

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

3.1 วัสดุ

3.1.1 น้ำยางธรรมชาติชั้น (HA-NR, 60% DRC) จาก บริษัท ปัตตานีอุตสาหกรรม จำกัด
จ. ปัตตานี

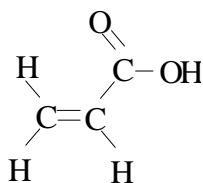
3.1.2 Cobalt acetylacetonate ($C_{10}H_{14}CoO_4$) MW 56.26 ผลิตโดยบริษัท Sigma-aldrich chemie ประเทศสหรัฐอเมริกา ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

3.1.3 Hydrogen peroxide (H_2O_2) MW 34.16 g/mol ชนิด AR grade ผลิตโดยบริษัท MERCK-Schuchardt ประเทศเยอรมัน

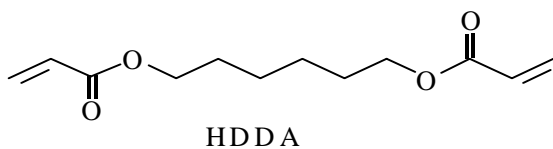
3.1.4 Formic acid (CH_2O_2) MW 46.03 g/mol ชนิด AR grade ผลิตโดยบริษัท AnalaR® ประเทศอังกฤษ

3.1.5 Terric N-16 โดยบริษัท Huntsman ประเทศออสเตรเลีย ทำหน้าที่เป็นสารลดแรงตึงผิว ชนิดไม่มีประจุ

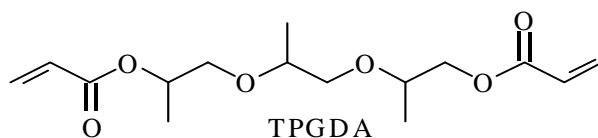
3.1.6 Acrylic acid ($C_3H_4O_2$) MW 72.06 g/mol ชนิด AR grade ผลิตโดยบริษัท MERCK-Schuchardt ประเทศเยอรมัน มีสูตรโครงสร้างคือ



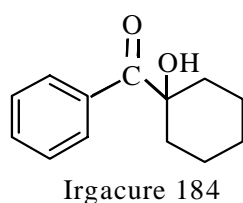
3.1.7 1,6-Hexanediol diacrylate, HDDA ($C_{12}H_{18}O_4$) MW 226.27 g/mol ชนิด AR grade ผลิตโดย Fluka ประเทศเยอรมันนี้ ทำหน้าที่เป็นตัวเชื่อมโพลียเมอร์ มีสูตรโครงสร้างคือ



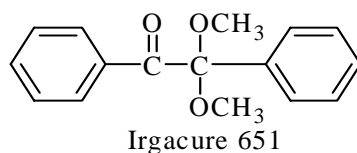
3.1.8 Tripropylene glycol diacrylate, TPGDA ($C_{15}H_{24}O_6$) MW 300.35 g/mol ชนิด AR grade ผลิตโดย Specialty Chemicals ประเทศเบลเยียม ทำหน้าที่เป็นตัวเชื่อมโองสายโซ่ มีสูตรโครงสร้างคือ



3.1.9 Irgacure 184 (1-Hydroxy-cyclohexyl-phenyl-ketone) ผลิตโดยบริษัท Ciba Gigei ประเทศสวิตเซอร์แลนด์ ทำหน้าที่เป็นโฟโตอินิเชียเตอร์ มีสูตรโครงสร้างคือ



3.1.10 Irgacure 651 (alpha-dimethoxy- alpha-phenylacetophenone) MW 265 g/mol ผลิตโดย บริษัท Ciba Gigei ประเทศสวิตเซอร์แลนด์ ทำหน้าที่เป็นโฟโตอินิเชียเตอร์ มีสูตรโครงสร้างคือ



3.1.11 Toluene ($C_6H_5CH_3$) MW 92.14 g/mol ชนิด AR grade ผลิตโดย MERCK-Schuchardt ประเทศเยอรมัน ทำหน้าที่เป็นตัวทำละลาย

3.1.12 Methanol (CH_3OH) MW 32.04 g/mol ชนิด Commercial grade ผลิตโดยบริษัท MERCK-Schuchardt ประเทศเยอรมัน ทำหน้าที่จับก้อนยาง

3.1.13 Sodium hydrogen carbonate ($NaHCO_3$) MW 84.01 g/mol ผลิตโดย Asia Pacific Specially Chemicals ทำหน้าที่เป็นตัวกำจัดกรด

3.1.14 Inhibitor-remover packing ผลิตโดยบริษัท Aldrich Chemical ประเทศสหรัฐอเมริกา ทำหน้าที่เป็นตัวยับยั้งปฏิกิริยาจากกรดอะคริลิก

