

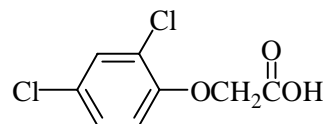
บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์และวิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมี

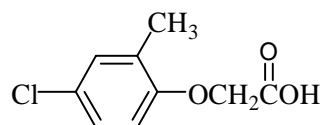
3.1.1 น้ำยางข้นชนิดแอมโมเนียสูง (High Ammonia Concentrated Natural Rubber Latex: (HA-NR) มีเนื้อยางแห้งประมาณ 60 % ผลิตโดยบริษัทปัดตานีอุตสาหกรรมจำกัด ประเทศไทย

3.1.2 2,4-Dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D) มีสูตรโมเลกุล $C_8H_6Cl_2O_3$ และสูตรโครงสร้าง



มีลักษณะเป็นผงสีขาวเหลือง น้ำหนักโมเลกุล 221.04 g/mol จุดหลอมเหลว $140.5^{\circ}C$ จุดเดือด $160^{\circ}C$ การละลายน้ำ 900 mg/L ($25^{\circ}C$) ผลิตโดยบริษัท Fluka, ประเทศ สวิตเซอร์แลนด์

3.1.3 2-Methyl-4-chlorophenoxyacetic acid (MCPA) มีสูตรโมเลกุล $C_9H_9ClO_3$ และสูตรโครงสร้าง

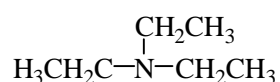


ลักษณะเป็นของแข็งสีขาว-เหลือง น้ำหนักโมเลกุล 200.62 g/mol ความหนาแน่น $1.18-1.21 g/cm^3$ จุดหลอมเหลว $114-118^{\circ}C$ ผลิตโดยบริษัท Fluka, ประเทศอังกฤษ

3.1.4 tert-Butyl hydroperoxide

มีสูตรโมเลกุล $C_4H_{10}O_2$ ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich Chemic ประเทศ สวิตเซอร์แลนด์

- 3.1.5 Hydrogen peroxide (H_2O_2)
 ชนิดเกรดวิเคราะห์ (AR grade) สถานะเป็นของเหลว ใสไม่มีสี กลิ่นฉุน น้ำหนัก
 โมเลกุล 34.16 g/mol ผลิตโดยบริษัท MERCK-Schuchardt ประเทศเยอรมนี
- 3.1.6 Cobalt acetylacetonate มีสูตรโมเลกุล $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{CoO}_4$
 น้ำหนักโมเลกุล 356.26 g/mol ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich Chemie ประเทศ
 สหรัฐอเมริกา
- 3.1.7 Formic acid (CH_2O_2)
 ชนิดเกรดวิเคราะห์ AR grade น้ำหนักโมเลกุล 46.03 g/mol ผลิตโดยบริษัท AnalaR®
 ประเทศอังกฤษ
- 3.1.8 Sodium dodecyl sulphate (SDS)
 เป็นสารที่เพิ่มความเสถียรของน้ำยางชนิด Anionic stabilizer ผลิตโดยบริษัท Riedel-
 de Haen ประเทศเยอรมนี
- 3.1.9 Sodium hydrogen carbonate (NaHCO_3)
 น้ำหนักโมเลกุล 84.01 g/mol ผลิตโดย Asia Pacific Specially Chemicals
- 3.1.10 Triethylamine ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{N}$) มีสูตรโมเลกุล $\text{C}_6\text{H}_{15}\text{N}$ และสูตรโครงสร้าง



- น้ำหนักโมเลกุล 101.19 จุดเดือด $86-89^\circ\text{C}$ ผลิตโดยบริษัท Sigma-aldrich chemie
 ประเทศเบลเยียม
- 3.1.11 Toluene ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$)
 ชนิดเกรดวิเคราะห์ (AR grade) น้ำหนักโมเลกุล 92.14 กรัม/โมล จุดเดือด 110.6°C
 ความบริสุทธิ์ 99.8% ผลิตโดยบริษัท Merck-Schuchardt ประเทศเยอรมัน
- 3.1.12 Methanol (CH_3OH)
 ชนิดเกรดวิเคราะห์ Commercial grade น้ำหนักโมเลกุล 32.04 g/mol ผลิตโดยบริษัท
 Merck-Schuchardt ประเทศเยอรมัน

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- 3.2.1 เครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) รุ่น Fisher stirrer hotplate ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.2 เครื่องชั่งไฟฟ้า 4 ตำแหน่ง (Electronic Balance) รุ่น TC-254 ผลิตโดยบริษัท Denver Instrument ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.3 ตู้อบ (Oven) ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.4 ชุด Reaction kettle ยี่ห้อ Pyrex ผลิตโดยบริษัท Quickfit ประเทศอังกฤษ
- 3.2.5 Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FT-IR) รุ่น MAGNA-IR 560 Spectrophotometer ผลิตโดยบริษัท Nicolet ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.6 Gel Permeation Chromatography (GPC) รุ่น Waters 1525, 1717 plus autosample และ waters 2414 Reflective Index Detector ผลิตโดยบริษัท Waters Corporation ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.7 Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer ($^1\text{H-NMR}$) รุ่น DPX-300 ผลิตโดยบริษัท Bruker ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.8 UV-visible Spectrophotometer JENWAY 6405 UV/Vis Spectrophotometer ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3 วิธีการดำเนินการวิจัย

