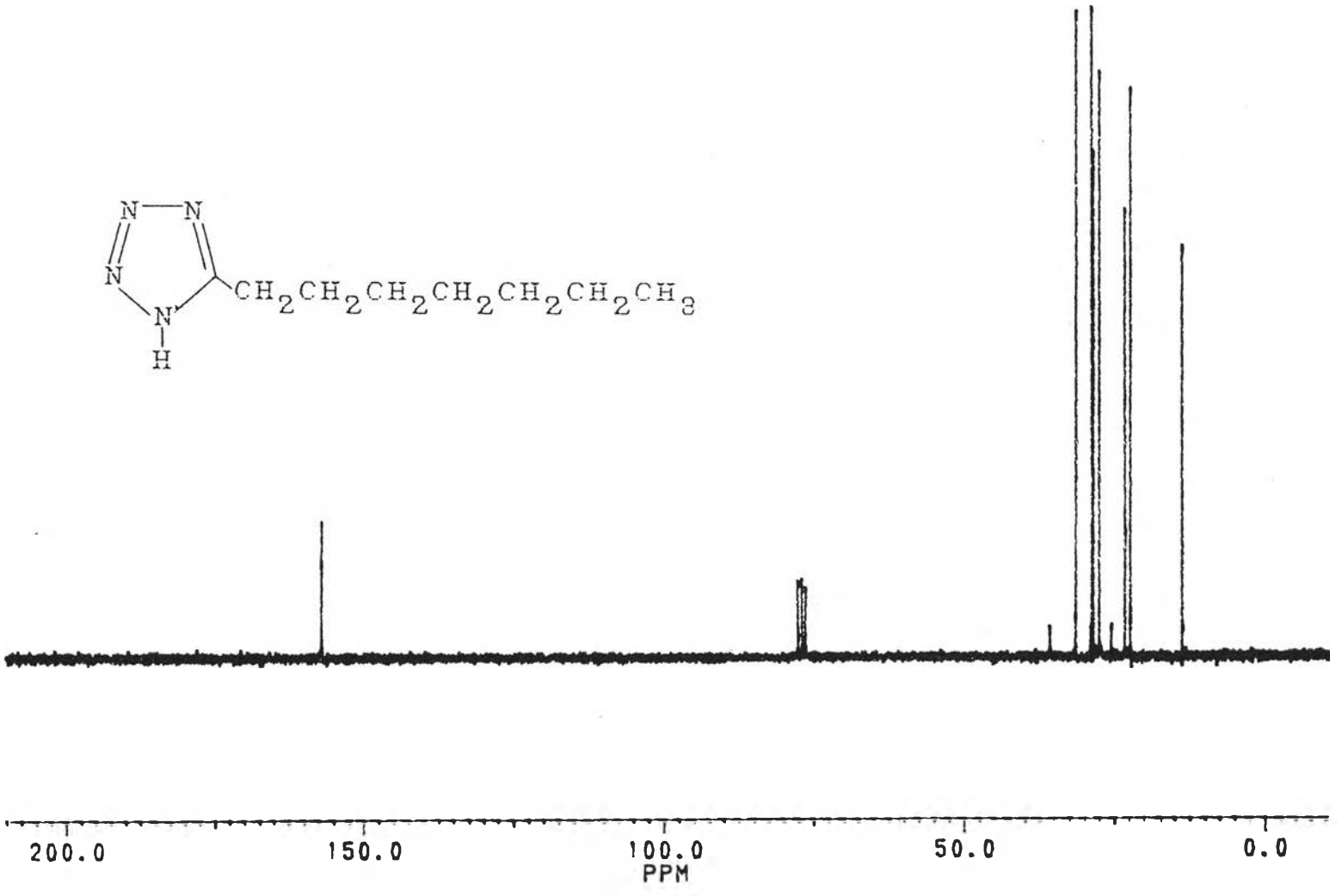
รูปที่ 30 แสดงอินฟราเรดของ 5-เฮปทิลเททระโซล



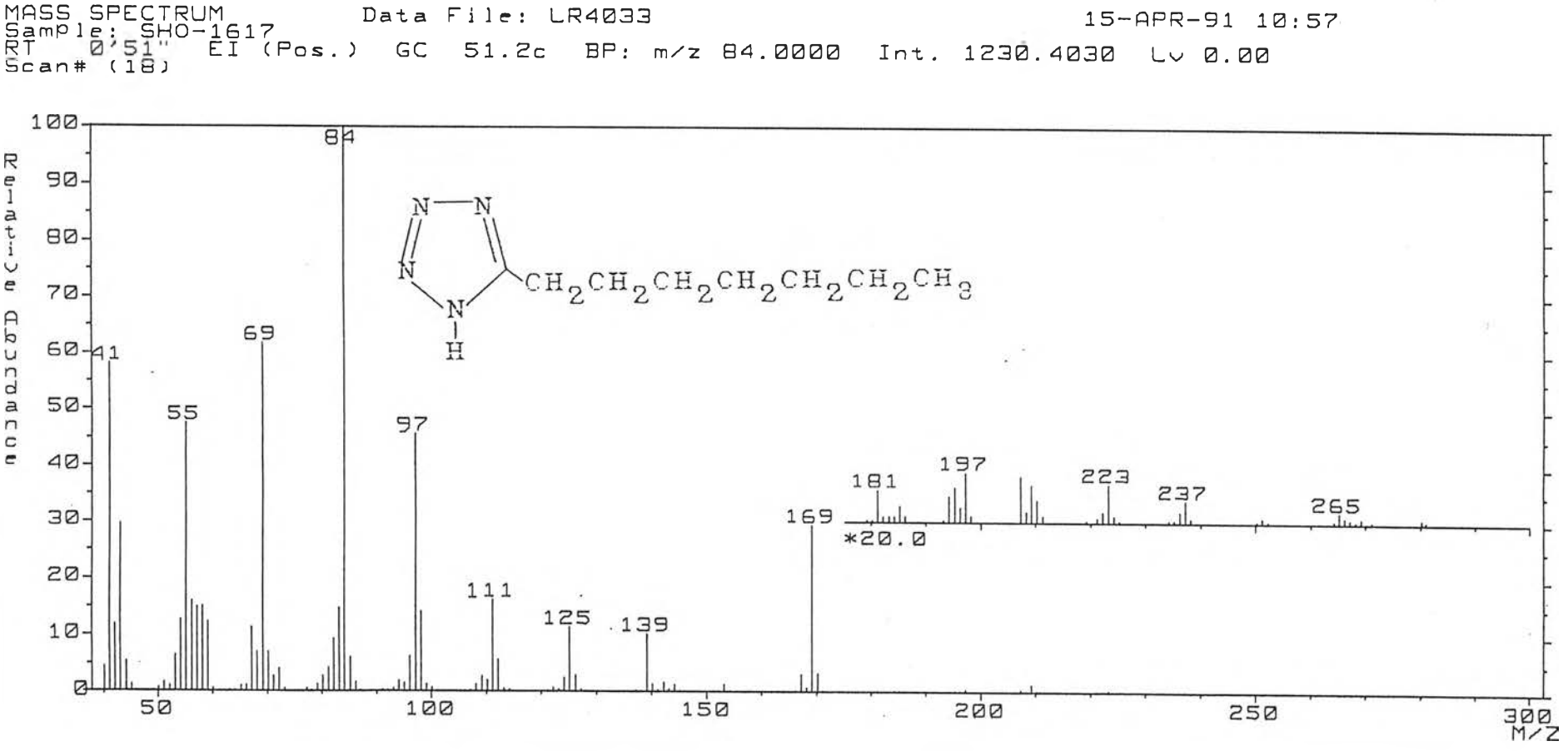
รูปที่ 31.1 แสดงโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เฮปทิลเททระโซล



