

รายงานการวิจัย พัฒนาและวิศวกรรม ฉบับสมบูรณ์

รหัสโครงการ NN-B-22-CT2-19-50-07

การเตรียมและสมบัติของพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิตที่เตรียมจากน้ำมันถั่วเหลือง

Preparation and properties of polymer-clay nanocomposites derived from soybean oil

คณะผู้วิจัย

รองศาสตราจารย์ ดร. วราภรณ์ ตันรัตนกุล

ดร. วัชนิตา ชินมา

นางสาวพิมพ์ชนก ไสไทย

ภาควิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีวัสดุ

คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

สนับสนุนทุนวิจัยโดย

ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ

สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ

ประจำปีงบประมาณ 2550

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัย พัฒนาและวิศวกรรมจากศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ ปีงบประมาณ 2550 จำนวนเงิน 666,360 บาท

ขอขอบคุณสาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ และภาควิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีวัสดุ คณะวิทยาศาสตร์ ที่อนุเคราะห์ห้องปฏิบัติการและเครื่องมือในการวิจัย

ขอขอบคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. เต็มศักดิ์ ศรีศิริพันธ์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล ที่อนุเคราะห์ดินเหนียวปรับสภาพ และให้คำปรึกษาแนะนำการเตรียมตัวอย่างนาโนคอมโพสิต

ขอขอบคุณบริษัท ศรีเทพไทยเคมี จำกัด ในการให้ความอนุเคราะห์ Vikoflex[®] 7170

ขอขอบคุณนักศึกษารายนามต่อไปนี้ที่ให้ความช่วยเหลือด้านการทดลองบางส่วน นางสาวสุนันท์ จรเจนเกียรติ นางสาวดวงฤทัย ศรีนุ่น นางสาวเพ็ญศรี พรหมรัตน์ นางสาวมนต์จิรา ดอกบัวแก้ว และนางสาวจิรัฐิติ ชุมภักดี

บทคัดย่อ

พลาสติกเป็นวัสดุที่มีการใช้กันอย่างกว้างขวางทั่วโลก ปริมาณการบริโภคพลาสติกทั่วโลกเพิ่มขึ้นปีละ 4-5% ดังนั้น อุตสาหกรรมพลาสติกจึงเป็นอุตสาหกรรมที่สร้างรายได้ให้กับประเทศเป็นอย่างมาก เป็นที่ยอมรับกันว่าการผลิตในภาคอุตสาหกรรมก่อให้เกิดกาชเรือนกระจกเป็นอย่างมาก ก๊าซเรือนกระจกเป็นปัจจัยหลักที่ทำให้เกิดสภาวะโลกร้อนส่งผลให้เกิดปัญหาการเปลี่ยนแปลงของภูมิอากาศและสิ่งแวดล้อมเป็นอย่างมาก สร้างความเดือดร้อนให้กับประชากรโลกเป็นอย่างมาก นักวิทยาศาสตร์จึงมีความพยายามลดการผลิตกาชเรือนกระจกในการผลิตของภาคอุตสาหกรรม วัสดุพลาสติกชีวภาพ (bioplastics) จึงเริ่มมีบทบาทเพิ่มมากขึ้น พลาสติกชีวภาพเป็นพอลิเมอร์ที่มีองค์ประกอบบางส่วนหรือทั้งหมดมาจากวัสดุธรรมชาติ การใช้ไขมันพืชเป็นสารเริ่มต้นในการผลิตพลาสติกจะช่วยลดการปล่อยกาชเรือนกระจก (คาร์บอนไดออกไซด์) ในขั้นตอนการผลิตมอนอเมอร์ ในขณะที่การผลิตพลาสติกทั่วไปที่มาจากอุตสาหกรรมปิโตรเคมีจะต้องนำน้ำมันดิบหรือกาชธรรมชาติมาสกัดเป็นสารคาร์บอนก่อนที่จะผลิตเป็นมอนอเมอร์ ซึ่งในขั้นตอนนี้ทำให้เกิดกาชเรือนกระจก นอกจากนี้ ยังมีปัญหาต่างๆที่เกี่ยวข้องกับน้ำมันดิบ ได้แก่ ราคาที่เพิ่มสูงขึ้น การไม่สามารถควบคุมราคา ความยากต่อการคาดการณ์ราคา และการขาดแคลนน้ำมันดิบในอนาคต เป็นความเสี่ยงของภาคอุตสาหกรรม ดังนั้น งานวิจัยและพัฒนาผลิตภัณฑ์พลาสติกที่ใช้วัตถุดิบที่ทดแทนได้ (renewable resources) จึงได้รับความนิยมมากขึ้น งานวิจัยการเตรียมน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์มีมานานแล้ว มีการนำไปใช้งานด้านต่างๆ เช่น สารหล่อลื่น เป็นสารเริ่มต้นการผลิตพอลิยูรีเทน และเป็นพลาสติกไซเซออร์ของพีวีซี แต่ยังไม่มีการนำไปใช้งานด้านแผ่นพลาสติก เพราะมีความแข็งแรงน้อย ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์ในการเตรียมเป็นแผ่นพลาสติกที่เสริมความแข็งแรงด้วยดินเหนียวปรับสภาพ โดยทำให้มีลักษณะเป็นวัสดุพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิต และทดลองใช้เป็นสารเคลือบผิวบนไม้ยางพารา ผลการทดลองพบว่า สามารถสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ที่มีปริมาณอีพ็อกไซด์ต่างๆ กันได้ ระหว่าง 24-88 โมล% อีพ็อกซิเดชัน สมบัติความทนต่อแรงดึงและความต้านทานต่อการฉีกขาดเพิ่มขึ้นตามปริมาณอีพ็อกไซด์ที่เพิ่มขึ้น แต่ความสามารถในการยึดติดลง เนื่องจากมีอุณหภูมิกลาสแทรนซิชันและปริมาณการเชื่อมโยงโมเลกุลเพิ่มขึ้น แผ่นไบโอพลาสติกมีความต้านทานต่อน้ำดี แต่ความต้านทานต่อสารเคมีที่ใช้ทดลองมีค่าต่ำ ความทนต่อความร้อนเพิ่มขึ้นเล็กน้อยตามปริมาณอีพ็อกไซด์ ทดลองเติมดินเหนียวชนิดต่างๆ เพื่อคัดเลือกชนิดที่เหมาะสมกับน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ โดยเลือกใช้ไขมัน 2 เกรด คือ ชนิดที่มีปริมาณอีพ็อกไซด์ 40 โมล% ที่ได้จากการสังเคราะห์ในโครงการวิจัยนี้ เพื่อเปรียบเทียบกับน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ที่มีการผลิตทางการค้าซึ่งมีปริมาณอีพ็อกไซด์ 100 โมล% ความแตกต่างระหว่างน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ทั้งสองชนิดคือ น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ชนิด 40 โมล% จะยังคงมีพันธะคู่เหลืออยู่ ส่วนน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ชนิด 100 โมล% จะไม่มีพันธะคู่เพราะถูกเปลี่ยนเป็นวงแหวนอีพ็อกซิทุกพันธะ น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ทั้งสองชนิดจะใช้ดินเหนียวที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับความสามารถในการกระจายตัวดินเหนียวที่ถูกตัดแปรด้วยสารลดแรงตึงผิวก่อนนำมาใช้ การเติมดินเหนียวทำให้แผ่นไบโอพลาสติกมีความแข็งแรงมากขึ้น ปริมาณที่เหมาะสมในการเติมที่ทำให้สมบัติโดยรวมดีที่สุด คือ 1% และ 5% ในน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ชนิด 100 โมล% และ 40 โมล% ตามลำดับ การตรวจสอบโครงสร้างของดินเหนียวในแผ่นไบโอพลาสติกพบว่า ดินเหนียวส่วนใหญ่มีการขยายตัวของชั้นดิน แสดงว่าโมเลกุลของน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์เข้าไปแทรกอยู่ในระหว่างชั้นดินได้ บางสูตรแสดงให้เห็นว่าการแตกของชั้นดินเหนียว ทั้งสองลักษณะนี้เป็นลักษณะของพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิต แสดงให้เห็นว่าโครงการวิจัยประสบความสำเร็จในการเตรียมนาโนคอมโพสิตจากวัสดุคู่นี้ การทดลองนำน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ชนิด 100 โมล% เป็นสารเคลือบผิวบนไม้ยางพารา สามารถหาสภาวะที่ทำให้ได้ผิวที่เรียบสวยงาม แต่เนื่องจากสารเคมีที่ใช้ในการเชื่อมโยงโมเลกุลขาดแคลน ไม่สามารถจัดซื้อได้ภายในประเทศ ทำให้ไม่สามารถทำการทดลองต่อไปได้ อย่างไรก็ตาม ผลการทดลองบ่งชี้ว่ามีความสามารถในการทำเป็นสารเคลือบผิว แต่ต้องมีการปรับปรุงสมบัติให้มีความแข็งแรงมากขึ้น เช่น การทำเป็นโคพอลิเมอร์กับพอลิเมอร์ชนิดอื่นๆ และต้องเลือกประยุกต์กับงานที่ไม่ต้องการความแข็งแรงของสารเคลือบผิวมากนัก พร้อมกับสีที่อาจเปลี่ยนไปเนื่องจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์มีสีเหลืองเล็กน้อย

Abstract

Plastic is a well-known material that is widely used in the world. Plastic consumption in the world increased 4-5% in every year. Therefore, plastic industry is the industry providing high incomes to the country. It is accepted that industry sector releases much green house gases (GHG). GHG are the main factor causing the global warming, resulting to climate changes and environment problems. These show negative impact to everyone. Scientists seek to decrease GHG derived from the industry. Bioplastics increase their important role in the plastic industry. Bioplastics compose of materials that some or all part come from natural polymer or natural materials. Monomers from vegetable oils can decrease GHG in the process of plastic production whereas monomers from petrochemicals generate GHG during their processing. Furthermore, there are many problems of crude oil such as high price, uncontrollable price, difficulty for price prediction and short of oil in the future. These are the risk of the plastic industry. As a result, research and development of plastics derived from renewable resources are very interesting. Synthesis of epoxidized soybean oil (ESO) has been developed for 20 years ago. It is used to certain applications such as lubricant oil, monomer for polyurethane and plasticizer of PVC. The application as plastic film or sheet is not found due to its low mechanical properties. Hence, this research aimed to prepare the plastic sheet which reinforced with clay for improving mechanical properties by preparing as a nanocomposite and also test the application of ESO as a coating material on natural rubber wood. It is found that we could synthesize ESO containing various epoxide contents, from 24 to 88 mol% epoxidation. Tensile properties and tear strength of ESO increased and the elongation at break decreases with increasing epoxide content. These are due to higher glass transition temperature and higher crosslinking. Water resistance of ESO is high but chemical resistance is quite low. Thermal degradation increased slightly after epoxidation. Various clays were added into ESO in order to select the most appropriate one. Two grades of ESO were used: 40 mol% (ESO40) and 100 mol% (ESO100, the commercial product). ESO40 contains epoxy ring and still shows double bonds whereas ESO100 contains only epoxy ring because all double bonds were converted to the epoxy ring. Different clay was selected for each ESO based on dispersability of clay in the ESO. Clay was modified with the surfactant before using and called it as the organoclay. The addition of clay increased mechanical properties of ESO. The optimal clay content was 1% and 5% for ESO100 and ESO40, respectively. The investigation of clay dispersed in ESO showed that majority of clay exhibited the larger interlayer of clay, indicating the penetration of ESO molecules in the interlayer. Some samples showed the explosion of the interlayer structure. Both appearances are the characteristics of polymer-clay nanocomposites. This reveals that it is successful to prepare the nanocomposite from this pair of materials from this project. Coating experiment was done by using ESO100. We could find the appropriate condition to obtain good coatings. Unfortunately, it is short off the hardening agent and it is unable to purchase. For that reason, it is unable to continue the coating experiment. The experimental results showed that ESO is able to be used as a coating agent but it is necessary to improve its strength such as copolymerization with other polymers. Furthermore, it can be applied in the limited applications because color of ESO is yellow similarly to color of soybean oil.