3.3.1 เตรียมยางธรรมชาติเหลวจากน้ำยางธรรมชาติ

เจือจางน้ำยางข้น 60 % DRC ด้วยน้ำกลั่นให้ได้เป็น 20 % DRC ใน Reaction kettle เติม Sodium dodecyl sulfate 3 phr กวนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นเติม *tert*-butyl hydroperoxide 0.5 phr และ Cobalt acetylacetonate 1 phr กวนด้วย mechanical stirrer ที่อุณหภูมิ 65°C เป็นเวลา 72 ชั่วโมง จับตัวด้วยเมทานอล อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 40°C ให้น้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติเหลวเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติ

3.3.2 เตรียมยางธรรมชาติเหลวอีพอกไซด์จากยางธรรมชาติเหลว

น้ำยางธรรมชาติเหลว 20 กรัม ละลายในโทลูอีน 200 มิลลิลิตร ใส่ในขวดก้นกลม และวางใน water bath ที่ 60°C กวนด้วย Mechanical stirrer เติมกรดฟอร์มิก 30 % โมล (เทียบกับหน่วยไอโซ

พรีนิยาง) และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 60 % โมล (เทียบกับหน่วยไอโซพรีนิยาง) ที่เวลา 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 ชั่วโมง นำยางมาจับตัวด้วยเมทานอลล้างด้วยสารละลาย 5 % NaHCO₃ อบแห้งที่อุณหภูมิ 40°C หาน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติเหลือฟอกไซด์เปรียบเทียบกับยางธรรมชาติเหลือ นำยางธรรมชาติเหลือฟอกไซด์ที่เตรียมได้ศึกษาและพิสูจน์โครงสร้างของยางธรรมชาติเหลือฟอกไซด์ด้วยเทคนิค FT-IR, ¹H-NMR และคำนวณหาร้อยละฟอกไซด์

3.3.3 เตรียมสารฆ่าวัชพืชพอลิเมอร์จากยางธรรมชาติฟอกไซด์กับอนุพันธ์ของกรดฟีนอกซีแอซิดิก

นำยางฟอกไซด์ 10 กรัม ทำปฏิกิริยากับ 2,4-Dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D) หรือ 2-Methyl-4-chlorophenoxy acetic acid (MCPA) 4 กรัม ในโทลูอีนโดยใช้ไตรเอทิลามีน เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 70, 80 และ 90°C ที่เวลา 6, 9, 12, 18 และ 24 ชั่วโมง นำสารผสมปฏิกิริยาจับตัวด้วยเมทานอล อบแห้งที่อุณหภูมิ 40°C ทำให้บริสุทธิ์โดยการละลายในโทลูอีน จับตัวด้วยเมทานอล และอบแห้ง พิสูจน์โครงสร้างของสารฆ่าวัชพืชพอลิเมอร์ด้วย FT-IR และ ¹H-NMR

3.3.4 การหาร้อยละการกราฟต์ของสารฆ่าวัชพืชบนยางธรรมชาติ

ร้อยละการกราฟต์ของสารฆ่าวัชพืชบนโมเลกุลของยางธรรมชาติ หาได้โดยใช้เทคนิค ¹H-NMR ดังนี้

$$\% \text{ Grafting} = \frac{A_{4.71}}{A_{4.71} + 2A_{5.14}} \times 100$$

เมื่อ

$A_{4.71}$ = พื้นที่ใต้พีคของโปรตอนในโครงสร้างของ -OCOCH₂O- ของ 2,4-D หรือ MCPA

$A_{5.14}$ = พื้นที่ใต้พีคของโปรตอนในโครงสร้างของ -C = CH- ของหน่วยไอโซพรีนบนโมเลกุลยางธรรมชาติ

3.3.5 ศึกษาการปลดปล่อยของสารฆ่าวัชพืชพอลิเมอร์

3.3.5.1 ทำกราฟมาตรฐานของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอกซีแอซิดิก และกรด 2-เมทิล-4-คลอโรฟีนอกซีแอซิดิก

ทำกราฟมาตรฐานของกรด 2,4-ไดคลอโรฟีนอกซีแอซิดิก ที่ pH 6, 7 และ 8 โดยวัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 228 นาโนเมตร ในช่วงความเข้มข้นที่ 25 - 200 ppm และกรด 2-เมทิล-4-คลอโรฟีนอกซีแอซิดิก ที่ความยาวคลื่น 222 นาโนเมตร ในช่วงความเข้มข้น 2-10 ppm โดยใช้ UV-spectrophotometer

3.3.5.2 หาปริมาณการปลดปล่อยของ กรด 2,4-ไดคลอโรฟีนอกซีแอซิดิก และกรด 2-เมทิล-4-คลอโรฟีนอกซีแอซิดิก

นำ LNR-g-2,4-D (LNR-g-MCPA) 5 กรัม ใส่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 6, 7 และ 8 ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปั่นกวนด้วย Mechanical stirrer ที่อุณหภูมิห้อง (27°C) เปิดสารละลาย ปริมาตร 5 มิลลิลิตร และเติมสารละลายบัฟเฟอร์ 5 มิลลิลิตรเท่ากับปริมาณที่ปีเปิดออกมาทุกๆ 24 ชั่วโมง นำสารละลายที่ได้วัดปริมาณความเข้มข้นที่ปลดปล่อยของ 2,4-D ที่ความยาวคลื่น 288 นาโนเมตร และ MCPA ที่ความยาวคลื่น 222 นาโนเมตร ซึ่งเป็นค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดดังแสดงใน ภาพผนวก โดยใช้ UV-spectrophotometer