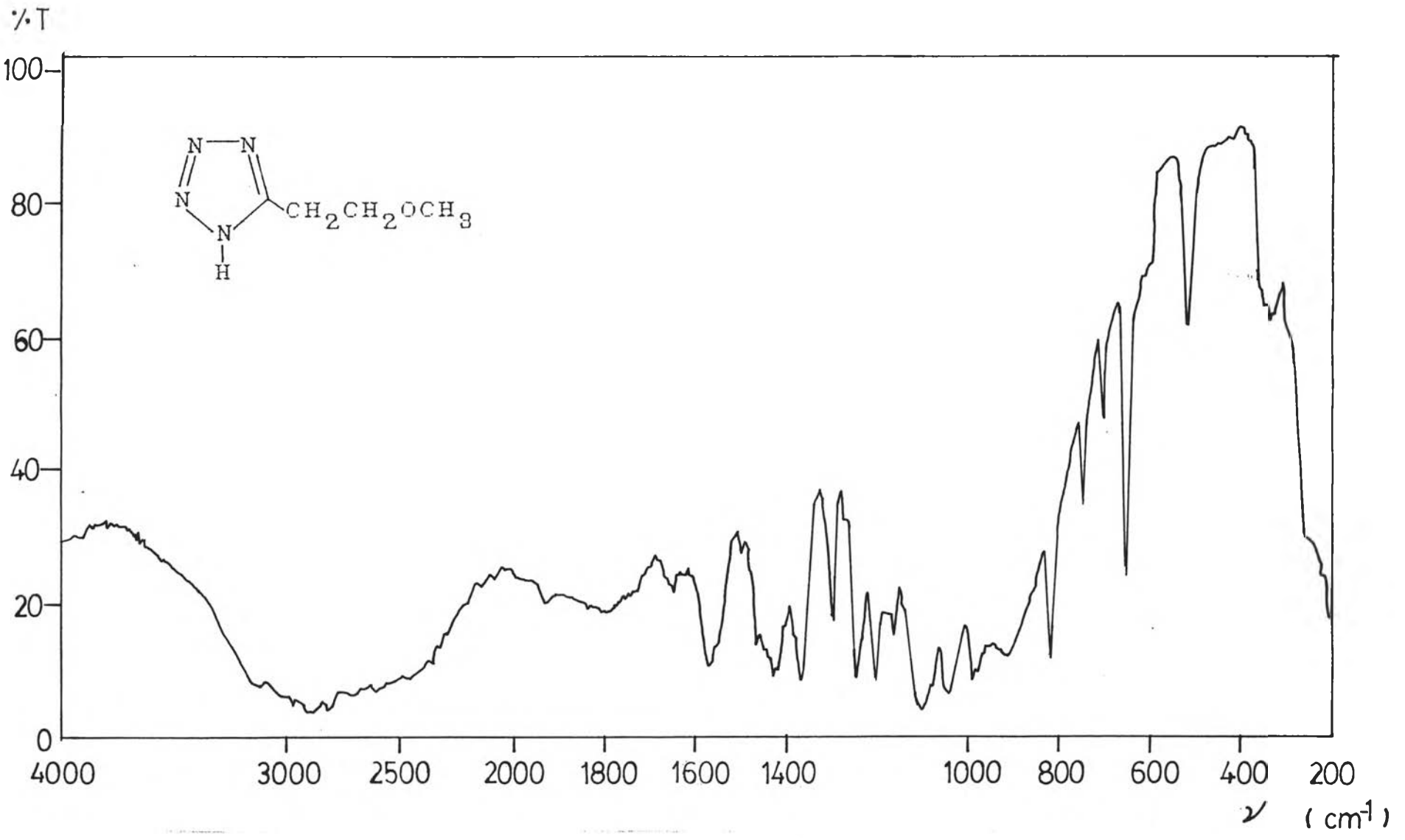
รูปที่ 31.2 แสดงส่วนขยายของโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เฮปทิลเททระโซล



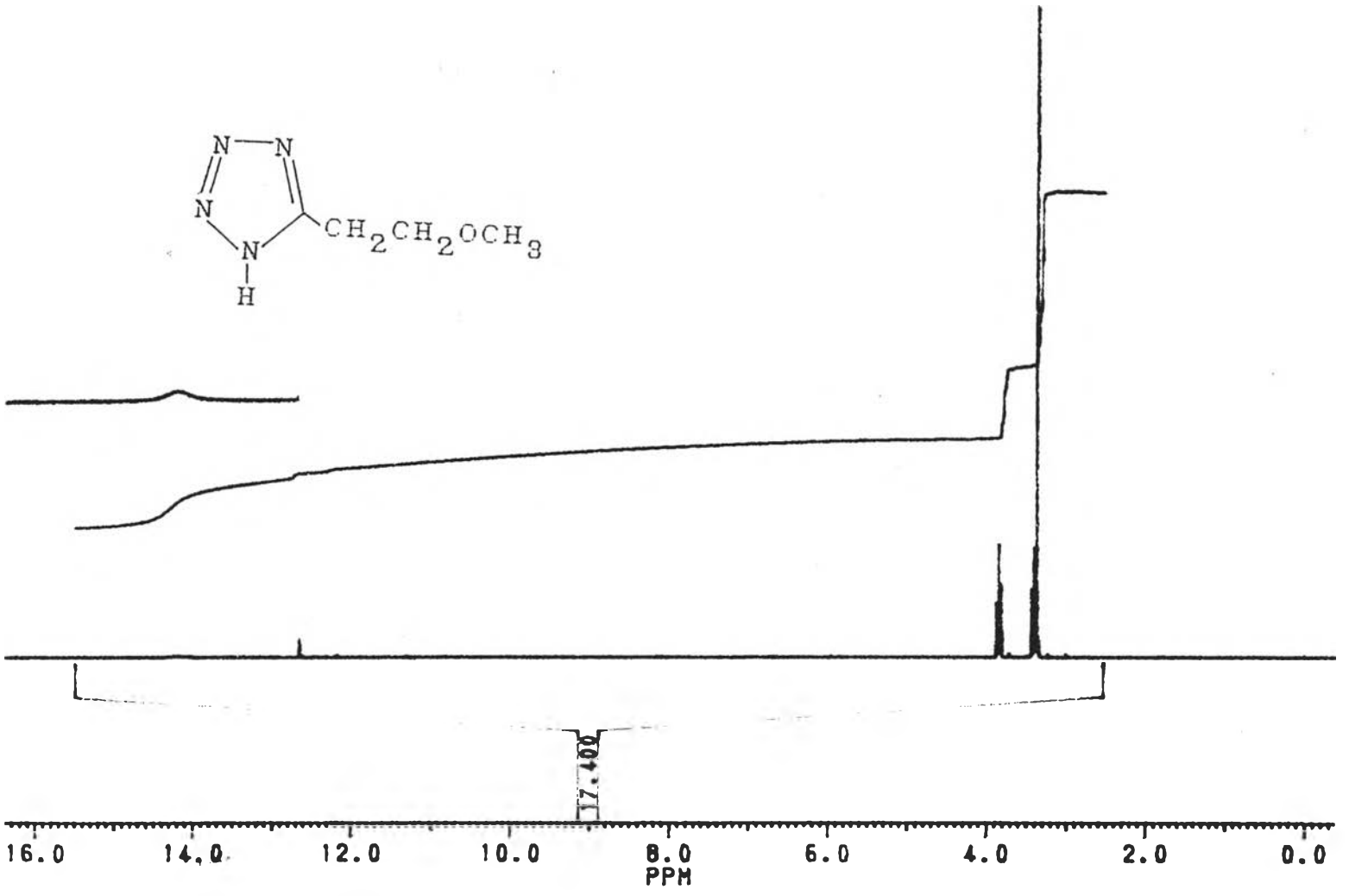
รูปที่ 32 แสดงคาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-เฮปทิลเททระโซล