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	2
บทคัดย่อ	3
Abstract	4
สารบัญตาราง	7
สารบัญรูป	9
สัญลักษณ์และคำย่อ	13
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	16
1.2 วัตถุประสงค์	16
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	17
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	17
บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องและการตรวจสอบเอกสาร	18
บทที่ 3 วิธีวิจัย	
3.1 สารเคมี	34
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ	35
3.3 การทดลอง	
3.3.1 การสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซีไดซ์	36
3.3.2 วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อีพอกซีไฮดรอกไซด์ในน้ำมันถั่วเหลือง	37
3.3.3 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของน้ำมันถั่วเหลืองก่อนและหลังปฏิกิริยาอีพอกซีเดชัน	38
3.3.4 วิธีการขึ้นรูปแผ่นไบโอพลาสติกจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซีไดซ์	41
3.3.5 วิธีการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึง	41
3.3.6 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของแผ่นไบโอพลาสติก	41
3.3.7 การทดสอบการเคลือบผิว ESO100 บนไม้ยางพารา	43
3.3.8 การเตรียมแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตเตรียมจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซีไดซ์ผสมดินเหนียวปรับสภาพ	43
3.3.9 การวัดความหนืดด้วยเครื่องวัดความหนืดบรูคฟิลด์	44
3.3.10 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซีไดซ์ผสมดินเหนียวปรับสภาพ	44
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	
4.1 การวิเคราะห์การเกิดอีพอกซีเดชัน	45
4.2 ผลการทดสอบลักษณะเฉพาะของน้ำมันแต่ละชนิด	
4.2.1 สมบัติทางเคมีของน้ำมันถั่วเหลืองและน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซีไดซ์	54
4.2.2 ชนิดและปริมาณกรดไขมันในน้ำมันถั่วเหลืองจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC	55
4.2.3 ผลการวิเคราะห์หมู่อีพอกซีในแผ่นไบโอพลาสติกด้วยเทคนิค FTIR	55
4.3 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกชนิด ESO40	56
4.3.1 อิทธิพลของสภาวะการอบ	57
4.3.2 อิทธิพลของปริมาณ MTHPA	58
4.4 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกชนิด ESO100 (Vikoflex® 7170)	

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.4.1 การใช้ BDMA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	58
4.4.2 การใช้ 1-เมทิลอลิมีตาโซล เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	59
4.5 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกที่มีปริมาณอีพ็อกซีไดซ์ต่างๆ	
4.5.1 อิทธิพลสภาวะการอบและแปรปริมาณ MTHPA	61
4.5.2 อิทธิพลปริมาณอีพ็อกซีเดชัน	62
4.6 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของแผ่นไบโอพลาสติก	
4.6.1 ผลการวิเคราะห์อุณหภูมิการเสื่อมสลายของแผ่นไบโอพลาสติกด้วยเทคนิค TGA	63
4.6.2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณการเชื่อมโยงโมเลกุลของแผ่นไบโอพลาสติกด้วยเทคนิค DMTA	64
4.6.3 ผลการตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาในแผ่นไบโอพลาสติกด้วยเทคนิค DSC	66
4.6.4 ผลการวัดความแข็งและความเหนียวแบบดึง	69
4.6.5 การบวมตัวในตัวทำละลายต่างๆ	69
4.6.6 ผลการทดสอบการบ่มด้วยความร้อน	70
4.6.7 ผลการทดสอบความต้านทานต่อไอโซน	72
4.7 ผลการทดสอบการเคลือบผิวไม้ยางพาราด้วย ESO100	72
4.8 ผลการตรวจสอบสมบัติของ ESO100-Bengel [®] 434 นาโนคอมโพสิต	
4.8.1 การกระจายตัวของ Bengal [®] 434 ในตัวทำละลายและ ESO100	77
4.8.2 ความหนืดของ ESO100 ผสม Bengal [®] 434	78
4.8.3 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกนาโนคอมโพสิต (ESO100-Bengel [®] 434)	79
4.8.4 ผลการตรวจสอบโครงสร้างของ Bengal [®] 434 ในแผ่น ESO100 ด้วยเทคนิค XRD	80
4.8.5 ผลการตรวจสอบโครงสร้างของ Bengal [®] 434 ในแผ่น ESO100 ด้วยเทคนิค TEM	81
4.9 ผลการตรวจสอบสมบัติของ ESO40-ดินเหนียวปรับสภาพนาโนคอมโพสิต	
4.9.1 การกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลายและ ESO40	85
4.9.2 ความหนืดของ ESO40 ผสมดินเหนียวปรับสภาพ	87
4.9.3 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกนาโนคอมโพสิต * (ESO40-OTAC)	88
4.9.4 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DMTA ของแผ่น ESO40-OTAC นาโนคอมโพสิต	90
4.9.5 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA ของแผ่น ESO40-OTAC นาโนคอมโพสิต	91
4.9.6 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR ของแผ่น ESO40-OTAC นาโนคอมโพสิต	93
4.9.7 ผลการตรวจสอบโครงสร้างของ OTAC ในแผ่น ESO40 ด้วยเทคนิค XRD	93
4.9.8 ผลการตรวจสอบโครงสร้างของ OTAC ในแผ่น ESO400 ด้วยเทคนิค TEM	95
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	100
เอกสารอ้างอิง	103
ภาคผนวก	105
ผลลัพธ์จากงานวิจัย	107

สารบัญตาราง

	หน้า	
ตารางที่ 2.1	ค่าไอโอดีนและปริมาณกรดไขมันชนิดต่างๆ ของน้ำมันพืชน้ำมันลิโนลิก	18
ตารางที่ 2.2	สัดส่วนองค์ประกอบของกรดไขมันชนิดต่างๆ ในน้ำมันพืชแต่ละชนิด	19
ตารางที่ 2.3	ชนิดและสูตรโครงสร้างทางเคมีของกรดไขมันที่พบในน้ำมันถั่วเหลือง	19
ตารางที่ 2.4	ลักษณะสำคัญบางประการของแรฟิโนโลยีลิเกด	25
ตารางที่ 4.1	สูตรการสังเคราะห์ครั้งที่ 1	45
ตารางที่ 4.2	สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์	45
ตารางที่ 4.3	ผลการวิเคราะห์ปริมาณอีพ็อกไซด์จากการใช้เครื่องให้ความร้อนเครื่องเก่า	51
ตารางที่ 4.4	ผลการวิเคราะห์ปริมาณอีพ็อกไซด์จากการใช้เครื่องให้ความร้อนเครื่องใหม่	51
ตารางที่ 4.5	ผลการสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์โดยใช้ Amberlite® IR-120	53
ตารางที่ 4.6	สมบัติทางเคมีของน้ำมันถั่วเหลืองและน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์	54
ตารางที่ 4.7	ชนิดและปริมาณกรดไขมันในน้ำมันถั่วเหลืองตรงรุ่นที่นำมาใช้สังเคราะห์	55
ตารางที่ 4.8	สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกเตรียมจาก ESO40 เมื่ออบที่สภาวะต่างๆ โดยมี MTHPA 60 pph และ 1-เมทิลอิมิดาโซล 1 pph	57
ตารางที่ 4.9	สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกเตรียมจาก ESO40 เมื่ออบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 75 min โดยมี MTHPA 50-70 pph และ 1-เมทิลอิมิดาโซล 1 pph	58
ตารางที่ 4.10	สูตรที่ใช้ในการเตรียมแผ่นไบโอพลาสติกจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ที่ผลิตทางการค้า (Vikoflex® 7170)	59
ตารางที่ 4.11	ผลการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึงของ Vikoflex® 7170 หลังการอบด้วยเข้าพิมพ์เทฟลอน	59
ตารางที่ 4.12	ลักษณะทางกายภาพของแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จาก Vikoflex® 7170 หลังการอบด้วยเข้าพิมพ์กระจกที่อุณหภูมิต่างกันเป็นเวลา 60 min มี MTHPA ในปริมาณต่างกันและใช้ 1-เมทิลอิมิดาโซล เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	60
ตารางที่ 4.13	สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จาก Vikoflex® 7170 หลังการอบด้วยเข้าพิมพ์กระจกที่อุณหภูมิต่างกันเป็นเวลา 60 min มี MTHPA ในปริมาณต่างกันและใช้ 1-เมทิลอิมิดาโซล เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	61
ตารางที่ 4.14	สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จาก ESO ที่มีปริมาณอีพ็อกไซด์ต่างกัน อบด้วยเข้าพิมพ์กระจกที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลาต่างกัน มี MTHPA ในปริมาณต่างกัน	61
ตารางที่ 4.15	สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ที่มีปริมาณอีพ็อกไซด์ต่างกัน อบด้วยเข้าพิมพ์กระจกที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 75 min มี MTHPA 60 pph และ 1-เมทิลอิมิดาโซล 1 pph	62
ตารางที่ 4.16	สมบัติเชิงกลของแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จาก ESO ที่มีปริมาณอีพ็อกไซด์ต่างกัน อบด้วยเข้าพิมพ์กระจก มี MTHPA 60 pph และ 1-เมทิลอิมิดาโซล 1 pph	63
ตารางที่ 4.17	อุณหภูมิการเสื่อมสลายของแผ่นไบโอพลาสติกที่เตรียมจาก ESO ที่มีปริมาณอีพ็อกไซด์ต่างกัน	64

สารบัญตาราง (ต่อ)

	หน้า
ตารางที่ 4.18 ปริมาณการเชื่อมโยงโมเลกุลของ ESO ชนิดต่างๆที่คำนวณได้จากการทดลองด้วยเทคนิค DMTA	64
ตารางที่ 4.19 ปริมาณการเกิดปฏิกิริยาภายใน ESO และแผ่นไบโอพลาสติก ระหว่างการให้ความร้อนในเครื่อง DSC	68
ตารางที่ 4.20 ความแข็งและความเหนียวแบบดึงของแผ่นไบโอพลาสติกจาก ESO เกรดต่างๆ	69
ตารางที่ 4.21 ค่าการเปลี่ยนแปลงสมบัติความทนต่อการดึงหลังการบ่มด้วยความร้อนของแผ่นไบโอพลาสติก	70
ตารางที่ 4.22 ผลการทดสอบการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพใน ESO100	77
ตารางที่ 4.23 ค่าความหนืดของ ESO100 หลังจากผสมดินเหนียวปรับสภาพ Bengel [®] 434	78
ตารางที่ 4.24 สมบัติเชิงกลของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตที่จาก ESO100 ผสม Bengel [®] 434	80
ตารางที่ 4.25 ค่าระยะห่างระหว่างชั้นของดินเหนียวปรับสภาพชนิด Bengel [®] 434 ในแผ่น ESO100	81
ตารางที่ 4.26 ผลการทดสอบการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพใน ESO40	86
ตารางที่ 4.27 ค่าความหนืดของ ESO40 ผสมดินเหนียวปรับสภาพ OTAC	87
ตารางที่ 4.28 สมบัติเชิงกลของแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จาก ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC โดยมีปริมาณดินเหนียวตั้งแต่ 0-8 wt%	89
ตารางที่ 4.29 อุณหภูมิการเสื่อมสลายของแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ในปริมาณ 0-8 wt%	92
ตารางที่ 4.30 ระยะห่างระหว่างชั้นของดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC ในแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิต ESO40 ผสมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 1-8 wt% จำนวนระยะห่างจากภาพถ่าย TEM	99

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 องค์ประกอบของน้ำมันถั่วเหลือง	18
รูปที่ 2.2 กลไกปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันบนพื้นระคู่ของน้ำมันถั่วเหลือง	20
รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันของน้ำมันถั่วเหลือง	20
รูปที่ 2.4 สูตรโครงสร้างทางเคมีของเอมีนตติยภูมิ	21
รูปที่ 2.5 สูตรโครงสร้างทางเคมีของพอลิฟังก์ชันนอลเอมีน	22
รูปที่ 2.6 สูตรโครงสร้างทางเคมีของกรดแอนไฮไดรต์	22
รูปที่ 2.7 กลไกการเชื่อมขวางโมเลกุลอีพอกไซด์ด้วยกรดแอนไฮไดรต์โดยมีอิมิดาโซลเป็นตัวกระตุ้น	24
รูปที่ 2.8 โครงสร้างทางเคมีของไตรกลีเซอไรด์ที่ใช้สารเชื่อมขวางประเภทแอนไฮไดรต์	24
รูปที่ 2.9 ลักษณะโครงสร้างแบบ 2:1 phyllosilicates ของมอนท์โมริลโลไนท์	26
รูปที่ 2.10 ชนิดของโครงสร้างพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิต	28
รูปที่ 2.11 โครงสร้างแบบ “edge-to-edge” หรือ “edge-to-face” ของโครงสร้างดินเหนียวปรับสภาพที่กระจายในพอลิเมอร์	28
รูปที่ 3.1 ภาพแสดงอุปกรณ์การสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์	37
รูปที่ 4.1 ปริมาณอีพอกไซด์ที่วิเคราะห์ได้ด้วยการไตเตรตด้วยกรดโบรมิกและเครื่อง ¹ H-NMR ของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ที่สังเคราะห์ที่ 55 °C ใช้ปริมาณกรดซัลฟิวริกต่างกัน : (a) 0.50 ml, (b) 0.35 ml, (c) 0.25 ml, (d) 0.15 ml และ (e) 0.10 ml	45
รูปที่ 4.2 ปริมาณอีพอกไซด์ที่วิเคราะห์ได้ด้วยการไตเตรตด้วยกรดโบรมิกและเครื่อง ¹ H-NMR ของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ที่สังเคราะห์ที่ 60 °C ใช้ปริมาณกรดซัลฟิวริกต่างกัน : (a) 0.50 ml, (b) 0.35 ml, (c) 0.25 ml, (d) 0.15 ml และ (e) 0.10 ml	47
รูปที่ 4.3 ปริมาณอีพอกไซด์ที่วิเคราะห์ได้ด้วยการไตเตรตด้วยกรดโบรมิกและเครื่อง ¹ H-NMR ของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ที่สังเคราะห์ที่ 65 °C ใช้ปริมาณกรดซัลฟิวริกต่างกัน : (a) 0.50 ml, (b) 0.35 ml, (c) 0.25 ml, (d) 0.15 ml และ (e) 0.10 ml	49
รูปที่ 4.4 สเปกตรัมจาก ¹ H-NMR ของ (a) น้ำมันถั่วเหลือง, (b) ESO40 ที่ได้จากการสังเคราะห์ และ (c) ESO100 ชนิด Vikoflex [®] 7170	52
รูปที่ 4.5 โครงสร้างทางเคมีของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ที่มีปริมาณอีพอกไซด์ 100 mol%	52
รูปที่ 4.6 สเปกตรัมจาก FTIR ของน้ำมันถั่วเหลือง (SO), น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ที่สังเคราะห์ได้ (ESO40) และน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ทางการค้า, Vikoflex [®] 7170 (ESO100)	53
รูปที่ 4.7 สเปกตรัมจาก FTIR ของแผ่นไบโอพลาสติกจาก ESO40 และ ESO100 ใช้ MTHPA 60 pph และ 1-เมทิลอิมิดาโซล 1 pph อบที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 75 min	56
รูปที่ 4.8 กราฟความเค้น-ความเครียดของแผ่นไบโอพลาสติกจาก ESO40 ใช้ MTHPA 60 pph และ 1-เมทิลอิมิดาโซล 1 pph ทำการอบที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ	57
รูปที่ 4.9 กราฟความเค้น-ความเครียดของแผ่นไบโอพลาสติกจาก ESO40 ใช้ MTHPA 50-70 pph และ 1-เมทิลอิมิดาโซล 1 pph อบที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 75 min	58
รูปที่ 4.10 กราฟความเค้น-ความเครียดของแผ่นไบโอพลาสติก ที่มีปริมาณอีพอกไซด์ต่างกัน ทำการเชื่อมโยงโมเลกุลด้วย MTHPA และ 1-เมทิลอิมิดาโซล	62