3.1.15 Ammonium hydroxide (NH_4OH) MW 35 g/mol ผลิตโดยบริษัท Ajax finechem ประเทศออสเตรเลีย

3.1.16 Sulfuric acid (H_2SO_4) MW 98 g/mol ผลิตโดยบริษัท Ajax finechem ประเทศออสเตรเลีย

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.2.1 หลอดรังสีอัลตราไวโอเล็ต (UV lamp) Black light F10T8/BT ความยาวคลื่น 334 nm ผลิตโดยบริษัท Hitachi Co. Ltd., ประเทศญี่ปุ่น กระแสไฟฟ้า 10 วัตต์

3.2.2 เครื่องเจลเพอมีเอชันโครมาโตมิเตอร์ รุ่น Waters 1525, 1717 plus autosample และ waters 2414 Reflective Index Detector ผลิตโดยบริษัท Waters Corporation ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.3 ชุด Reaction kettle ยี่ห้อ Pyrex ผลิตโดยบริษัท Quickfit ประเทศอังกฤษ

3.2.4 เครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnatic stirrer) ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.5 ตู้อบ (Oven) ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.6 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared spectrophotometer, FT-IR) รุ่น MAGNA-IR 560 Spectrometer ผลิตโดยบริษัท Nicolet ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.7 ดินสอ Staedtler เบอร์ 2B- 6H ผลิตที่ประเทศเยอรมัน

3.3 วิธีดำเนินการ

3.3.1 การเตรียมยางธรรมชาติเหลวจากน้ำยางธรรมชาติ

เจือจางน้ำยางข้น 60% DRC ด้วยน้ำกลั่นให้ได้เป็น 20% DRC ใน Reaction kettle เติม Terric N- 16 ปริมาณ 3 phr กวนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 0.5 phr และ Cobalt acetylacetonate 1 phr กวนด้วย Mechanical stirrer ที่อุณหภูมิ 65°C เป็นเวลา 72 ชั่วโมง จับตัวด้วยเมทานอล อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 40°C หาน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติเหลวเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติ

3.3.2 การเตรียมยางธรรมชาติเหลวอีพอกไซด์จากยางธรรมชาติ

ละลายยางธรรมชาติเหลว 20 กรัมในโทลูอีน 200 มล.ใส่ในขวดก้นกลม และวางในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 50°C เติมกรดฟอร์มิก 30 % โมล (เทียบกับหน่วยไอโซพรีนของยาง) และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 60% โมล (เทียบกับหน่วยไอโซพรีนยาง) กวนสารผสมเป็นเวลา 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 ชั่วโมง นำยางมาจับตัวด้วยเมทานอล และล้างด้วยสารละลาย 5% $NaHCO_3$ อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 40°C นำยางธรรมชาติเหลวอีพอกไซด์ที่เตรียมได้ศึกษา และพิสูจน์โครงสร้างของยางธรรมชาติอีพอกไซด์เหลวด้วยเทคนิค FT-IR, 1H -NMR และคำนวณร้อยละโดยโมลอีพอกไซด์

3.3.3 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่างยางธรรมชาติเหลวอีพอกไซด์กับกรดอะคริลิก

ผสมยางอีพอกไซด์เหลว 5 กรัม ในโทลูอีน 100 มิลลิลิตร กับกรดอะคริลิก 10 กรัม ทำให้บริสุทธิ์โดยผ่าน Inhibitor remover ในขวด 5 คอ ที่อุณหภูมิ 80°C และ 100°C กวนเป็นเวลา 6, 9, 12, 18 และ 24 ชั่วโมง แล้วนำยางมาจับตัวด้วยเมทานอล อบแห้งที่อุณหภูมิ 40°C ทำให้บริสุทธิ์ 3 ครั้ง เพื่อกำจัดกรดอะคริลิกออก โดยการนำยางอะคริลิกละลายในโทลูอีน และจับตัวด้วยเมทานอล แล้วอบแห้ง จากนั้นพิสูจน์โครงสร้างด้วย FT-IR, ¹H-NMR และคำนวณหาร้อยละการเกิดอะคริลิก

3.3.4 การเตรียมสารเคลือบผิว

ผสมยางธรรมชาติเหลวอะคริลิกกับ Irgacure 184 หรือ Irgacure 651 และ 1,6-Hexanediol diacrylate (HDDA) หรือ Tripropylene glycol diacrylate (TPGDA) ในโทลูอีน นำสารละลายที่เตรียมได้เคลือบลงบนแผ่นกระจกที่สะอาดแล้วนำไปฉายด้วยหลอดรังสียูวี ที่เวลา 30, 60 และ 90 วินาที โดยมีการแปรสัดส่วนต่างๆ ของ HDDA และ TPGDA ดังตาราง 3.1

ตาราง 3.1 การออกสูตรต่างๆในการเตรียมสารเคลือบผิวจากยางธรรมชาติอะคริลิกโดยใช้สารไวแสง และสารเชื่อมโยงสายโซ่ชนิดต่างๆ