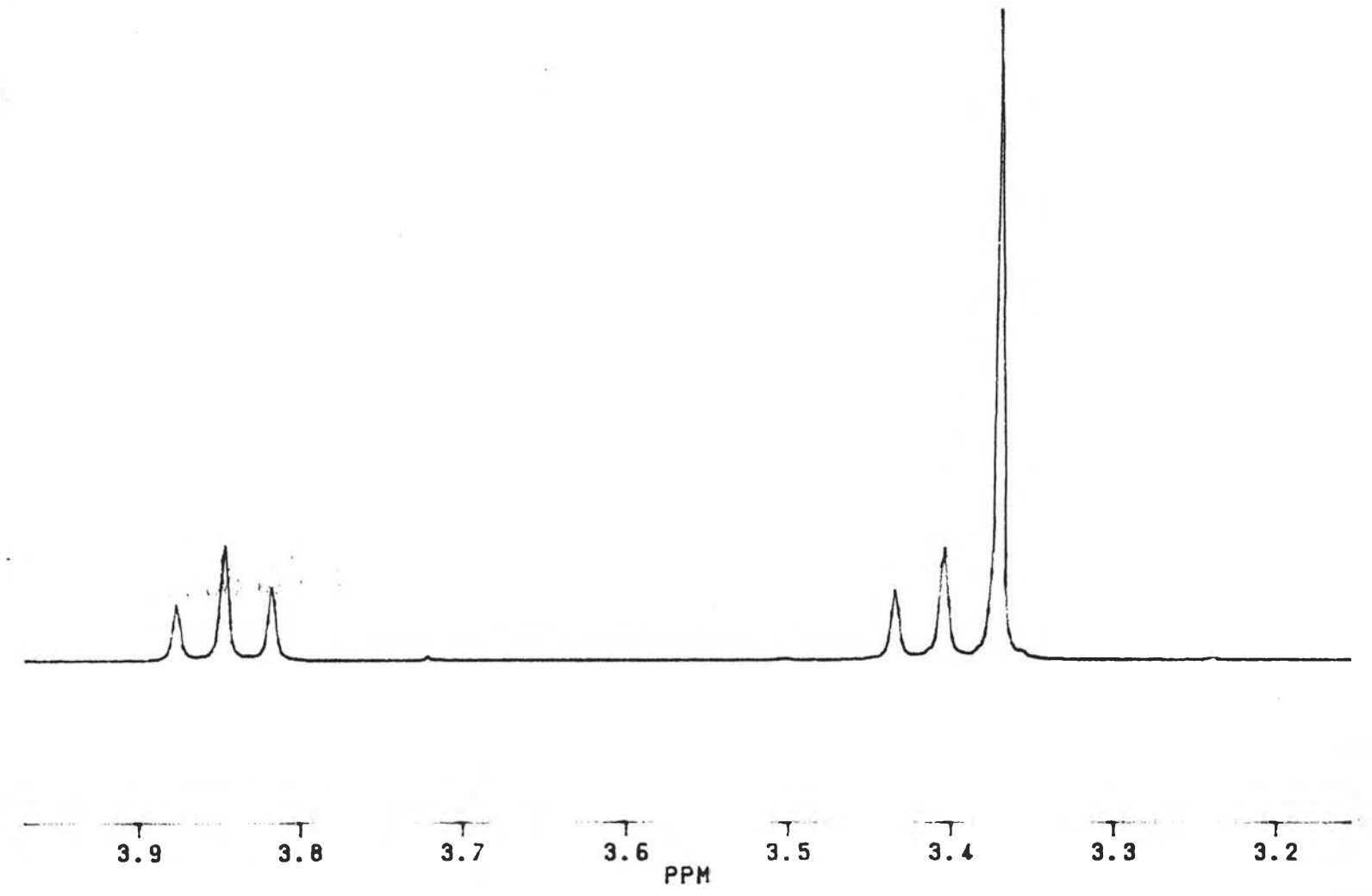
รูปที่ 33 แสดงแมสเสปกตรัมของ 5-เฮปทิลเททระโซล



รูปที่ 34 แสดงอินฟราเรดของ 5-(2-เมธอกซี-เอธิล)-เททระโซล

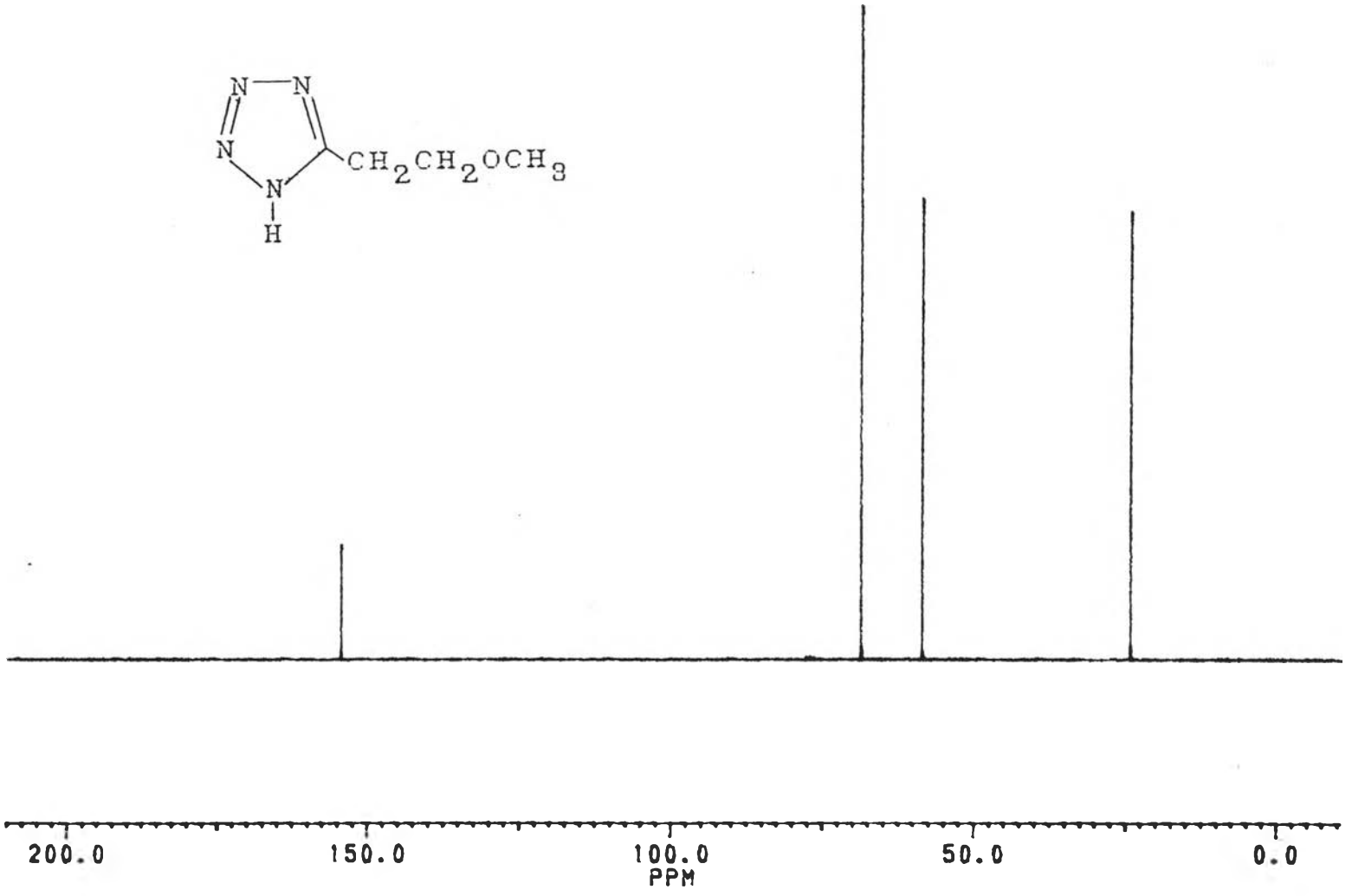


รูปที่ 35.1 แสดงโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-(2-เมธอกซี-เอธิล)-เททระโซล