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.11 กราฟ $\tan \delta$ - temperature ของแผ่นไบโอพลาสติก ที่มีปริมาณเอพ็อกไซด์ต่างกัน ทำการเชื่อมโยงโมเลกุลด้วย MTHPA และ 1-เมทิลอีมีดาโซล	63
รูปที่ 4.12 TGA thermograms ของแผ่นไบโอพลาสติกเตรียมจาก ESO ที่มีปริมาณเอพ็อกไซด์ต่างกัน	64
รูปที่ 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ storage modulus – temperature ของ ESO ชนิดต่างๆ	65
รูปที่ 4.14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ $\tan \delta$ – temperature ของ ESO ชนิดต่างๆ	65
รูปที่ 4.15 DSC thermograms ของ ESO40 และแผ่นไบโอพลาสติกที่มีปริมาณหมู่เอพ็อกไซด์ 40 % และมีสารเชื่อมโยงโมเลกุลปริมาณต่างกัน: (a) 50 pph, (b) 60 pph และ (c) 70 pph	66
รูปที่ 4.16 DSC thermograms ของ ESO100 และแผ่นไบโอพลาสติกที่มีปริมาณหมู่เอพ็อกไซด์ 100 % และมีสารเชื่อมโยงโมเลกุลปริมาณต่างกัน: (a) 40 pph, (b) 50 pph และ (c) 60 pph	67
รูปที่ 4.17 ปริมาณการบวมตัวของแผ่นไบโอพลาสติกจาก ESO40 และ ESO100 ในตัวทำละลายต่างๆ	70
รูปที่ 4.18 กราฟความเค้น-ความเครียดของแผ่นไบโอพลาสติกก่อนและหลังบ่มด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 h: (a) ESO40 และ (b) ESO100	70
รูปที่ 4.19 สเปกตรัม FTIR ของแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 และ ESO100	71
รูปที่ 4.20 สเปกตรัม FTIR ของแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 ก่อนและหลังบ่มด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 h	71
รูปที่ 4.21 สเปกตรัม FTIR ของแผ่นไบโอพลาสติก ESO100 ก่อนและหลังบ่มด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 h	72
รูปที่ 4.22 ภาพไมโครกราฟาเคลือบด้วย ESO100 ที่ใช้ MTHPA 40 pph และ 1-เมทิลอีมีดาโซล 1 pph อบเป็นเวลา 1 h ที่อุณหภูมิต่างๆ	73
รูปที่ 4.23 ภาพไมโครกราฟาเคลือบด้วย ESO100 ที่ใช้ MTHPA 50-60 pph และ 1-เมทิลอีมีดาโซล 1 pph อบเป็นเวลา 1 h ที่ 150°C	73
รูปที่ 4.24 ภาพไมโครกราฟาเคลือบด้วย ESO100 ที่มีการบ่มสารละลาย ESO100 ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1-3 h ก่อนนำไปเคลือบบนไมโครกราฟา อบขึ้นไมโครกราฟาที่ 150°C เป็นเวลา 1 h	74
รูปที่ 4.25 ค่าความหนืดแบบบรูคฟิลด์ของสารละลาย ESO100 ที่วางทิ้งไว้เป็นเวลา 0-6 h ที่อุณหภูมิห้อง	74
รูปที่ 4.26 ภาพไมโครกราฟาเคลือบด้วย ESO100 ที่มีการบ่มสารละลาย ESO100 ที่อุณหภูมิ 80-100°C เป็นเวลา 1 h ก่อนนำไปเคลือบบนไมโครกราฟาด้วยวิธีจุ่ม อบขึ้นไมโครกราฟาที่ 150°C เป็นเวลา 1 h	75
รูปที่ 4.27 ภาพไมโครกราฟาเคลือบด้วย ESO100 ที่มีการบ่มสารละลาย ESO100 ที่อุณหภูมิ 80-100°C เป็นเวลา 1 h ก่อนนำไปเคลือบบนไมโครกราฟาด้วยวิธีการทาด้วยพู่กัน อบขึ้นไมโครกราฟาที่ 150°C เป็นเวลา 1 h	76
รูปที่ 4.28 ภาพไมโครกราฟาเคลือบด้วย ESO100 ที่มีการบ่มสารละลาย ESO100 ที่อุณหภูมิ 90-100°C เป็นเวลาต่างๆ และหล่อเย็นก่อนนำไปเคลือบบนไมโครกราฟาด้วยวิธีการทาด้วยพู่กัน อบขึ้นไมโครกราฟาที่ 150°C เป็นเวลา 1 h	77
รูปที่ 4.29 โครงสร้างทางเคมีของสารลดแรงตึงผิวในดินเหนียวปรับสภาพ: (a) Bengel [®] 434, (b) OTAC, (c) DTAC	78

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.30 ค่าความหนืดของ ESO100 ที่มีปริมาณ Bengel [®] 434 ต่างๆกัน: (a) 0-5 wt% และ (b) 8 wt%	79
รูปที่ 4.31 กราฟความเค้น-ความเครียดของพลาสติกจาก ESO100 ผสมดินเหนียวปรับสภาพ Bengel [®] 434	80
รูปที่ 4.32 XRD patterns ของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตเตรียมจาก ESO100 ผสมกับ Bengel [®] 434 ปริมาณต่างๆ	81
รูปที่ 4.33 ภาพถ่าย TEM ของ ESO100 ผสม Bengel [®] 434 ปริมาณ 1 wt% ที่กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า, (b) 50,000 เท่า และ (c) 100,000 เท่า	82
รูปที่ 4.34 ภาพถ่าย TEM ของ ESO100 ผสม Bengel [®] 434 ปริมาณ 3 wt% ที่กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า, (b) 50,000 เท่า และ (c) 100,000 เท่า	83
รูปที่ 4.35 ภาพถ่าย TEM ของ ESO100 ผสม Bengel [®] 434 ปริมาณ 5 wt% ที่กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า, (b) 50,000 เท่า และ (c) 100,000 เท่า	84
รูปที่ 4.36 ภาพถ่าย TEM ของ ESO100 ผสม Bengel [®] 434 ปริมาณ 8 wt% ที่กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า, (b) 50,000 เท่า และ (c) 100,000 เท่า	85
รูปที่ 4.37 การกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพ 3 ชนิดใน ESO40: (a) OTAC และ DTAC (b) OTAC และ Bengel [®] 434	86
รูปที่ 4.38 การกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC และ DTAC ในตัวทำละลาย (a) คลอโรฟอร์ม และ (b) อะซีโตน	86
รูปที่ 4.39 ความหนืดของ ESO40 ผสมกับ OTAC ปริมาณต่างๆ: (a) 1-5 wt% และ (b) 8 wt%	87
รูปที่ 4.40 ความหนืดของ ESO40 ผสมดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC และ Bengel [®] 434 ปริมาณ 3-8 wt% ใช้ความเร็วรอบในการวัดความหนืด (a) 6 rpm, (b) 12 rpm, (c) 30 rpm และ (d) 60 rpm	88
รูปที่ 4.41 กราฟความเค้น-ความเครียดของแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ปริมาณ 1-8 wt%	89
รูปที่ 4.42 ค่าการทนต่อแรงฉีกขาดของแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จาก ESO40 ผสมกับ ดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ปริมาณ 1-8 wt%	89
รูปที่ 4.43 กราฟมอดุลัสสะสม-อุณหภูมิของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตเตรียมจาก ESO40 ผสมกับ ดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ในปริมาณ 1-8 wt%	90
รูปที่ 4.44 กราฟมอดุลัสสูญหาย-อุณหภูมิของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตเตรียมจาก ESO40 ผสมกับ ดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ในปริมาณ 1-8 wt%	91
รูปที่ 4.45 กราฟ tan δ - temperature ของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตเตรียมจาก ESO40 ผสมกับ ดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ในปริมาณ 1-8 wt%	91
รูปที่ 4.46 TGA เทอร์โมแกรมของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิต ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ปริมาณ 0-8 wt%: (a) ช่วงอุณหภูมิ 30-550 ^o C และ (b) ช่วงอุณหภูมิ 200-400 ^o C	92
รูปที่ 4.47 สเปกตรัม FTIR ของแผ่นไบโอพลาสติกเตรียมจาก ESO40 ผสมกับ OTAC ปริมาณ 1-8 wt%	93
รูปที่ 4.48 XRD สเปกตรัมของดินเหนียวปรับสภาพ OTAC	94
รูปที่ 4.49 XRD patterns ของแผ่นไบโอพลาสติกเตรียมจาก ESO40 ผสมกับ OTAC ปริมาณ 1-8 wt%	94

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.50 แผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตเตรียมจาก ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ปริมาณ 1-8 wt%	94
รูปที่ 4.51 ภาพถ่าย TEM ของ ESO40 ผสม OTAC ปริมาณ 1 wt% กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า (b) 50,000 เท่า และ (c-d) 100,000 เท่า	96
รูปที่ 4.52 ภาพถ่าย TEM ของ ESO40 ผสม OTAC ปริมาณ 3 wt% กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า (b) 50,000 เท่า และ (c-d) 100,000 เท่า	97
รูปที่ 4.53 ภาพถ่าย TEM ของ ESO40 ผสม OTAC ปริมาณ 5 wt% กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า (b) 50,000 เท่า และ (c-d) 100,000 เท่า	96
รูปที่ 4.54 ภาพถ่าย TEM ของ ESO40 ผสม OTAC ปริมาณ 8 wt% กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า (b) 50,000 เท่า และ (c-d) 100,000 เท่า	97

สัญลักษณ์และคำย่อ

คำย่อ	ชื่อภาษาอังกฤษ	ชื่อภาษาไทย
Al	aluminium	อะลูมิเนียม
ASTM	American Society for Testing and Materials	มาตรฐานการทดสอบของสหรัฐอเมริกา
c	centi	เซนติ (10^{-2})
CEC	cation exchange capacity	ค่าการแลกเปลี่ยนประจุ
cm	centimeter	เซนติเมตร
d	d-spacing	ระยะห่างระหว่างชั้น
DMTA	dynamic mechanical thermal analysis	เครื่องทดสอบทางกลศาสตร์ ความร้อนเชิงพลวัต
DSC	differential scanning calorimetry	เครื่องดีฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่งคัลลอริเมตรี
DTAC	dioctadecyl trimethyl ammonium	ไดออกตะเดซิลไตรเมทิล แอมโมเนียมคลอไรด์
E	modulus	มอดุลัส
ESO	epoxidized soybean oil	น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์
ESO40	epoxidized soybean oil 40 mol%	น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ชนิด 40 โมล%
ESO100	epoxidized soybean oil 100 mol%	น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ชนิด 100 โมล%
FFA	free fatty acid	กรดไขมันอิสระ
FTIR	fourier transformed infrared	เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี
g	gram	กรัม
GC	gas chromatography	เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี
h	hour	ชั่วโมง
Hz	hertz	เฮิรตซ์
K	Kelvin	เคลวิน
kg	kilogram	กิโลกรัม
kV	kilovolt	กิโลโวลท์
L	observed distance between bench marks on the intended specimen	ระยะที่ชั้นทดสอบสามารถยึดตัวได้จนขาด
	liter	ลิตร
L_0	original distance between bench marks length of origins	ระยะกำหนดก่อนทำการทดสอบ
meq	milliequivalent	มิลลิอิควิวาเลนต์
m	meter	เมตร
	milli	มิลลิ (10^{-3})

สัญลักษณ์และคำย่อ (ต่อ)