Sample	ALNR (g)	HDDA (g)	TPGDA (g)	Irgacure 184 (g)	Irgacure 651 (g)
AH ₂₀ Ir 651 ₅	100	20	-	-	5
AH ₄₀ Ir 651 ₅	100	40	-	-	5
AH ₆₀ Ir 651 ₅	100	60	-	-	5
AH ₈₀ Ir 651 ₅	100	80	-	-	5
AT ₂₀ Ir 651 ₅	100	-	20	-	5
AT ₄₀ Ir 651 ₅	100	-	40	-	5
AT ₆₀ Ir 651 ₅	100	-	60	-	5
AT ₈₀ Ir 651 ₅	100	-	80	-	5
AH ₂₀ Ir 651 ₁₀	100	20	-	-	10
AH ₄₀ Ir 651 ₁₀	100	40	-	-	10
AH ₆₀ Ir 651 ₁₀	100	60	-	-	10

**ตาราง 3.1 (ต่อ) การออกสูตรต่างๆในการเตรียมสารเคลือบผิวจากยางธรรมชาติอะคริเลทโดยใช้
สารไวแสง และสารเชื่อมโยงสายโซ่ชนิดต่างๆ**

Sample	ALNR	HDDA	TPGDA	Irgacure 184	Irgacure 651
	(g)	(g)	(g)	(g)	(g)
AH ₈₀ Ir 651 ₁₀	100	80	-	-	10
AT ₂₀ Ir 651 ₁₀	100	-	20	-	10
AT ₄₀ Ir 651 ₁₀	100	-	40	-	10
AT ₆₀ Ir 651 ₁₀	100	-	60	-	10
AT ₈₀ Ir 651 ₁₀	100	-	80	-	10
AH ₂₀ Ir184 ₅	100	20	-	5	-
AH ₄₀ Ir184 ₅	100	40	-	5	-
AH ₆₀ Ir184 ₅	100	60	-	5	-
AH ₈₀ Ir184 ₅	100	80	-	5	-
AT ₂₀ Ir184 ₅	100	-	20	5	-
AT ₄₀ Ir184 ₅	100	-	40	5	-
AT ₆₀ Ir184 ₅	100	-	60	5	-
AT ₈₀ Ir184 ₅	100	-	80	5	-
AH ₂₀ Ir184 ₁₀	100	20	-	10	-
AH ₄₀ Ir184 ₁₀	100	40	-	10	-
AH ₆₀ Ir184 ₁₀	100	60	-	10	-
AH ₈₀ Ir184 ₁₀	100	80	-	10	-
AT ₂₀ Ir184 ₁₀	100	-	20	10	-
AT ₄₀ Ir184 ₁₀	100	-	40	10	-
AT ₆₀ Ir184 ₁₀	100	-	60	10	-
AT ₈₀ Ir184 ₁₀	100	-	80	10	-

3.3.5 ศึกษาสมบัติของสารเคลือบผิว

3.3.5.1 การทดสอบความทนทานของสารเคลือบผิวในด้านความแข็ง

ตามมาตรฐาน ASTM D 3363

Pencil hardness test ทำได้โดยการนำดินสอที่มีความแข็งต่างกัน (ความแข็งของดินสอจะลดลงจากเบอร์ 6H ถึง 2B) กดลงบนฟิล์มถ้าปลายดินสอเบอร์ใดแตกในระหว่างที่แทงทะลุผิวฟิล์มไป ก็ถือว่าฟิล์มดังกล่าวมีความแข็งเท่ากับความแข็งของดินสอนั้นๆ เช่นถ้าฟิล์มมีความแข็งมากจนทำให้ดินสอเบอร์ 6H ซึ่งแข็งที่สุดแตก แสดงว่าฟิล์มนั้นมีความแข็งมาก คือเท่ากับดินสอเบอร์ 6H แต่ถ้าดินสอสามารถแทงทะลุผ่านผิวของฟิล์มได้โดยที่ดินสอไม่แตกเลย แม้กระทั่งดินสอเบอร์ 2B ที่มีความแข็งน้อยที่สุด แสดงว่าฟิล์มนั้นมีผิวเคลือบนิ่ม (Soft coating)

3.3.5.2 การทดสอบความทนทานของสารเคลือบผิวต่อสารละลายต่างๆ

ตามมาตรฐาน ASTM D 1647-89

นำสารเคลือบผิวที่เคลือบบนแผ่นกระจก แช่ลงในประกอบด้วยสารละลาย 2 % H_2SO_4 สารละลาย 2 % NH_4OH และน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้องภายในเวลา 20 นาที, เมื่อเวลาผ่านไป 20 นาที, ที่เวลา 2 ชั่วโมง และที่เวลา 24 ชั่วโมง เมื่อครบเวลาที่กำหนดทำการตรวจสอบพื้นผิวกระจกทดสอบเพื่อสังเกตการพองตัวหรือข้อบกพร่องอื่นๆ