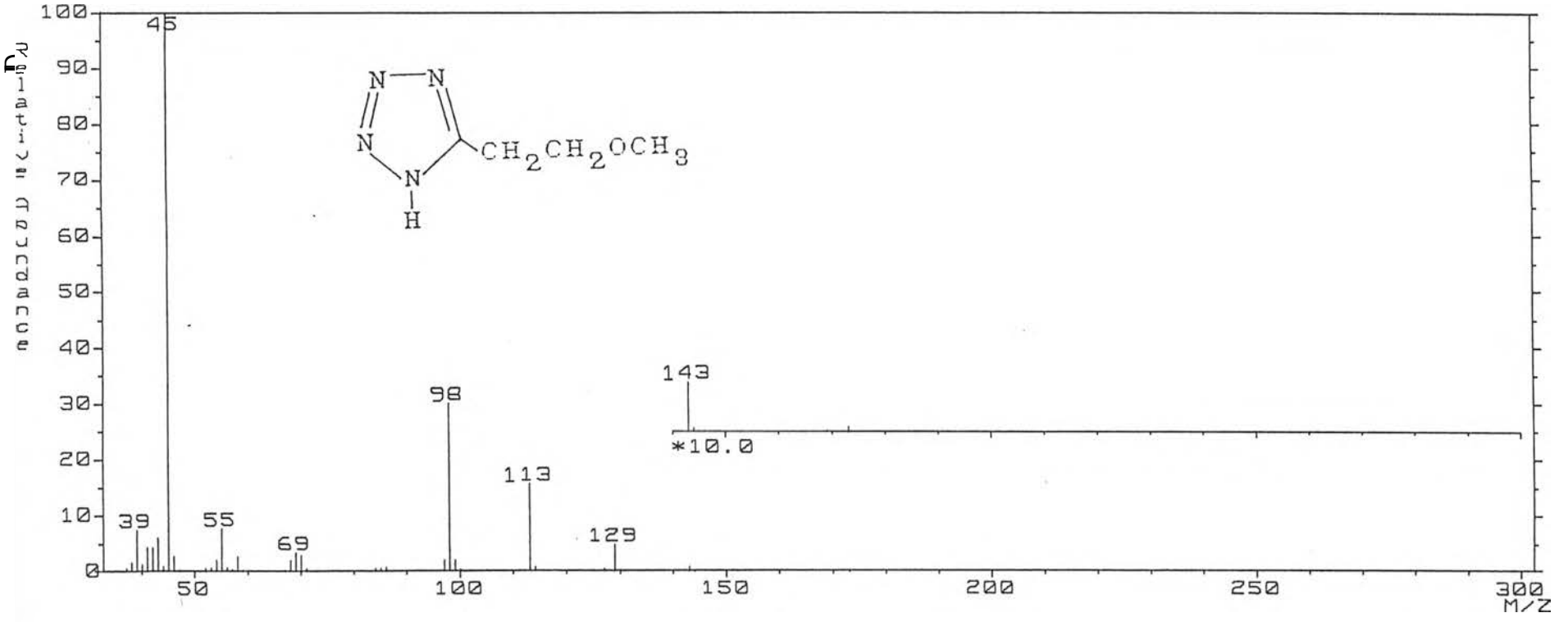
รูปที่ 35.2 แสดงส่วนขยายของโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ

5-(2-เมธอกซี-เอธิล)-เททระโซล

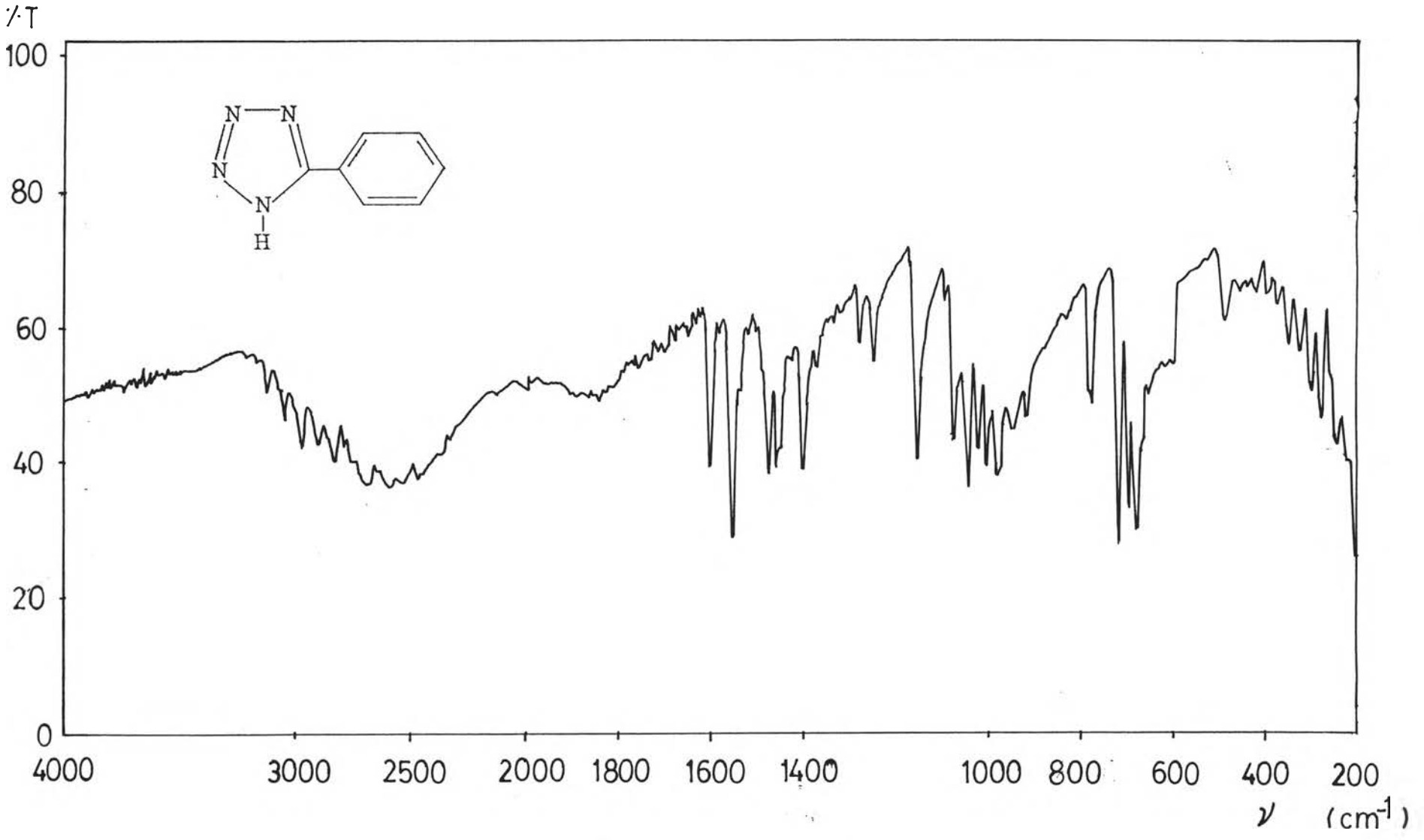


รูปที่ 36 แสดงคาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-(2-เมธอกซี-เอธิล)-เททระโซล

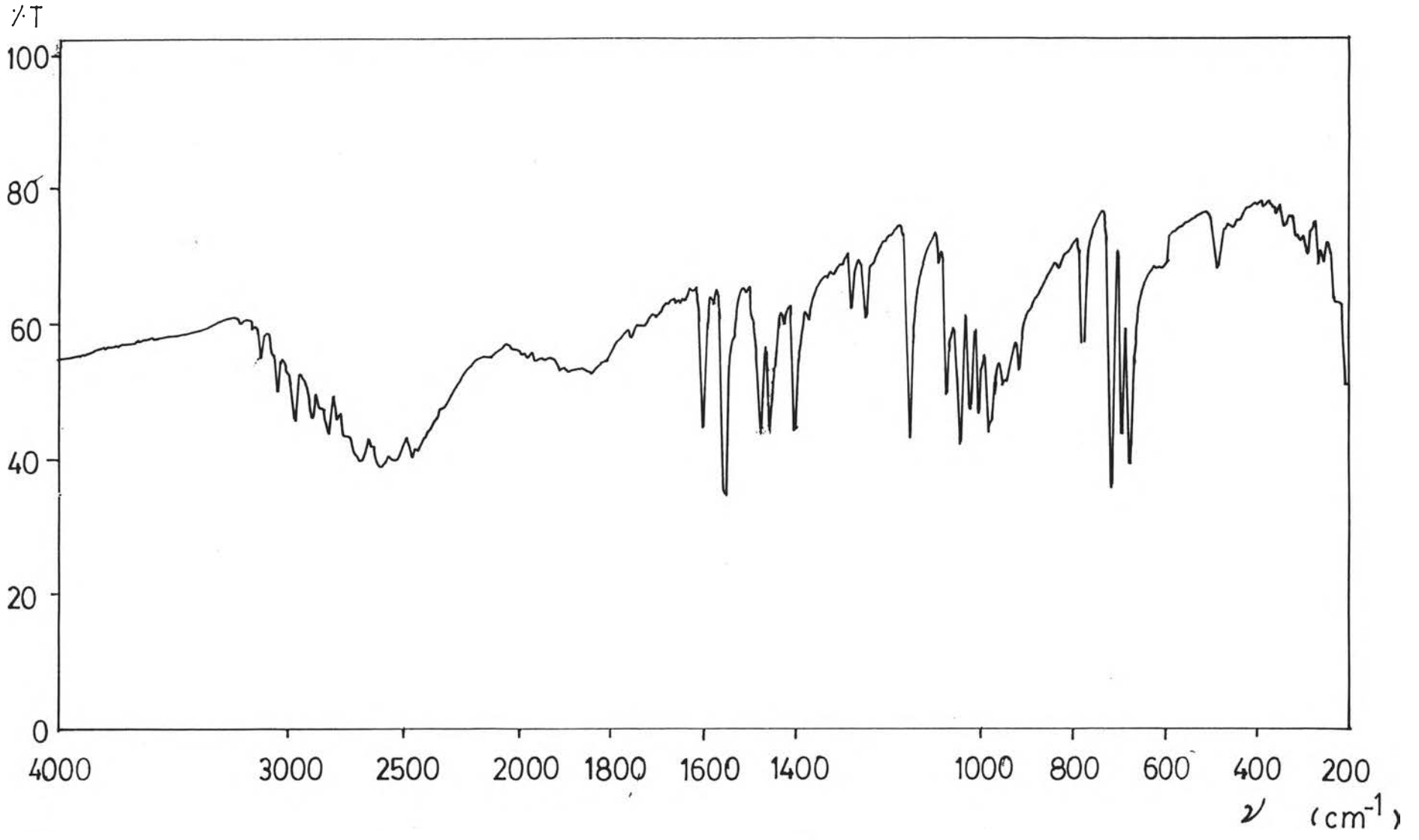
MASS SPECTRUM Data File: EI
Sample: SHO_1619
RT 0'44" EI (Pos.) GC 149.0c BP: m/z 45.0000 Int. 1256.1190 Lv 0.00
Scan# (60 to 68), Mw= 75.416 Mn= 63.252