คำย่อ	ชื่อภาษาอังกฤษ	ชื่อภาษาไทย
mA	milliampair	มิลลิแอมแปร์
mg	milligram	มิลลิกรัม
mgKOH/g	milligram potassium per gram	มิลลิกรัมโพแทสเซียมต่อกรัม
ml	milliliter	มิลลิลิตร
ml/2 g	milliliter per two gram	มิลลิลิตรต่อ 2 กรัม
mm	millimeter	มิลลิเมตร
mm/min	millimeter per minute	มิลลิเมตรต่อนาที
min	minute	นาที
MMT	monmorillonite	มอนท์โมริลโลไนท์
mol	mole	โมล
MPa	mega pascal	เมกะพาสคาล
MTHPA	methylnetra hydrophthalic anhydride	เมทริลเตตระไฮโดรฟทาลิกแอนไฮไดรด์
mV	millivolt	มิลลิโวลต์
Mw	molecular weight	น้ำหนักโมเลกุล
N	newton	นิวตัน
	normal	นอร์มอล
Na	sodium	โซเดียมอะตอม
NH ₃	ammonium	แอมโมเนียม
N/mm ²	newton per millisquare	นิวตันต่อตารางมิลลิเมตร
nm	nanometer	นาโนเมตร
NMR	nucler magnetic resonance spectroscopy	เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี
OTAC	octadecyl trimethyl ammonium chloride	ออกตะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์
pph	part per hundred	ส่วนในร้อยส่วน
psi	pound per square inch	ปอนด์ต่อตารางนิ้ว
Rpm	round per minute	รอบต่อนาที
sec	second	วินาที

สัญลักษณ์และคำย่อ (ต่อ)

สัญลักษณ์	ชื่อภาษาอังกฤษ	ชื่อภาษาไทย
TEM	transmission electron microscope	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน
TGA	thermogravimetric analysis	เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริก
T_g	glass transition temperature	อุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน
V	volume	ปริมาตร
W	weight	น้ำหนัก
wt%	weight percent	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
XRD	X-ray diffraction	การกระเจิงของรังสีเอกซ์
Å	angstrom	อังสตรอม (10^{-10} เมตร)
$^{\circ}\text{C}$	Degree Celsius	องศาเซลเซียส
$^{\circ}\text{C}/\text{min}$	degree Celsius per minute	องศาเซลเซียสต่อนาที
E'	storage modulus	ค่ามอดุลัสสะสม
E''	loss modulus	ค่ามอดุลัสสูญเสีย
λ	wavelength	ความยาวคลื่น
σ_b	stress at break	ความเค้น ณ จุดขาด
ϵ_b	strain at break	ความเครียด ณ จุดขาด
μm	micrometer	ไมโครเมตร (10^{-6} เมตร)
$\tan \delta$	loss tangent	ค่าแทนเจนต์สูญเสีย

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ประเทศไทยเป็นประเทศที่มีผลผลิตทางการเกษตรเป็นจำนวนมาก การเพิ่มมูลค่าให้กับผลิตภัณฑ์ทางการเกษตรนั้น จำเป็นต้องมีการประยุกต์เพื่อนำไปใช้ในภาคอุตสาหกรรมอื่นๆที่มีใช้อุตสาหกรรมอาหาร ในขณะที่ประชากรโลกมีจำนวนเพิ่มขึ้นอย่างมาก ทำให้ความต้องการด้านวัสดุต่างๆเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วด้วยเช่นกัน แต่แหล่งวัตถุดิบที่มาจากธรรมชาติที่ใช้เป็นวัสดุตั้งต้นในการผลิตผลิตภัณฑ์นั้นไม่ได้มีจำนวนเพิ่มขึ้น ในทางตรงกันข้าม กลับมีจำนวนลดน้อยลง เช่น น้ำมันดิบและก๊าซธรรมชาติ เป็นต้น ดังนั้น จึงมีการค้นคว้าวิจัยหาแหล่งวัตถุดิบใหม่เพื่อใช้ในการผลิตพอลิเมอร์ทดแทนการใช้มอนอเมอร์ที่ได้มาจากอุตสาหกรรมปิโตรเคมี โดยมีการมุ่งเน้นมาจากสิ่งมีชีวิต เช่น ฟิช และ แบคทีเรีย เพราะเป็นแหล่งวัตถุดิบที่มีราคาถูกและสร้างขึ้นใหม่ได้ง่ายและรวดเร็ว นอกจากนี้ การอนุรักษ์สิ่งแวดล้อมเป็นปัจจัยหลักที่สำคัญอันหนึ่งในการควบคุมการใช้วัสดุต่างๆ เช่น แนวโน้มการใช้พลาสติกชีวภาพและพลาสติกที่ย่อยสลายได้ง่ายจะเป็นข้อกำหนดที่เข้มงวดในอนาคต ดังจะเห็นได้ว่า ในปัจจุบันนี้กลุ่มประเทศยุโรปได้มีข้อกำหนดการใช้พลาสติกบรรจุภัณฑ์ที่ย่อยสลายได้ง่าย

การสังเคราะห์พอลิเมอร์จากน้ำมันถั่วเหลืองทำได้โดยการตัดแปรน้ำมันถั่วเหลือง โดยใช้ปฏิกิริยาออกซิเดชันทำให้พันธะคู่ของไตรกรีเซอไรด์เปลี่ยนเป็นวงแหวนอีพอกไซด์ ซึ่งจะมีความว่องไวต่อปฏิกิริยามากขึ้น น้ำมันถั่วเหลืองตัดแปรนี้จะมีชื่อว่า epoxidized soybean oil (ESO) ถูกนำไปใช้ประโยชน์โดยตรงและนำไปประยุกต์อย่างอื่นต่อได้มากมาย น้ำมันชนิดนี้มีการผลิตทางการค้าแล้ว แต่ยังไม่มีการผลิตภายในประเทศไทย การนำ ESO มาตัดแปรให้เป็นพอลิเมอร์ยังอยู่ในขั้นการทดลองและมีแนวโน้มว่าจะมีการผลิตทางการค้าในอนาคตอันใกล้นี้ ชนิดของผลิตภัณฑ์กลุ่มนี้จัดเป็น “green product” ดังที่กล่าวมาแล้วว่า ประเทศทางยุโรปและอเมริกา มีความตื่นตัวด้านอนุรักษ์สิ่งแวดล้อมเป็นอย่างมากจึงให้ความสนใจผลิตภัณฑ์ประเภทนี้มาก ผลิตภัณฑ์พอลิเมอร์รุ่นใหม่ในอนาคตนี้ที่อาจกล่าวได้ว่า รุ่นที่ 3 (third generation) จะมุ่งเน้นเป็นพอลิเมอร์ที่ได้มาจากธรรมชาติ

พอลิเมอร์ที่ทำมาจาก ESO ยังมีข้อด้อยในด้านความแข็งแรง จึงนิยมทำเป็นวัสดุคอมโพสิต หรือเติมสารเติมแต่งที่เพิ่มความแข็งแรง โครงการวิจัยนี้จะปรับปรุงข้อด้อยนี้ด้วยการทำเป็นพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิต จุดเริ่มต้นของโครงการวิจัยนี้ได้มาจากโจทย์ของภาคอุตสาหกรรม ที่ได้มาติดต่อสอบถามข้อมูลเกี่ยวกับ ESO ทั้งยังให้ข้อมูลว่ามีโรงงานผลิตแล้วที่สาธารณรัฐประชาชนจีน และเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีศักยภาพในเชิงธุรกิจภายในประเทศไทย ดังนั้นการสร้างองค์ความรู้ด้วยตนเองทั้งในการสังเคราะห์ ESO และการพัฒนาไปเป็นพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตด้วยการเติมดินเหนียวตัดแปรที่สังเคราะห์ขึ้นมาเอง เป็นการพัฒนางานวิจัยแบบพึ่งพาตนเองและสามารถพัฒนาสู่ภาคอุตสาหกรรมได้เป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับน้ำมันถั่วเหลือง ทำให้เกษตรกรผู้ปลูกถั่วเหลืองมีรายได้เพิ่มขึ้น รวมทั้งมีการสร้างงานภาคอุตสาหกรรมภายในประเทศเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังเป็นองค์ความรู้ที่สามารถนำไปประยุกต์ใช้กับน้ำมันพืชชนิดอื่นๆ เช่น น้ำมันปาล์ม น้ำมันข้าวโพด

1.2 วัตถุประสงค์

1. สังเคราะห์และตรวจสอบสมบัติพอลิเมอร์จากน้ำมันถั่วเหลืองผ่านกระบวนการออกซิเดชันและพอลิเมอร์ไรเซชัน
2. สังเคราะห์และตรวจสอบสมบัติดินเหนียวแปรสภาพ (organoclay) จากเบนโทไนท์
3. สังเคราะห์และตรวจสอบสมบัติพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิต
4. ศึกษาการประยุกต์ใช้งานด้านสารเคลือบผิวจากพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้
5. ศึกษาและตรวจสอบเสถียรภาพ ความทนต่อสภาวะอากาศ และความใส

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. สังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองชนิดอีพ็อกซิไดซ์ (ESO) โดยใช้เทคนิค in situ epoxidation คือทำให้เกิดกรดเปอร์อะซิติก ระหว่างการเกิดปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชัน ใช้ H_2SO_4 หรือ cation exchange resin เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ควบคุมปริมาณกรด ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ อุณหภูมิ และเวลาในการทำปฏิกิริยาตามที่กำหนด
2. วิเคราะห์หาปริมาณอีพ็อกไซด์ที่เกิดขึ้นใน ESO ด้วยการไตเตรตด้วยกรดโบรมิก และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค nuclear magnetic resonance spectroscopy (NMR)
3. วิเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองก่อนและหลังการทำปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชัน เช่น acid value, saponification number, iodine value, peroxide value
4. สังเคราะห์พอลิเมอร์จากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ โดยสารเชื่อมขวางโมเลกุล (crosslinking agent / hardening agent) ได้แก่ สารกลุ่มแอนไฮไดรด์ เช่น methylenetetrahydrophthalic anhydride (MTHPA) ควบคุมอุณหภูมิและเวลาการทำพอลิเมอร์ไรเซชันตามที่กำหนด และทดสอบสมบัติต่างๆ เช่น tensile properties, tear strength, degree of swelling ขึ้นรูปทำโดยวิธีหล่อแบบ (เทลงในแม่พิมพ์เทฟลอนหรือกระจก) ควบคุมความหนาของแผ่นฟิล์มด้วยการควบคุมน้ำหนักสาร
5. เตรียมพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิต โดยการเติมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 1-8 wt%
6. ทดสอบสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิต เช่น tensile properties, tear strength, degree of swelling
7. วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะต่างๆของพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิต เช่น glass transition temperature, degradation temperature, viscoelastic characteristic เป็นต้น ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ เช่น differential scanning calorimetry, thermogravimetric analysis, dynamic mechanical thermal analysis
8. วิเคราะห์โครงสร้างของดินเหนียวแปรสภาพในพอลิเมอร์ด้วยเทคนิค x-ray diffractometry และ transmission electron microscopy

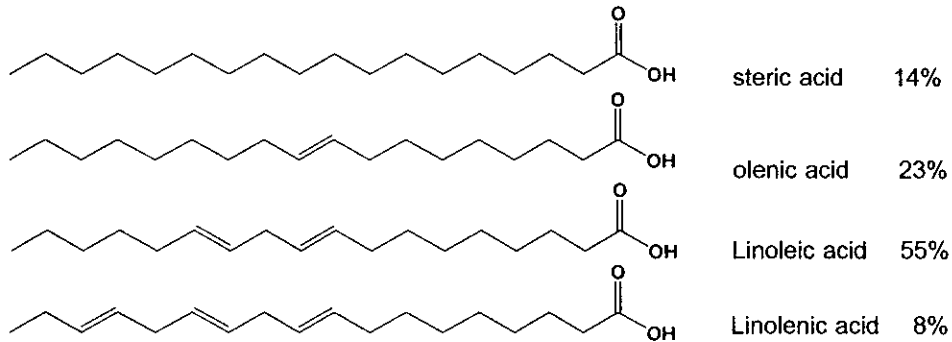
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สร้างองค์ความรู้เรื่องการสังเคราะห์และสมบัติของน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ และน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิต
2. เพิ่มมูลค่าให้กับผลิตภัณฑ์ทางการเกษตร
3. พัฒนาบุคลากรทั้งในระดับนักศึกษาปริญญาตรีและโท รวมทั้งนักวิจัย

บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องและการตรวจสอบเอกสาร

2.1 น้ำมันถั่วเหลือง

น้ำมันถั่วเหลืองเป็นสารประกอบไตรกลีเซอไรด์ (triglyceride) เป็นวัตถุดิบที่สามารถปลูกทดแทนได้ในภาคเกษตรกรรม มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย 871 g/mol และมีจำนวนพันธะคู่เฉลี่ย 4.6 ตำแหน่งต่อไตรกลีเซอไรด์ 1 โมเลกุล (Lu *et al.*, 2005) ซึ่งโมเลกุลไตรกลีเซอไรด์ของน้ำมันถั่วเหลืองประกอบด้วยกรดสเตียริก 14% กรดโอเลอิก 23% กรดลินอเลอิก 55% และกรดลินอเลอิก 8% ดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 องค์ประกอบของน้ำมันถั่วเหลือง (Parreira, 2002)

จะเห็นได้ว่าน้ำมันถั่วเหลืองมีปริมาณของกรดไขมันชนิดกรดลินอเลอิก (linoleic acid) สูง (ประมาณ 55%) จึงจัดเป็นน้ำมันลินอเลอิก และอยู่ในกลุ่มน้ำมันแห้งช้า (semi-drying oil) จะดูดออกซิเจนจากอากาศได้น้อย และเกิดเป็นฟิล์มที่แห้งช้ากว่ากลุ่มน้ำมันลินอเลอิกซึ่งเป็นน้ำมันแห้งเร็ว (drying oil) ตามปริมาณความไม่อิ่มตัวของกรดไขมัน กลุ่มของน้ำมันพืชที่จัดอยู่ในกลุ่มเดียวกับน้ำมันถั่วเหลืองได้แก่ น้ำมันทานตะวัน น้ำมันคำฝอย น้ำมันละหุ่ง เป็นต้น ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ค่าไอโอดีนและปริมาณกรดไขมันชนิดต่างๆ ของน้ำมันพืชน้ำมันลินอเลอิก (อรอุสา, 2537)