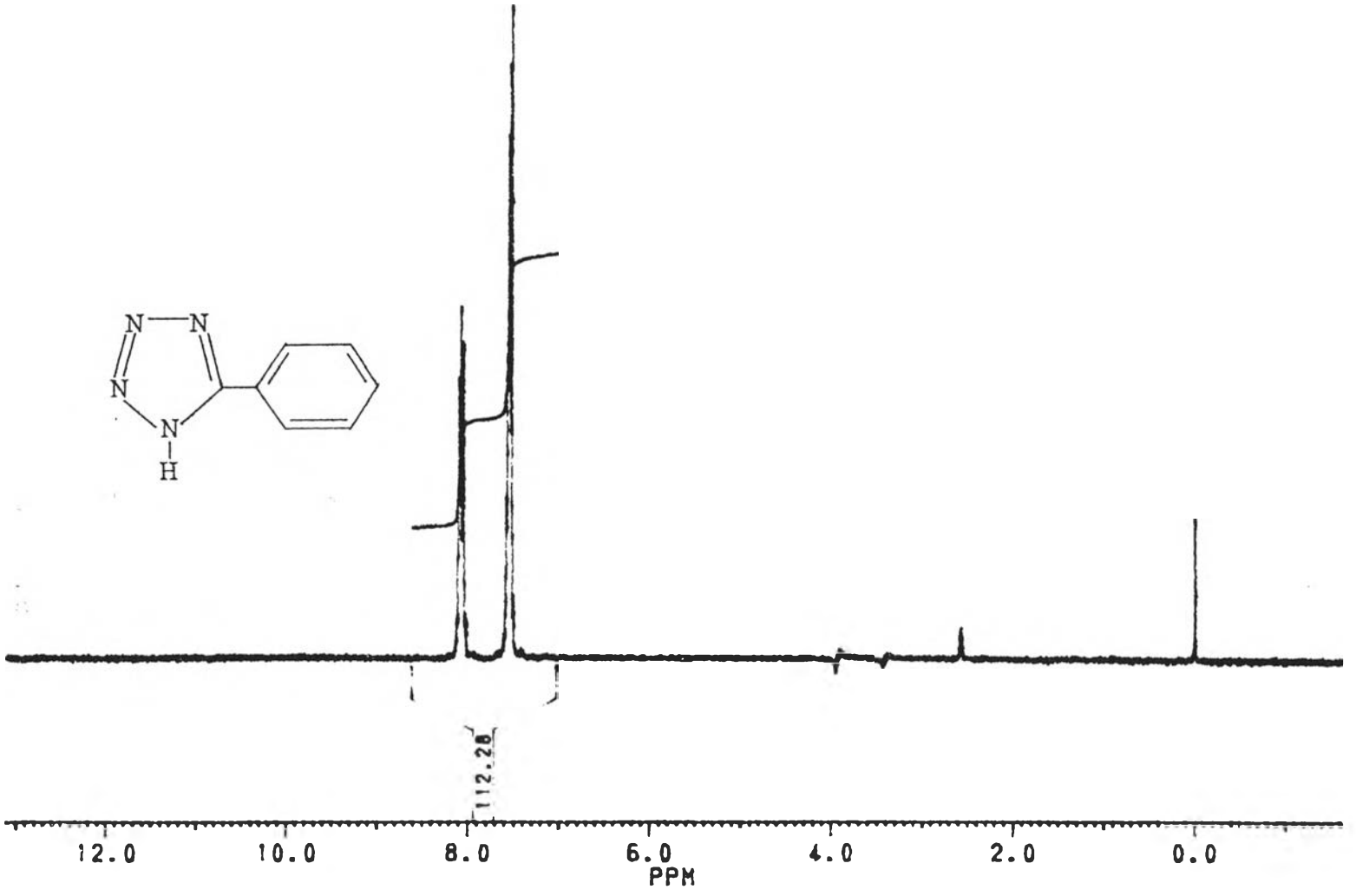
รูปที่ 37 แสดงแมสเสปกตรัมของ 5-(2-เมธอกซี-เอธิล)-เททระโซล



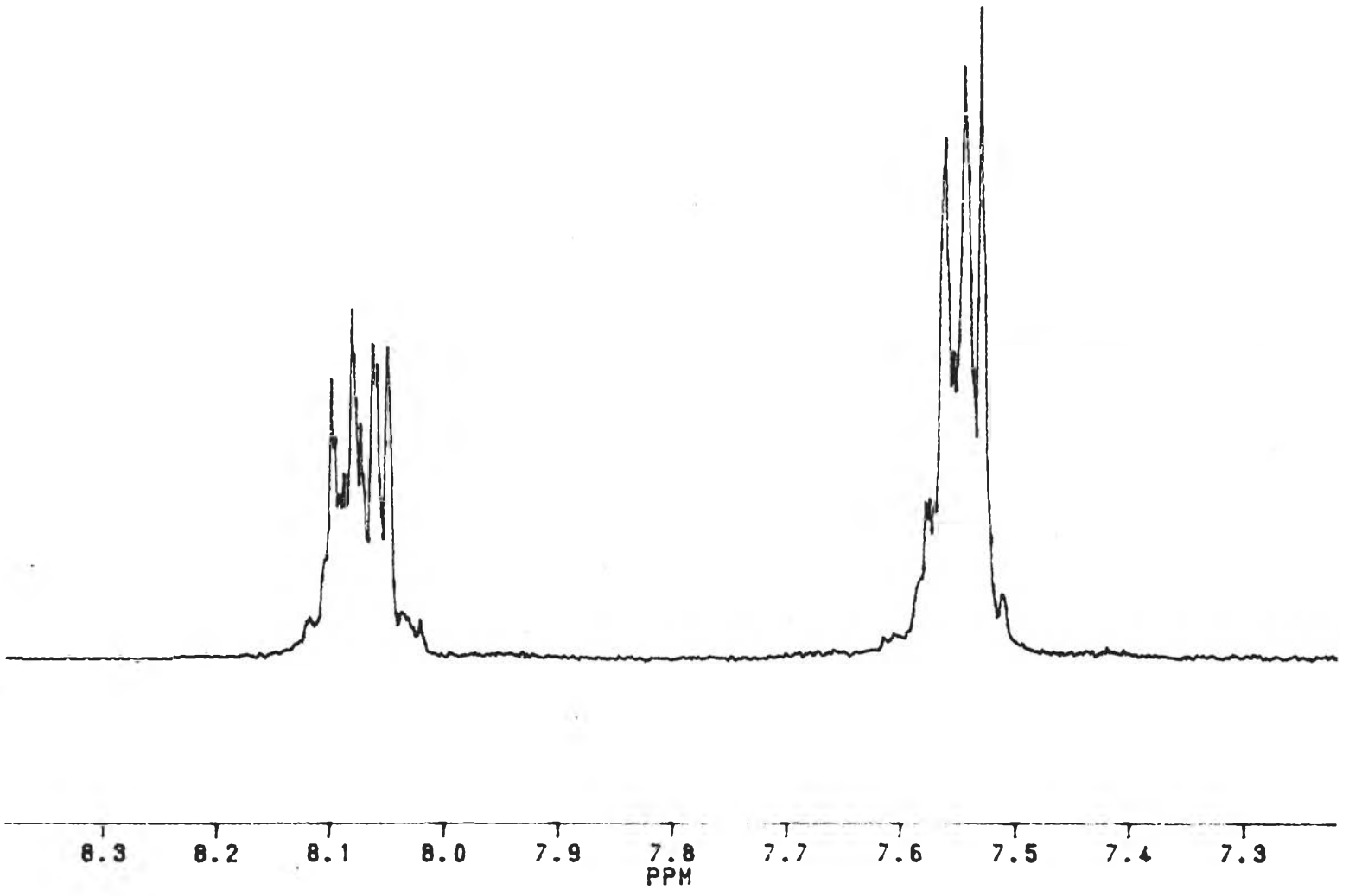
รูปที่ 38.1 แสดงอินฟราเรดของ 5-ฟีนิลเททระโซล
ที่สังเคราะห์จากโซเดียมเอไซด์