น้ำมัน	ค่าไอโอดีน	ปริมาณกรดไขมัน (wt%)			
		กรดอิ่มตัว	กรดโอเลอิก	กรดลินอเลอิก	กรดลินอเลอิก
น้ำมันถั่วเหลือง	133	19	22	50	9
น้ำมันคำฝอย	136	7	26	67	-
น้ำมันทานตะวัน	136	10	22	68	-
น้ำมันฝิ่น	133	9	28	63	-
น้ำมันเมล็ดยาสูบ	142	5	27	66	2
น้ำมันเมล็ดยางพารา	138	21	20	38	21

น้ำมันถั่วเหลืองถูกนำมาใช้งานหลักในด้านอุตสาหกรรมอาหาร เช่น สลัด น้ำมันปรุงอาหารและมาการีน และน้อยกว่า 3% ที่ถูกนำมาใช้งานด้านอื่นๆ ซึ่งน้ำมันถั่วเหลืองเป็นหนึ่งในน้ำมันพืชที่มีสมบัติด้านลดแรงเสียดทานที่ดี เช่น มีความสามารถหล่อลื่นที่ดี มีการระเหยต่ำ มีความหนืดสูง สามารถละลายในสารหล่อลื่นอื่นๆ ได้ และเข้ากันได้กับของเหลวอื่นๆ อย่างไรก็ตาม การที่มีพันธะคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวสูง เป็นสาเหตุให้สมบัติทางความร้อนต่ำ ไม่เสถียรต่อ

ปฏิกิริยาออกซิเดชัน และมีข้อจำกัดในการใช้งานด้านสารหล่อลื่นที่อุณหภูมิสูง แต่น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์สามารถใช้งานที่อุณหภูมิสูงได้ (Adhvaryu and Erhan, 2002)

น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ (epoxidized soybean oil, ESO) ได้จากการตัดแปรน้ำมันถั่วเหลืองทางการค้า โดยผ่านปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชันสามารถเพิ่มความว่องไวต่อปฏิกิริยามากขึ้นเพื่อใช้ในทางอุตสาหกรรม ซึ่งในการเกิดปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชันพบว่ากรดลิโนลินิกที่มีพันธะคู่ 3 ตำแหน่ง (ตำแหน่ง 9, 12 และ 15) มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่ากรดลิโนลินิกที่มีพันธะคู่ 2 ตำแหน่ง ตารางที่ 2.2 แสดงสัดส่วนองค์ประกอบของกรดไขมันชนิดต่างๆ ในน้ำมันพืช พบว่าน้ำมันลินสีดมีจำนวนพันธะคู่ต่อไตรกลีเซอไรด์ 1 โมเลกุลมากที่สุด คือ 6.6 ตำแหน่ง มีปริมาณกรดลิโนลินิกสูงที่สุด คือ 56.6% ซึ่งว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชันมากที่สุด ส่วนน้ำมันถั่วเหลืองมีจำนวนพันธะคู่ต่อไตรกลีเซอไรด์ 1 โมเลกุลรองลงมา คือ 4.6 ตำแหน่ง มีปริมาณกรดลิโนลินิก 53.2% แต่มีปริมาณกรดลิโนลินิก 7.8% ทำให้ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชันต่ำกว่าน้ำมันลินสีดเล็กน้อย สำหรับสูตรทางเคมีและน้ำหนักโมเลกุลของกรดไขมันชนิดต่างๆ ในน้ำมันถั่วเหลืองแสดงในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.2 สัดส่วนองค์ประกอบของกรดไขมันชนิดต่างๆ ในน้ำมันพืชแต่ละชนิด (Knot et al., 2001)

Fatty Acid	#C: #DB	Canola	Corn	Cottonseed	Linseed	Olive	Palm	Rapeseed	Soybean	High Oleic ^a
Myristic	14:0	0.1	0.1	0.7	0.0	0.0	1.0	0.1	0.1	0.0
Myristoleic	14:1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Palmitic	16:0	4.1	10.9	21.6	5.5	13.7	44.4	3.0	11.0	6.4
Palmitoleic	16:1	0.3	0.2	0.6	0.0	1.2	0.2	0.2	0.1	0.1
Margaric	17:0	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0
Margaroleic	17:1	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Stearic	18:0	1.8	2.0	2.6	3.5	2.5	4.1	1.0	4.0	3.1
Oleic	18:1	60.9	25.4	18.6	19.1	71.1	39.3	13.2	23.4	82.6
Linoleic	18:2	21.0	59.6	54.4	15.3	10.0	10.0	13.2	53.2	2.3
Linolenic	18:3	8.8	1.2	0.7	56.6	0.6	0.4	9.0	7.8	3.7
Arachidic	20:0	0.7	0.4	0.3	0.0	0.9	0.3	0.5	0.3	0.2
Gadoleic	20:1	1.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	9.0	0.0	0.4
Eicosadienoic	20:2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.7	0.0	0.0
Behenic	22:0	0.3	0.1	0.2	0.0	0.0	0.1	0.5	0.1	0.3
Erucic	22:1	0.7	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	49.2	0.0	0.1
Lignoceric	24:0	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	1.2	0.0	0.0
Average										
#DB/triglyceride		3.9	4.5	3.9	6.6	2.8	1.8	3.8	4.6	3.0

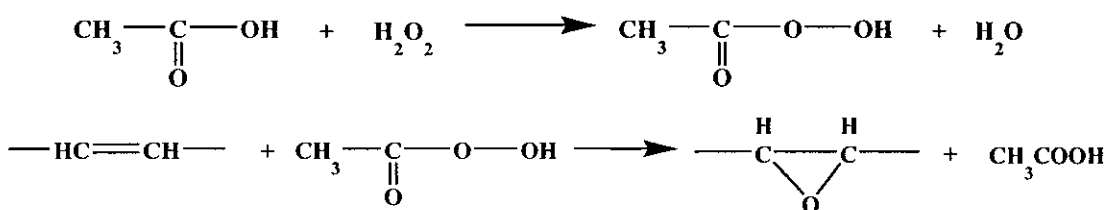
ตารางที่ 2.3 ชนิดและสูตรโครงสร้างทางเคมีของกรดไขมันที่พบในน้ำมันถั่วเหลือง

(<http://www.promma.ac.th/chemistry/Biomolecule/Biomolecule041.htm>, 2550)

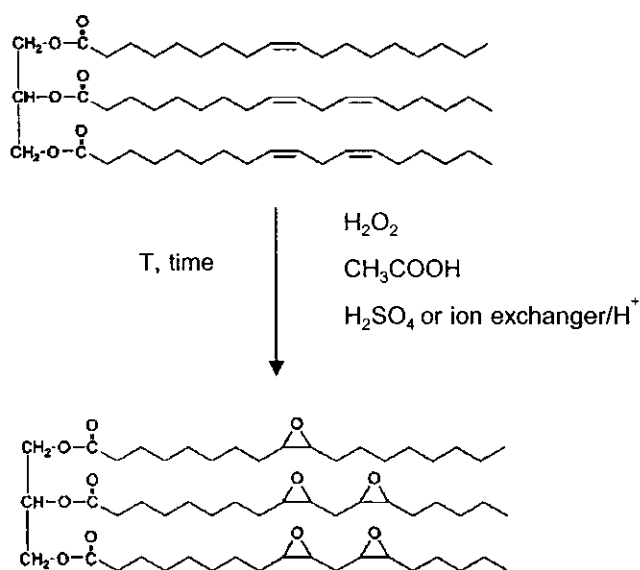
ชนิด	ลักษณะโครงสร้าง	สูตรโมเลกุล	น้ำหนักโมเลกุล (g/mol)
Myristic acid	C14:0	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	228
Palmitoleic acid	C16:1	C ₁₆ H ₃₀ O ₂	254
Palmitic acid	C16:0	C ₁₆ H ₃₀ O ₂	256
Stearic acid	C18:0	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	284
Oleic acid	C18:1	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	282
Linoleic acid	C18:2	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	280
Linolenic acid	C18:3	C ₁₈ H ₃₀ O ₂	278
Arachidic acid	C20:0	C ₂₀ H ₄₀ O ₂	312.5

2.2 น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์

การเกิดปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชันของน้ำมันถั่วเหลืองและกรดไขมันทั่วไป นิยมใช้กรดเปอร์ออกซีติกเนื่องจากเป็นกรดที่ค่อนข้างเสถียร ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างกรดแอซิดิกกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ซึ่งกรดเปอร์ออกซีติกจะเข้าทำปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชันบนตำแหน่งพันธะคู่ของน้ำมันถั่วเหลือง มีกลไกดังรูปที่ 2.2 ภาพรวมของการเกิดปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชันของน้ำมันถั่วเหลืองแสดงในรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.2 กลไกปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชันบนพันธะคู่ของน้ำมันถั่วเหลือง (อรอุสา, 2537)



รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชันของน้ำมันถั่วเหลือง (Rüschgen and Warwel, 1999)

ปฏิกิริยาการเกิดหมู่อีพอกซีมักเกิดใน 2 เฟส คือ เฟสน้ำและเฟสน้ำมัน ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะทำปฏิกิริยากับกรดไขมัน ได้เป็นเปอร์ออกไซด์ที่ละลายได้ในน้ำมัน และซึมผ่านไปทำปฏิกิริยากับพันธะคู่ของน้ำมัน เกิดเป็นหมู่อีพอกซีและกรดคาร์บอกซิลิก กรดคาร์บอกซิลิกจะกลับไปสู่เฟสน้ำอีก ด้วยวิธีการนี้สามารถเตรียมน้ำมันอีพอกซีไดซ์จากน้ำมันที่ไม่อิ่มตัวได้ ปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันทำได้ 2 แบบ โดยแบบที่ 1 ต้องทำการเตรียมเปอร์ออกไซด์ก่อน โดยการทำให้ปฏิกิริยาระหว่างกรดแอซิดิกหรือกรดฟอร์มิคกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ แล้วจึงทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันระหว่างเปอร์ออกไซด์ที่ได้กับน้ำมันถั่วเหลือง รวมเป็น 2 ขั้นตอน ส่วนแบบที่ 2 มีขั้นตอนเดียว คือ การสังเคราะห์เปอร์ออกไซด์ภายในน้ำมันถั่วเหลือง โดยการเติมกรดแอซิดิกหรือกรดฟอร์มิคกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงในน้ำมันถั่วเหลือง และเกิดปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันกับน้ำมันถั่วเหลืองทันที เรียกว่าการเตรียมแบบนี้ว่า "in situ epoxidation" ปัจจุบันนิยมใช้แบบที่สอง เนื่องจากใช้ขั้นตอนเดียว จึงสะดวกรวดเร็ว

น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซีไดซ์ถูกนำมาใช้ประโยชน์หลายด้าน เช่น เป็นสารช่วยเพิ่มความเสถียร (stabilizer) ใช้เป็นพลาสติกไวนิลคลอไรด์ (poly(vinyl chloride)) เป็นสารเพิ่มความเหนียวให้กับอีพอกซีเรซิน ทำเป็นสารหล่อลื่นและสารเคลือบผิว

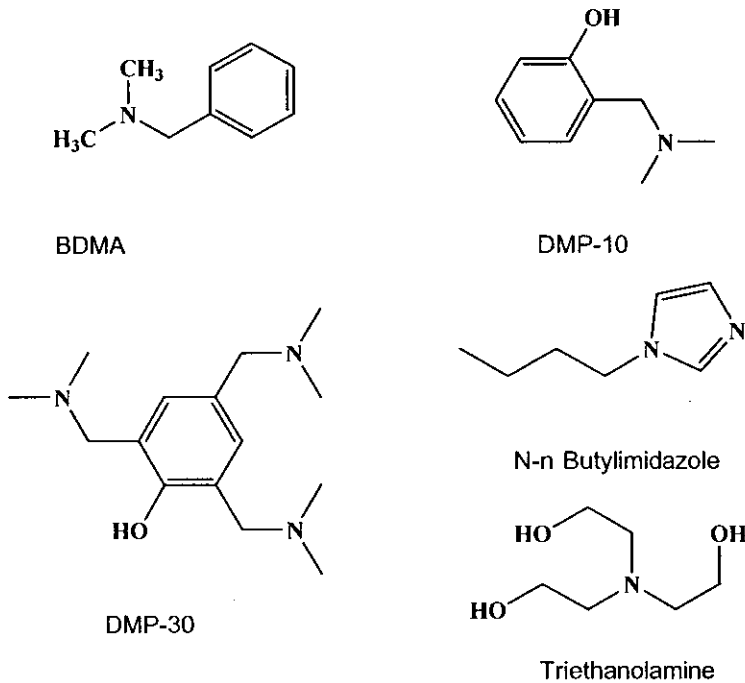
2.3 สารเชื่อมขวางของอิพ็อกซี (Potter, 1970; Saunders, 1973)

สารเชื่อมขวางของอิพ็อกซีเรซินโดยทั่วไปจะแบ่งเป็น 3 กลุ่ม ได้แก่กลุ่มเอมีน (amine) กลุ่มลิวอิส (Lewis acid) และกลุ่มกรดแอนไฮไดรด์ (acid anhydride) มีรายละเอียดดังนี้