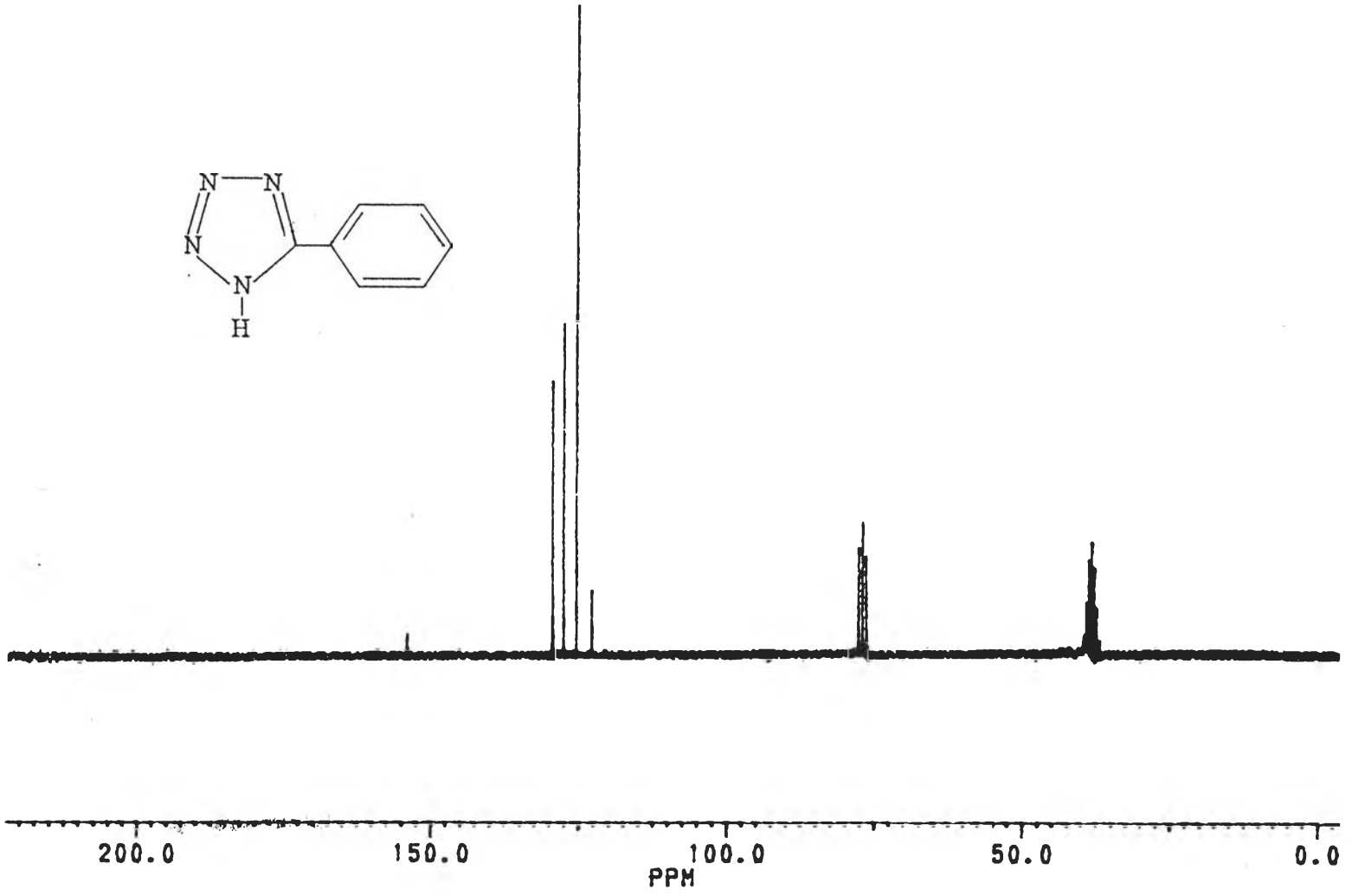
รูปที่ 38.2 แสดงอินฟราเรดของ 5-ฟีนิลเททระโซล
ที่สังเคราะห์จาก ไทรบิวทิลทินคลอไรด์



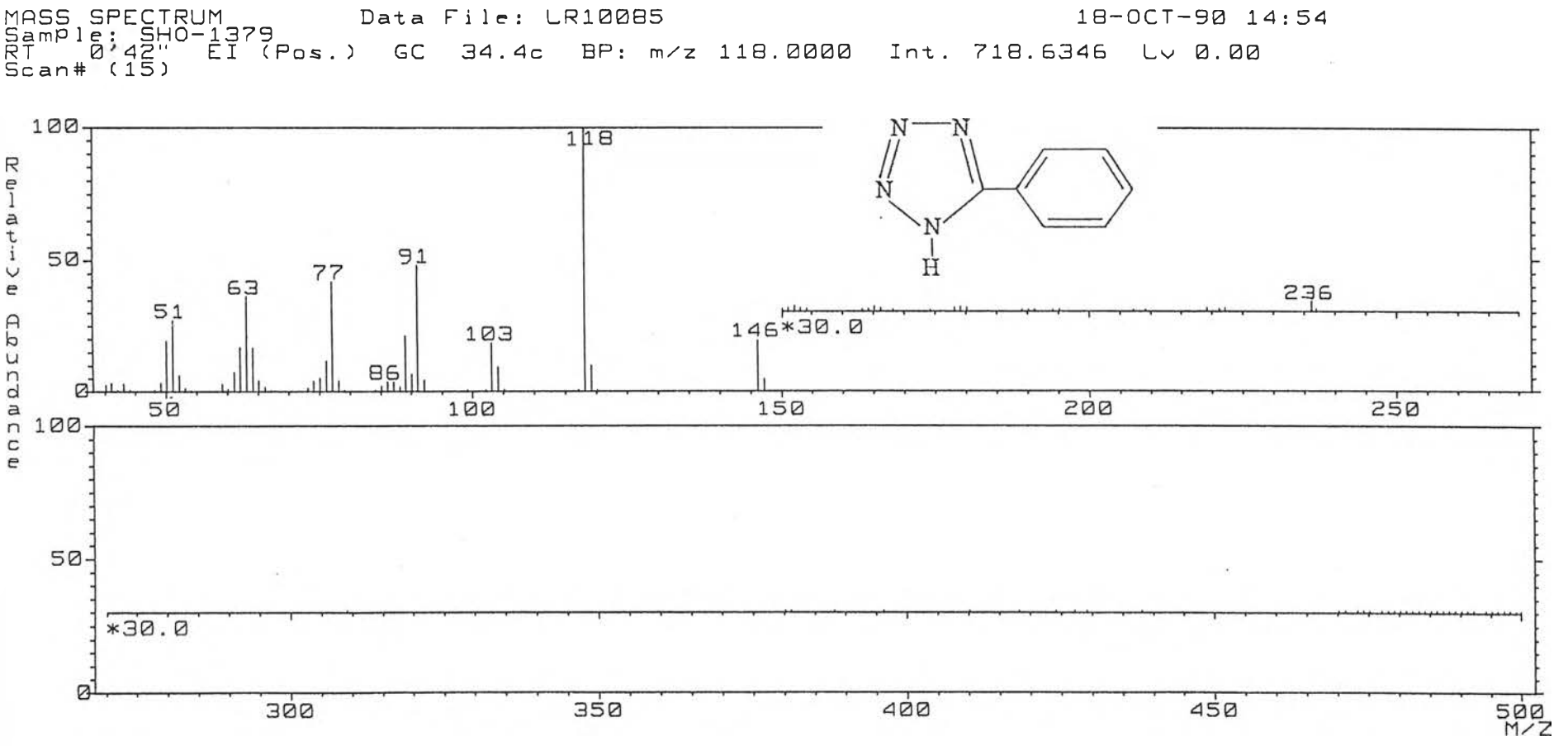
รูปที่ 39.1 แสดงโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-ฟีนิลเททระโซล