2.3.1 สารเชื่อมขวางกลุ่มเอมีน

2.3.1.1 เอมีนตติยภูมิ (tertiary amine)

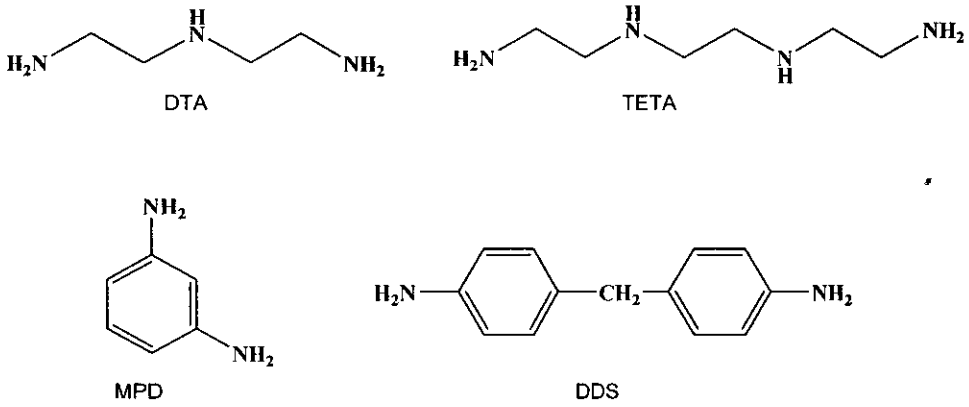
โดยทั่วไปจะเหมาะกับงานยึดเกาะและงานเคลือบ ตัวอย่างของสารเชื่อมขวางกลุ่มนี้ เช่น เบนซิลไดเมทิลเอมีน (benzyl dimethylamine, BDMA) ไดเมทิลอะมีโนเมทิลฟีนอล (dimethylaminomethyl phenol, DMP-10) 2, 4, 6 ไตรเมทิลอะมีโนเมทิลฟีนอล (2, 4, 6-trimethylaminomethyl phenol, DMP-30) ไตรเอทานอลเอมีน (triethanolamine) และบีวทิลอิมิดาโซน (N-n-butylimidazole) ตัวอย่างสูตรโครงสร้างทางเคมีของเอมีนตติยภูมิแสดงดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 สูตรโครงสร้างทางเคมีของเอมีนตติยภูมิ (Ellis, 1993)

2.3.1.2 พอลิฟังก์ชันนอลเอมีน (polyfunctional amine)

สารเชื่อมขวางกลุ่มนี้เป็นทั้งอะลิฟาติกเอมีนและอะโรมาติกเอมีน โดยมีไฮโดรเจนที่ว่องไวต่อการทำปฏิกิริยาอย่างน้อย 3 อะตอม ซึ่งจะอยู่ในรูปของเอมีนปฐมภูมิ (primary amine) และ/หรือเอมีนทุติยภูมิ (secondary amine) โดยทั่วไปอะลิฟาติกเอมีนจะเกิดปฏิกิริยาเชื่อมขวางได้เร็ว และเกิดได้ที่อุณหภูมิห้อง ในขณะที่อะโรมาติกเอมีนมีความว่องไวค่อนข้างต่ำ ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้ทันอุณหภูมิได้สูง พอลิฟังก์ชันนอลเอมีนนี้นิยมนำมาใช้ในการทำกาว ผลิตภัณฑ์ที่ขึ้นรูปด้วยการหล่อแบบ และแผ่นลามิเนต ตัวอย่างของสารเชื่อมขวางประเภทนี้ได้แก่ ไดเอทิลีนไตรเอมีน (diethylene triamine, DTA) ไตรเอทิลีนเตตระเอมีน (triethylenetetraamine, TETA) ฟีนิลซีนไดเอมีน (m-phenylene diamine, MPA) และไดอะมีโนไดฟีนิลมีเทน (diaminodiphenyl methane, DDM) ซึ่งมีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังแสดงในรูปที่ 2.5



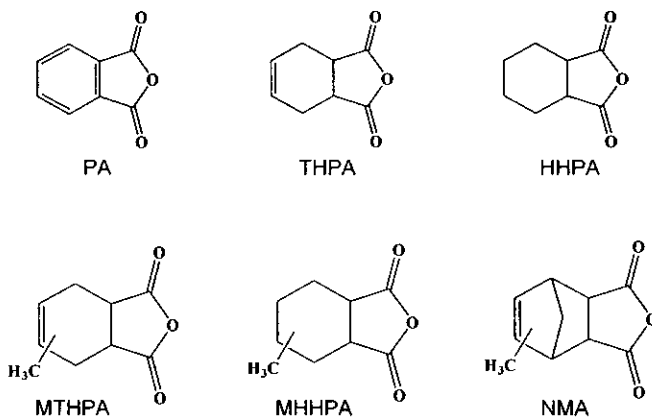
รูปที่ 2.5 สูตรโครงสร้างทางเคมีของพอลิฟังก์ชันนอลเอมีน (Ellis, 1993)

2.3.2 สารเชื่อมขวางกลุ่มกรดลิวอิส

กรดลิวอิส (Lewis acid) ที่ใช้เป็นสารเชื่อมขวาง เช่น โบรอนไตรฟลูออไรด์โมโนเอทิลีนเอมีน (boron trifluoride monoethyleneamine, BF_3MEA) เป็นสารเชิงซ้อนที่เสถียรที่อุณหภูมิห้อง และไม่ทำปฏิกิริยากับสารอื่น เป็นสารเชื่อมขวางที่เหมาะสมสำหรับผลิตภัณฑ์ที่ทำแผ่นลามิเนตมากกว่างานหล่อ

2.3.3 สารเชื่อมขวางกลุ่มกรดแอนไฮไดรด์

กรดแอนไฮไดรด์ (acid anhydride) ที่นิยมนำมาใช้เป็นสารเชื่อมขวางของอี-พ็อกซีเรซิน อาจอยู่ในรูปโมโนแอนไฮไดรด์ (monoanhydride) หรือไดแอนไฮไดรด์ (dianhydride) ตัวอย่างของแอนไฮไดรด์ที่ใช้กัน เช่น มาลีอิกแอนไฮไดรด์ (maleic anhydride, MA) ไดเดคซิลนิลซัคซินิกแอนไฮไดรด์ (dodeceny succinic anhydride, DDSA) เฮกซะไฮโดรฟทาลิกแอนไฮไดรด์ (hexahydrophthalic anhydride, HPA) ฟทาลิกแอนไฮไดรด์ (phthalic anhydride, PA) ไพโรเมลลิตไดแอนไฮไดรด์ (pyromellitic dianhydride, PMDA) นาดีคเมทิลแอนไฮไดรด์ (nadicmethyl anhydride, NMA) คลอเรนดิกแอนไฮไดรด์ (chlorendic anhydride, CA) เมทิลเตตระไฮโดรฟทาลิกแอนไฮไดรด์ (methyltetrahydrophthalic anhydride, MTHPA) และเมทิลเฮกซะไฮโดรฟทาลิกแอนไฮไดรด์ (methylhexahydrophthalic anhydride, MHHPA) แสดงตัวอย่างสูตรโครงสร้างทางเคมีของสารเชื่อมขวางในกลุ่มกรดแอนไฮไดรด์ดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 สูตรโครงสร้างทางเคมีของกรดแอนไฮไดรด์ (Ellis, 1993)

ปฏิกิริยาระหว่างอีพ็อกซีเรซินและแอนไฮไดรด์จะเกิดค่อนข้างช้า และเกิดที่อุณหภูมิสูงเช่น ระบบ DGEBA/MTHPA ปฏิกิริยาจะเกิดที่อุณหภูมิประมาณ 300°C ซึ่งอาจจะทำให้พ็อกซีเกิดการเสื่อมสภาพได้ง่าย แต่ถ้ามี

การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเอมีนตติยภูมิ (tertiary amine) เช่น BDMA พบว่าเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 75°C (Knot *et al.*, 2001; อรุสา, 2537) เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาจะทำหน้าที่เปิดวงแหวนของแอนไฮไดรด์ เกิดเป็นคาร์บอกซิเลทไอออน (carboxylate ion) แล้วทำปฏิกิริยาต่อกับอีพอกซี เกิดเป็นอัลคอกไซด์เอสเทอร์ (alkoxide ester) และทำปฏิกิริยาต่อกับแอนไฮไดรด์ เกิดเป็นพันธะพอลิเอสเทอร์ ปฏิกิริยาจะเกิดเช่นนี้เรื่อย ๆ เกิดเป็นโครงสร้างร่างแห (Adhvaryu *et al.*, 2002)

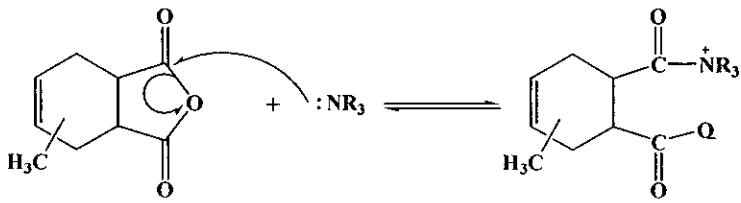
เมื่อเปรียบเทียบสารเชื่อมขวางประเภทแอนไฮไดรด์กับพอลิฟังก์ชันนอลเอมีน พบว่าแอนไฮไดรด์มีความไวต่อการทำปฏิกิริยาช้า ดังนั้นเมื่อนำมาเป็นสารเชื่อมขวางของอีพอกซีเรซิน จะเกิดความร้อนเนื่องจากการทำปฏิกิริยาช้า การใช้แอนไฮไดรด์เป็นสารเชื่อมขวางจะทำให้อีพอกซีเรซินเสถียรต่อความร้อน มีความเป็นฉนวนไฟฟ้าสูง และทนต่อสารเคมี (ยกเว้นสารอัลคาลด์ซึ่งจะไฮโดรไลซ์หมู่อีเทอร์) พหาลิกแอนไฮไดรด์ (PA) เป็นสารเชื่อมขวางที่มีราคาถูกที่สุดแต่มีข้อเสียคือ ผสมกับเรซินได้ยาก ดังนั้นจึงต้องใช้ความร้อนประมาณ 120°C ในการผสม ซึ่งอาจจะทำให้อายุของส่วนผสมสั้นหรือถูกจำกัด

แอนไฮไดรด์ที่เป็นของเหลว เช่น โดเดคซิลซัคซินิกแอนไฮไดรด์ (DDSA) และ นาตริกเมทิลแอนไฮไดรด์ (NMA) หรือแอนไฮไดรด์ที่มีจุดหลอมเหลวต่ำจะผสมกับอีพอกซีได้ง่าย ในกรณีที่ใช้มาลิกแอนไฮไดรด์ (MA) เป็นสารเชื่อมขวางเพียงอย่างเดียว ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีความเปราะ จึงมักผสมกับแอนไฮไดรด์ชนิดอื่นๆ ส่วนโดเดคซิลซัคซินิกแอนไฮไดรด์จะทำให้ผลิตภัณฑ์ที่มีความยืดหยุ่น ในขณะที่คลอเรนดิกแอนไฮไดรด์ (HET) จะทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้ทนต่อการติดไฟได้ดี และไพโรเมลลิติกไดแอนไฮไดรด์ (PMDA) ซึ่งมีหมู่ฟังก์ชันมากทำให้ความหนาแน่นของการเชื่อมขวางสูงขึ้น

ส่วนผสมของอีพอกซีและแอนไฮไดรด์มีความหนืดต่ำ และสามารถเก็บไว้ได้นาน มีสารระเหยในระหว่างกระบวนการอบตัว ทำให้มีการหดตัวและอัตราการคายความร้อนต่ำ ข้อจำกัดของการใช้แอนไฮไดรด์คือ ต้องใช้เวลานานและอุณหภูมิในการอบสูง ถึงแม้ว่าจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ในระบบการอบอีพอกซีและแอนไฮไดรด์ที่ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราเร็วในการเกิดพันธะเอสเทอร์ใกล้เคียงกัน ในระบบที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นด่าง ส่วนใหญ่จะเกิดการเชื่อมขวางด้วยพันธะเอสเทอร์ ส่วนในระบบที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นกรด ส่วนใหญ่จะเกิดการเชื่อมขวางด้วยพันธะอีเทอร์ แต่ในกรณีระบบที่ไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา จะมีกรดอิสระอยู่เล็กน้อยทำหน้าที่เป็นตัวช่วยให้เกิดการเชื่อมขวางเป็นพันธะอีเทอร์ ทำให้สายโซ่มีความยืดหยุ่น ทำให้อุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (glass transition temperature, T_g) ที่ได้มีค่าต่ำกว่าระบบที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา

2.4 ปฏิกิริยาการเชื่อมขวางโมเลกุลอีพอกซีของกรดแอนไฮไดรด์ (Ellis, 1993)

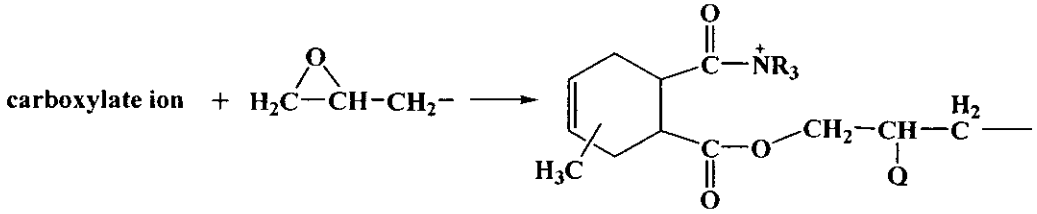
กลไกการเชื่อมขวางโมเลกุลของหมู่อีพอกซีโดยใช้สารเชื่อมขวางในกลุ่มกรดแอนไฮไดรด์ค่อนข้างซับซ้อนมากกว่ากลุ่มเอมีน เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาการแข่งขันขณะเกิดการเชื่อมขวางเมื่อมีการเติมตัวกระตุ้นเพื่อเพิ่มอัตราการเชื่อมขวาง ตัวกระตุ้นที่เหมาะสมกับกรดแอนไฮไดรด์ที่ถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางคือ ลิวิสเบส เช่น เอมีนตติยภูมิ และอิมิดาโซน ตัวกระตุ้นเหล่านี้จะทำหน้าที่ในการเปิดวงแหวนของกรดแอนไฮไดรด์ให้อยู่ในรูปเกลือไอออนเพื่อให้เป็นตัวริเริ่มในปฏิกิริยาการเชื่อมขวาง ดังแสดงในรูปที่ 2.7 โดยไอออนคาร์บอกซิเลท (carboxylate ion) จะเข้าทำปฏิกิริยากับวงแหวนอีพอกซีทำให้เกิดอัลคอกไซด์เอสเทอร์ (alkoxide ester) หลังจากนั้นอัลคอกไซด์เอสเทอร์จะเกิดปฏิกิริยากับกรดแอนไฮไดรด์เพื่อให้อยู่ในรูปแอนไฮไดรด์คาร์บอกซิเลท ซึ่งสารประกอบนี้จะทำปฏิกิริยากับอีพอกซีต่อไป และจะเกิดปฏิกิริยาสลับกันไปเรื่อยๆ นำไปสู่การเชื่อมขวางในรูปพอลิเอสเทอร์ การเชื่อมขวางของโครงสร้างไตรกลีเซอไรด์ด้วยกรดแอนไฮไดรด์ โดยมีเอมีนตติยภูมิชนิด 1-เมทิลอิมิดาโซนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยานั้น สามารถแสดงดังรูปที่ 2.8



กรดแอนไฮไดรต์

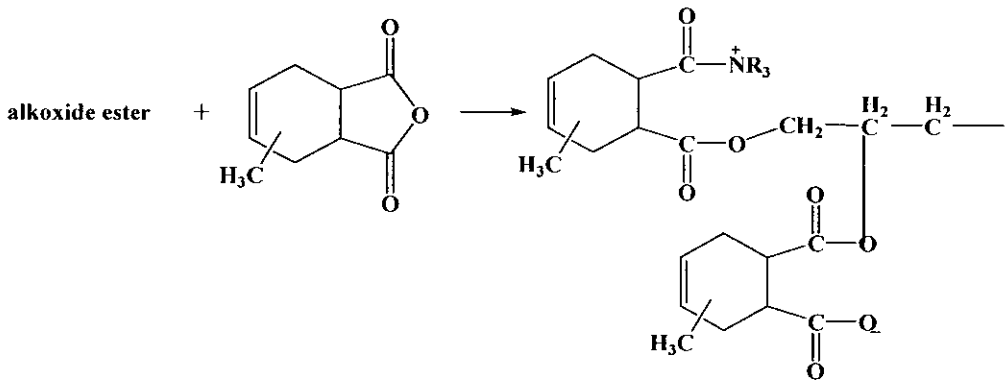
เอมีนตติยภูมิ
(ตัวเร่งปฏิกิริยา)

คาร์บอกซิเลทไอออน
(carboxylate ion)



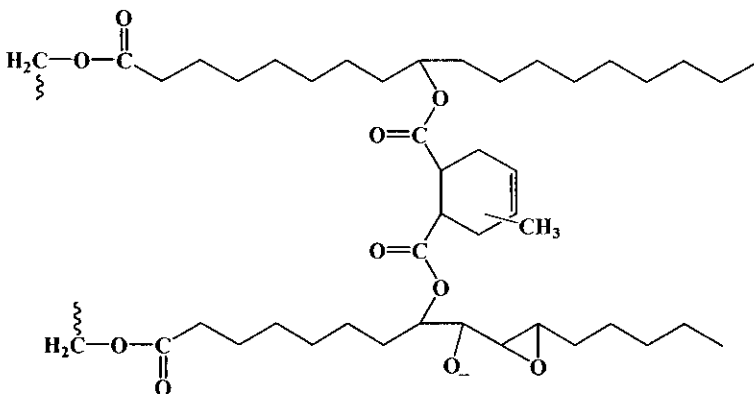
อีพอกซี

แอลคอกไซด์เอสเทอร์
(alkoxide ester)



โพลีเอสเทอร์ (polyester)

รูปที่ 2.7 กลไกการเชื่อมขวางโมเลกุลอีพอกซีด้วยกรดแอนไฮไดรต์โดยมีเอมีนตติยภูมิเป็นตัวกระตุ้น (Ellis, 1993)



รูปที่ 2.8 โครงสร้างทางเคมีของไตรกลีเซอไรด์ที่เชื่อมขวางด้วยสารกลุ่มแอนไฮไดรต์

2.5 พอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิต

พอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิต (polymer-clay nanocomposite) คือ พอลิเมอร์เชิงประกอบหรือพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีอนุภาคของดินเหนียวขนาดระดับนาโนเมตร (10^{-9} เมตร) หรือหนึ่งในพันล้านส่วนของเมตร ในปริมาณไม่มาก (ไม่เกิน 10 wt%) กระจายตัวอยู่ในเฟสของพอลิเมอร์ ดินเหนียวอาจมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน (tactoids) เล็กน้อยหรือไม่มีเลย ซึ่งโมเลกุลของพอลิเมอร์สามารถแทรกเข้าไปภายในระหว่างชั้นของอนุภาคดินเหนียวได้ ทำให้เกิดการเกี่ยวพันอย่างแข็งแรง และการกระจายของดินเหนียวที่มีอนุภาคในระดับนาโนเมตรนี้จะนำไปสู่การปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ได้ดีในด้านต่าง ๆ เช่น สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน ความต้านทานต่อสารเคมี การป้องกันการซึมผ่านของก๊าซ และสมบัติการหน่วงไฟ เป็นต้น และจะมีสมบัติดีขึ้นมากกว่า แม้ใช้ปริมาณดินเหนียวเพียงเล็กน้อย (ไม่เกิน 10 wt%) ก็ตาม เมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวเติมที่มีขนาดอนุภาคในระดับไมโครเมตรทั่ว ๆ ไป (Doppers et al., 2004)

2.5.1 ดินเหนียว (Ray and Okamoto, 2003; ไพบูลย์, 2546)

การเลือกใช้ดินเหนียวจะมีความสำคัญต่อการเตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิต เนื่องจากดินเหนียวจะมีอิทธิพลต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติเชิงฟิสิกส์ ดินเหนียวมีด้วยกันหลายชนิด สามารถจำแนกชนิดของดินเหนียวได้ตามโครงสร้าง สมบัติ และจำนวนชั้นของซิลิเกต ตัวอย่างดินเหนียวในธรรมชาติ เช่น เนโซซิลิเกต (nesosilicates) โซโรซิลิเกต (sorosilicates) ไซโคลซิลิเกต (cyclosilicates) ฟิลโลซิลิเกต (phyllosilicates) เป็นต้น แต่ดินเหนียวที่มีประสิทธิภาพและเหมาะสมสำหรับการปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์คือ ดินเหนียวชนิดฟิลโลซิลิเกต สามารถจำแนกได้เป็น 2 กลุ่มหลัก โดยแบ่งตามจำนวนชั้นของโครงสร้างที่มีการจัดเรียงตัวระหว่างแผ่นซิลิกาเตตระฮีดรอล และแผ่นอะลูมิเนียมออกเตตระฮีดรอล ได้แก่การจัดเรียงโครงสร้างแบบ 1:1 และแบบ 2:1 สามารถแบ่งชนิดของดินเหนียวในกลุ่มนี้ได้อีกหลายชนิดตามลักษณะการจัดเรียงตัวของโครงสร้างทางเคมี เช่น ดินเหนียวชนิดกาอลินไนท์ (kaolinite) มอนท์โมริลโลไนท์ (montmorillonite) อิลไลท์ (illite) เป็นต้น ลักษณะสำคัญของแร่ฟิลโลซิลิเกตได้แสดงในตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 ลักษณะสำคัญบางประการของแร่ฟิลโลซิลิเกต (ไพบูลย์, 2546)

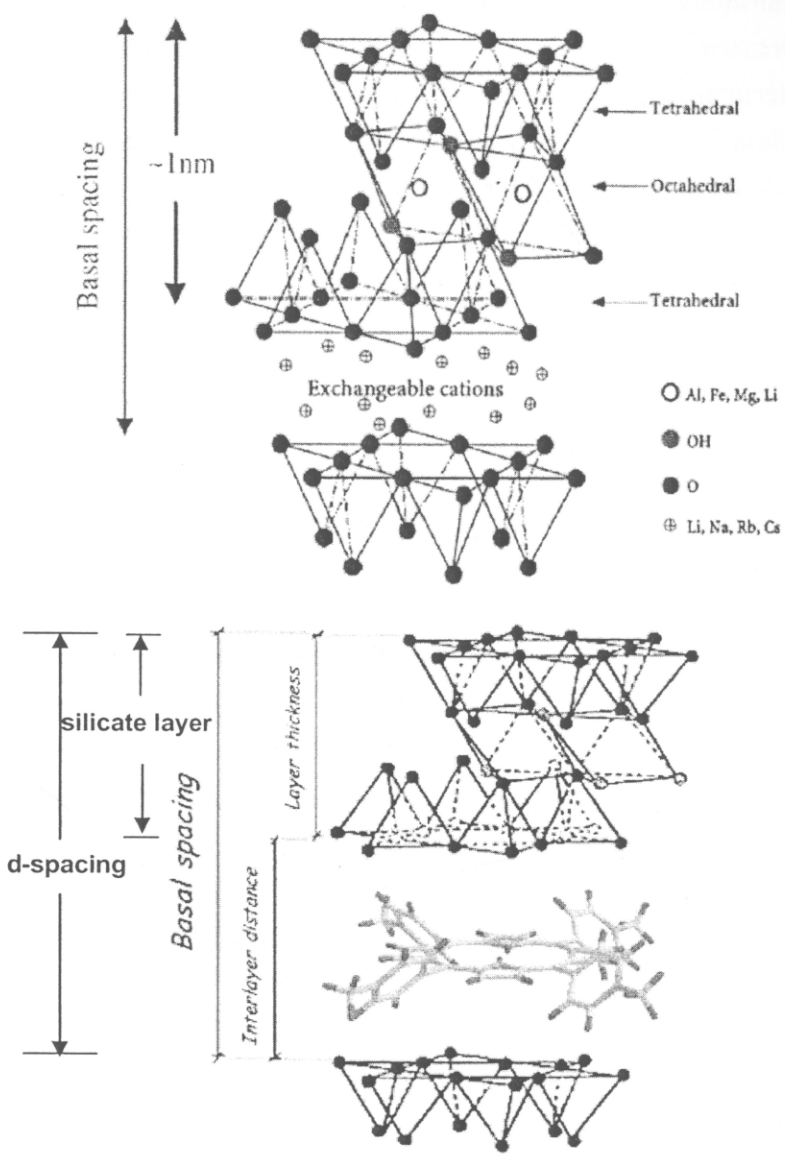
ประเภทแร่	แร่สำคัญ	ประจุสุทธิต่อหน่วยเซลล์	การยึดหด ขยายตัว	พื้นที่ผิว	CEC
				($m^2 g^{-1}$)	($cmol kg^{-1}$)
1:1	กาอลินไนท์	0	ต่ำมาก	10-20	1-10
2:1	ไมกา	-2.0	ต่ำ	70-120	5-20
	อิลไลท์	-1.0	ปานกลาง	100-200	20-40
	เวอร์มิคิลไลท์	-1.1	สูงปานกลาง	600-800	120-150
	มอนท์โมริลโลไนท์	-0.8	สูงมาก	700-800	80-120

(หมายเหตุ * CEC = cation exchange capacity)

2.5.1.1 ดินเหนียวมอนท์โมริลโลไนท์

ดินเหนียวชนิดมอนท์โมริลโลไนท์ (montmorillonite, MMT) จัดอยู่ในกลุ่มดินเหนียวฟิลโลซิลิเกต ประกอบด้วยโครงสร้างการจัดเรียงตัวระหว่างแผ่นซิลิกาเตตระฮีดรอล และแผ่นอะลูมิเนียมออกเตตระฮีดรอลแบบ 2:1 คือ โครงสร้างภายในชั้นประกอบด้วยแผ่นอะลูมิเนียมออกเตตระฮีดรอลที่จัดตัวอยู่ตรงกลาง และถูกประกบแผ่นซิลิกาเตตระฮีดรอล 2 ชั้น ดังแสดงในรูปที่ 2.9 ช่องว่างระหว่างชั้นซิลิเกตเรียกว่าแกลเลอรี (gallery) หรืออินเตอร์เลเยอร์ (interlayer) โมเลกุลของพอลิเมอร์สามารถจะแทรกตัวเข้าไปภายในแกลเลอรีได้ ภายในช่องว่างแกลเลอรีจะมีแคทไอออนที่สามารถแลกเปลี่ยนประจุได้ (exchangeable cations) เช่น Li^+ Na^+ Rh^+ Ca^{2+} เป็นต้น ทำหน้าที่แลกเปลี่ยนไอออนกับพอลิเมอร์