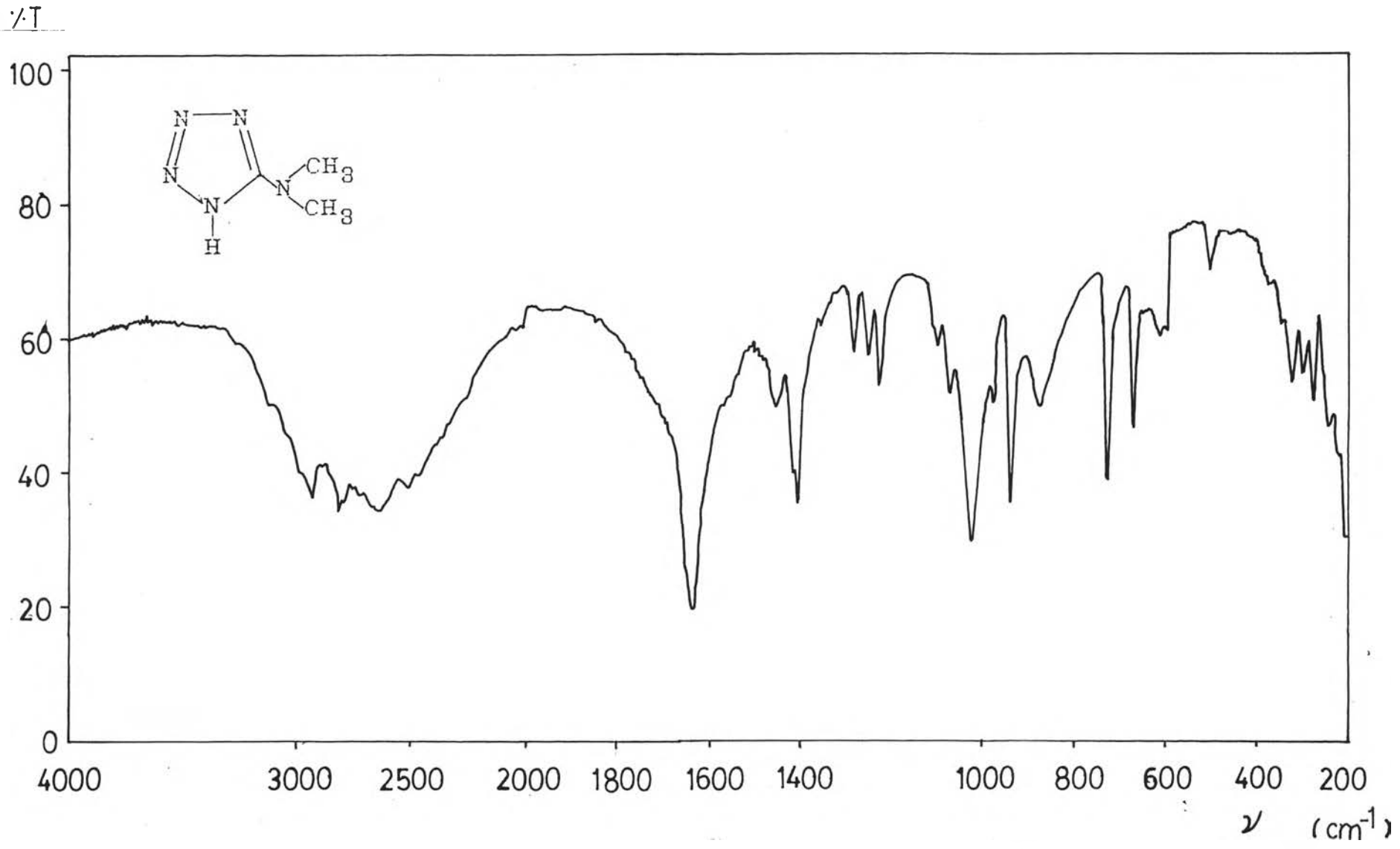
รูปที่ 39.2 แสดงส่วนขยายของโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-ฟีนิลเททระโซล



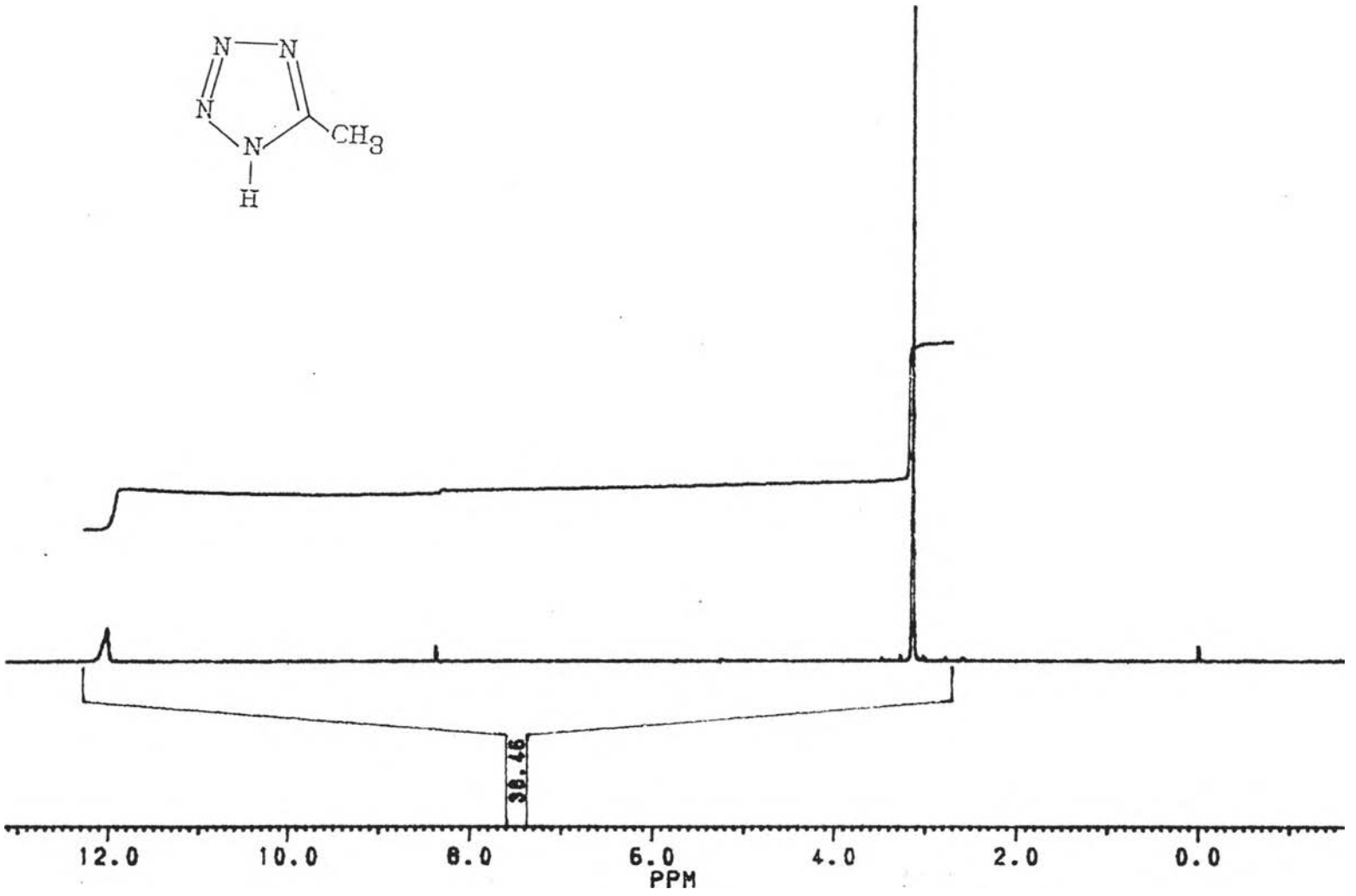
รูปที่ 40 แสดงคาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-ฟีนิลเททระโซล



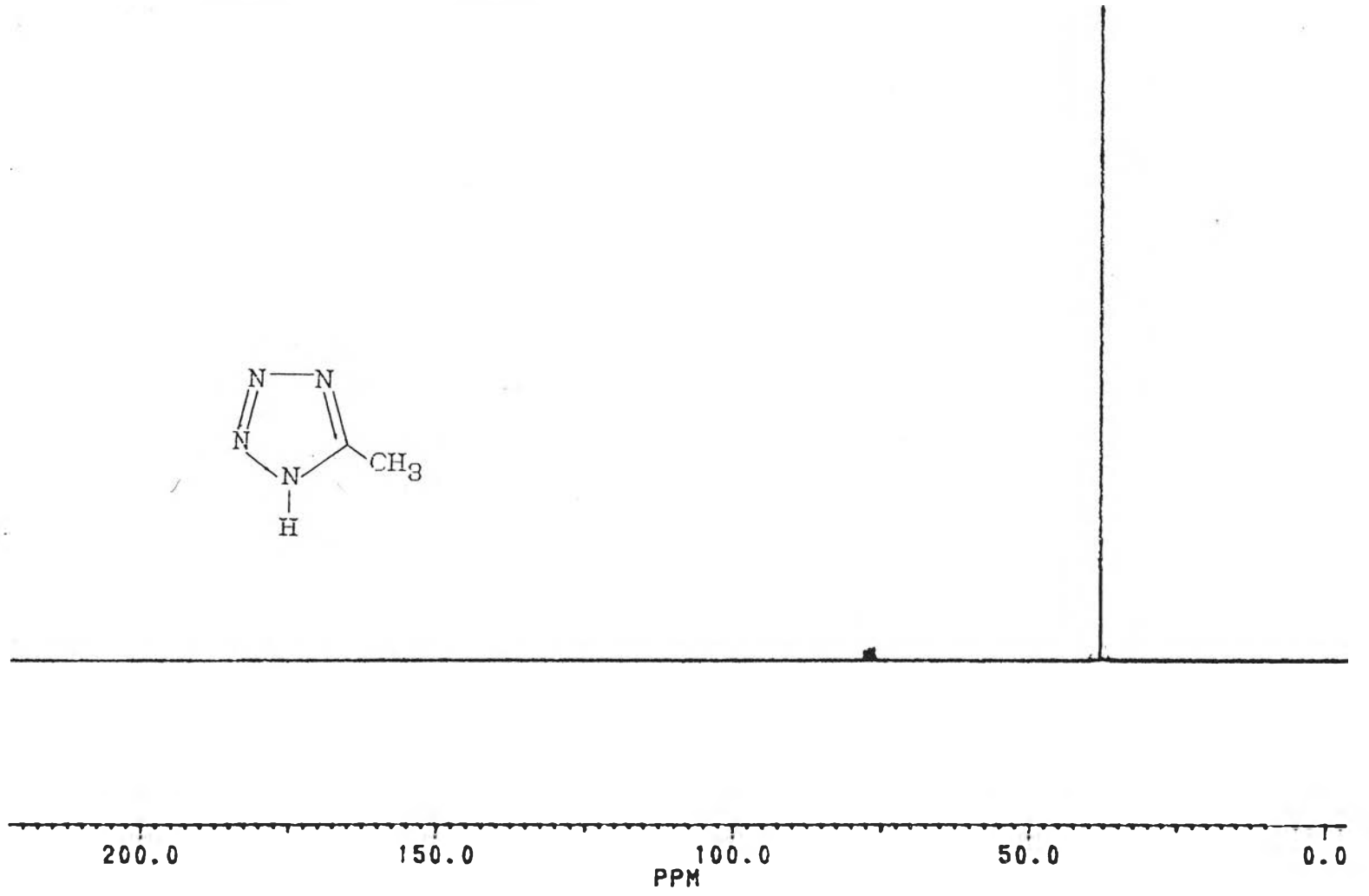
รูปที่ 41 แสดงแมสเสปกตรัมของ 5-ฟีนิลเททระโซล



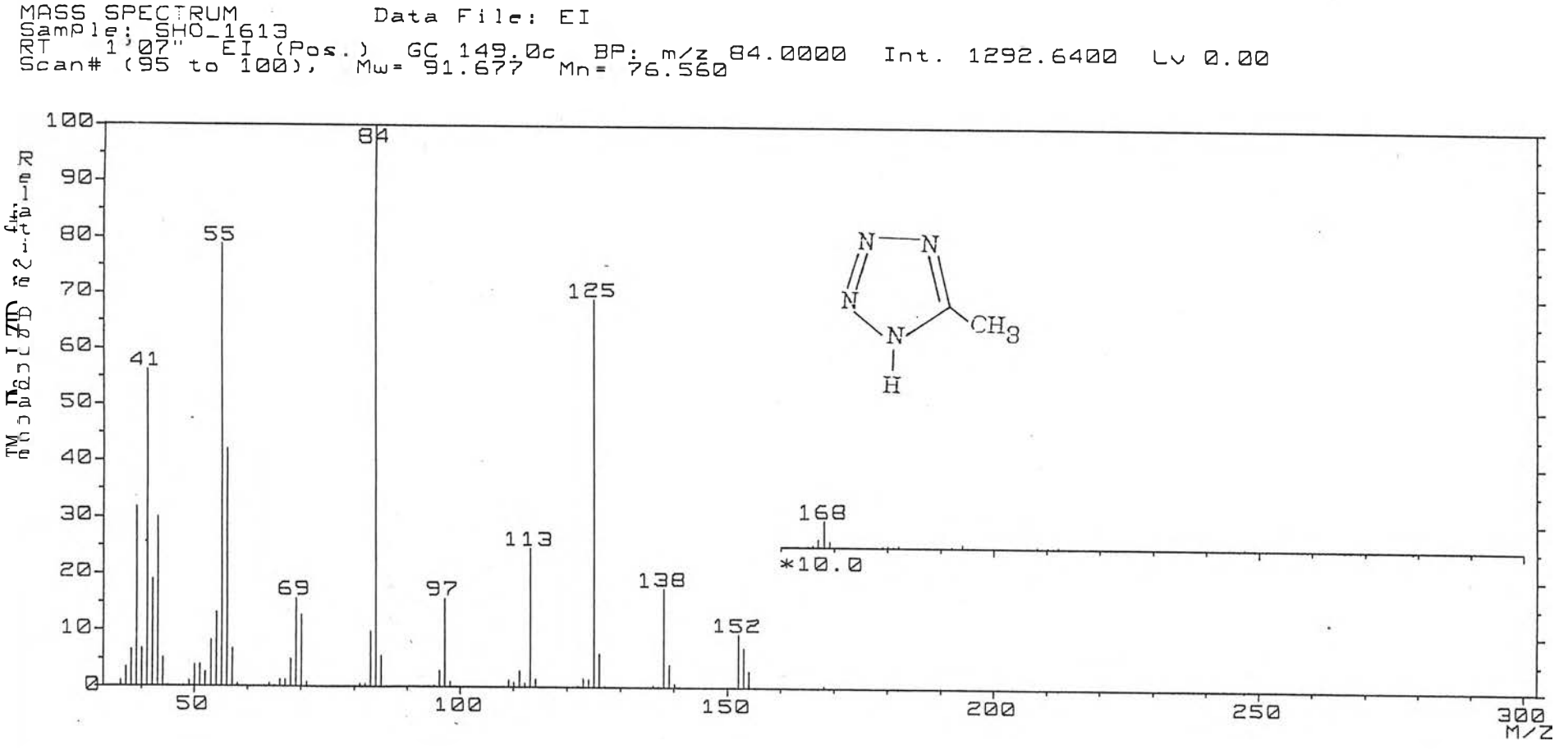
รูปที่ 42 แสดงอินฟราเรดของ 5-(เอ็น,เอ็น-ไดเมธิล-อะมิโน)-เททระโซล



รูปที่ 43 แสดงโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของ 5-(เอ็น,เอ็น-ไดเมธิล-อะมิโน)-เททระโซล



รูปที่ 44 แสดงคาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์ของ 5-(เอ็น,เอ็น-ไดเมธิล-อะมิโน)-เททระโซล



รูปที่ 45 แสดงแมสเสปกตรัมของ 5-(เอ็น,เอ็น-ไดเมธิล-อะมิโน)
-เททระโซล