หรือปลายหางของหมู่ลวดแรงดึงผิวที่เข้ามาแทรกตัวอยู่ในแกลเลอรี เกิดการเกี่ยวพันกันกับพอลิเมอร์เกิดเป็นแรงกระทำแบบภายนอก (inter-molecular interaction)



รูปที่ 2.9 ลักษณะโครงสร้างแบบ 2:1 phyllosilicates ของมอนท์โมริลโลไนท์ (Ray and Okamoto, 2003)

จะเห็นได้ว่าการจัดเรียงตัวของอนุภาคดินเหนียวซึ่งระหว่างชั้นที่เรียกว่าแกลเลอรีหรืออินเตอร์เลเยอร์จะเกิดแรงแวนเดอร์วาลส์เกิดขึ้นระหว่างกัน และมีประจุลบระหว่างผิวหน้าของแกลเลอรี ส่วนอะตอมกลางของโครงสร้างอนุภาคจะเป็นประจุบวก เช่น Al^{3+} และ Mg^{2+} เป็นต้น และสามารถเกิดการแลกเปลี่ยนไอออนหรือเกิดการแทนที่ของไอออนได้ เช่น Al^{3+} ถูกแทนที่ด้วย Mg^{2+} หรือ Li^{+}

ดินเหนียวมอนท์โมริลโลไนท์ มีข้อดีที่แตกต่างจากดินเหนียวชนิดอื่นคือ ผลรวมของประจุลบทั้งในแผ่นเตตระฮีดรอลและออกตะฮีดรอล จะมีปริมาณต่ำสุดในบรรดาแร่ประเภท 2:1 ด้วยกัน พิจารณาได้จากตารางที่ 2.4 ทำให้แรงดูดยึดระหว่างประจุลบดังกล่าวกับแคทไอออนในระหว่างชั้นดินเหนียวหรืออินเตอร์เลเยอร์เป็นแรงที่อ่อนมาก จึงสามารถยืดหดขยายตัวได้อย่างอิสระเต็มที่ ระยะห่างระหว่างชั้น (d-spacing) เปลี่ยนแปลงได้มากตั้งแต่ประมาณ 0.96-1.8 nm หรืออาจกว้างกว่านี้หลายสิบเท่าตัวขึ้นอยู่กับชนิดของแคทไอออนและปริมาณความชื้นในดิน ค่าความสามารถที่จะแลกเปลี่ยนกับแคทไอออนจึงค่อนข้างสูง (cation exchange capacity, CEC) อีกทั้งยังมีพื้นผิวสัมผัสสูงกว่าดินเหนียวกลุ่มอื่นในช่วง 700-800 m^2/g (ไพบูลย์, 2546)

2.5.1.2 ดินเหนียวปรับสภาพ (Alexandre and Dubois, 2000)

ดินเหนียวปรับสภาพ (organoclay) หมายถึง ดินเหนียวที่มีการเติมโมเลกุลของสารอินทรีย์จำพวกสารลดแรงตึงผิวเข้าไปภายในระหว่างชั้นดินเหนียว เพื่อให้เกิดการแลกเปลี่ยนประจุระหว่างแคทไอออนที่อยู่ระหว่างชั้นดินเหนียวกับแคทไอออนของสารลดแรงตึงผิว แรงวันเตอร์วาล์วระหว่างชั้นดินเหนียวลดลง ส่งผลให้ระยะห่างระหว่างชั้นเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากสมบัติทางเคมีของดินเหนียวมอนท์โมริลโลไนท์ที่มีความเป็นขั้วสูงจึงไม่สามารถผสมเข้ากับพอลิเมอร์ทั่วไปซึ่งมีความเป็นขั้วน้อย รวมทั้งโครงสร้างทางเคมีของมอนท์โมริลโลไนท์มีลักษณะเป็นแผ่น วางซ้อนกันเป็นชั้นๆ โดยมีระยะห่างระหว่างชั้นที่สม่ำเสมอและมีค่าน้อยมาก ระดับ 1.1-1.5 nm ระหว่างชั้นยึดกันด้วยแรงวันเตอร์วาล์วอ่อนๆ ทำให้โมเลกุลของพอลิเมอร์แทรกเข้าไปภายในระหว่างชั้นดินเหนียวได้ยาก อนุภาคของดินเหนียวมอนท์โมริลโลไนท์จึงรวมตัวเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนไม่สามารถกระจายในพอลิเมอร์ได้ดี จึงต้องมีการปรับสภาพดินเหนียวเพื่อให้มีระยะห่างระหว่างชั้นกว้างขึ้น ดังที่กล่าวมาแล้วข้างต้น

2.5.2 การเตรียมและลักษณะพื้นฐานวิทยาของพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิต

(Alexandre and Dubois, 2000)

2.5.2.1 การเตรียมพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิตด้วยเทคนิคสารละลาย

การเตรียมพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิตด้วยเทคนิคสารละลาย (intercalation of polymer หรือ pre-polymer from solution) เทคนิคนี้จะมีตัวทำละลายเข้ามาเกี่ยวข้อง โดยตัวทำละลายที่เลือกใช้จะต้องมีความเหมาะสมกับพอลิเมอร์และดินเหนียว ตัวทำละลายต้องละลายพอลิเมอร์ได้สมบูรณ์ ตัวทำละลายจะทำให้ชั้นดินเหนียวเกิดการบวมตัว ทำให้โครงสร้างของชั้นดินเหนียวมีความอ่อนตัวและยืดหยุ่นได้ แรงดึงดูดระหว่างชั้นดินเหนียวจึงอ่อนลงทำให้โมเลกุลของพอลิเมอร์สามารถแทรกเข้าไปภายในระหว่างชั้นของดินเหนียวได้

2.5.2.2 การเตรียมพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิตด้วยเทคนิคพอลิเมอร์ไรซ์มอนอเมอร์

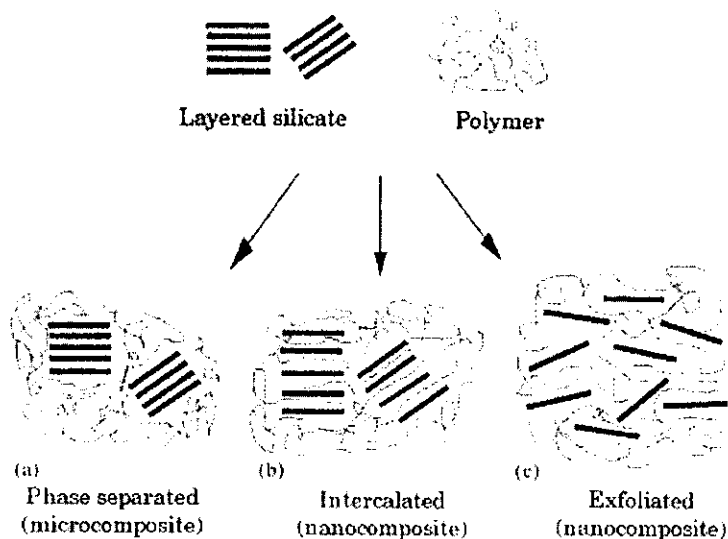
การเตรียมพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิตด้วยเทคนิคพอลิเมอร์ไรซ์มอนอเมอร์ (in situ intercalative polymerization) ประกอบด้วยสามองค์ประกอบคือ มอนอเมอร์ ดินเหนียวและตัวทำละลาย โดยตัวทำละลายจะทำให้ชั้นดินเหนียวเกิดการบวมตัวและมอนอเมอร์เกิดการพอลิเมอร์ไรซ์ขึ้นเป็นพอลิเมอร์ภายในระหว่างชั้นดินเหนียว การทำพอลิเมอร์ไรซ์ขึ้นสามารถใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยาได้หลายแบบ เช่น ความร้อน รังสี หรือตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการสังเคราะห์

2.5.2.3 การเตรียมพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิตด้วยเทคนิคหลอมโดยใช้ความร้อน

เทคนิคหลอมโดยใช้ความร้อน (melt intercalation) เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นภายใต้การให้ความร้อนและแรงเฉือน (ให้ความร้อนทำให้เกิดการหลอมเหลวภายใต้แรงเฉือน) โดยไม่มีสารละลายเข้ามาเกี่ยวข้อง แรงเฉือนทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงระหว่างชั้นของดินเหนียว ถ้ามีแรงเฉือนมากกระทำสูงๆ ชั้นของดินเหนียวสามารถแยกออกจากกันได้ เพราะโครงสร้างของดินเหนียวเชื่อมยึดติดระหว่างชั้นด้วยแรงวันเตอร์วาล์วอ่อนๆ ทำให้โมเลกุลของพอลิเมอร์สามารถเกิดการแทรกเข้าไปภายในระหว่างชั้นดินเหนียวได้ การใช้เทคนิคหลอมโดยใช้ความร้อนสามารถใช้กับพอลิเมอร์ที่ไม่สามารถเตรียมแบบสารละลายและแบบพอลิเมอร์ไรซ์มอนอเมอร์ได้ ปัจจุบันเทคนิคนี้เริ่มเป็นที่นิยมในเชิงอุตสาหกรรมมากขึ้น

2.5.3 โครงสร้างพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิต (Alexandre and Dubois, 2000; Doppers et al., 2004)

โครงสร้างของชั้นดินเหนียวขนาดเล็กมีความหนาประมาณ 1 nm เมื่อดินเหนียวแตกกระจายตัวเป็นแผ่นๆ ภายในเนื้อพอลิเมอร์ โครงสร้างของชั้นดินเหนียวจะเกิดขึ้นได้หลายแบบ ลักษณะโครงสร้างแบบต่างๆ แสดงในรูปที่ 2.10 สามารถแบ่งชนิดของโครงสร้าง พอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิตได้ 3 แบบ ตามลักษณะการจัดเรียงอนุภาคดินเหนียว คือ



รูปที่ 2.10 ชนิดของโครงสร้างพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิต (Doppers et al., 2004)

1) ไมโครคอมโพสิต (Microcomposite)

เป็นแบบพอลิเมอร์ไปหุ้มดินเหนียวเอาไว้ ไม่มีการเกิดอันตรกิริยาระหว่างกันเกิดขึ้น อนุภาคดินเหนียวไม่มีการขยายระยะห่างระหว่างชั้น เนื่องจากโมเลกุลของพอลิเมอร์ไม่สามารถแทรกสายโซ่พอลิเมอร์เข้าไปในระหว่างชั้นดินเหนียวได้ อนุภาคของดินเหนียวจะรวมตัวเกาะเป็นกลุ่มก้อนหลายๆ ชั้นภายในเนื้อพอลิเมอร์

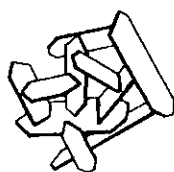
2) อินเตอร์คาเลชัน (Intercalation)

เมื่อพอลิเมอร์เข้าไปแทรกในชั้นของดินเหนียวทำให้โครงสร้างของดินเหนียวเกิดการขยายตัว แต่ยังคงรักษาระยะห่างระหว่างชั้นของดินเหนียว จะเป็นการเกิดอันตรกิริยาระหว่างพอลิเมอร์เมทริกซ์กับชั้นดินเหนียว โดยจะมีลักษณะเป็นผลึกเกิดขึ้นของชั้นดินเหนียว การเกิดแบบนี้ยังขึ้นอยู่กับสัดส่วนและปริมาณของดินเหนียวต่อพอลิเมอร์ด้วย

3) เอกโฟลิเอชัน (Exfoliation)

อันตรกิริยาระหว่างผิวหน้าเดิมระหว่างชั้นของดินเหนียวได้ถูกทำลาย ชั้นของดินเหนียวกลายเป็นแผ่นชั้นเดี่ยวๆ กระจายทั่วพอลิเมอร์แบบสุ่ม การกระจายตัวแบบนี้ขึ้นอยู่กับปริมาณของดินเหนียวที่ใส่เข้าไป โดยพบว่า การกระจายตัวแบบอินเตอร์คาเลชันจะมีปริมาณของดินเหนียวในปริมาณที่น้อยกว่าแบบเอกโฟลิเอชัน สามารถศึกษาการกระจายตัวของเลเยอร์ซิลิเกตได้จากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (transmission electron microscopy, TEM) และเครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD)

นอกจากนี้ดินเหนียวปรับสภาพที่กระจายตัวได้ดีในพอลิเมอร์หลังจากรับการสั่นสะเทือนด้วยคลื่นเสียงจะทำให้ชั้นซิลิเกตแต่ละชั้นเกิดอันตรกิริยาระหว่างกันขณะที่มีการไหลผ่านกันจึงทำให้มีการฟอร์มตัวของโครงสร้างแบบ "edge-to-edge" หรือ "edge-to-face" ดังรูปที่ 2.11 เป็นเหตุให้ความหนืดสูงขึ้น (Ray and Okamoto, 2003)



รูปที่ 2.11 โครงสร้างแบบ "edge-to-edge" หรือ "edge-to-face" ของโครงสร้างดินเหนียวปรับสภาพที่กระจายในพอลิเมอร์ (www.dur.ac.uk, 2008)

2.6 การตรวจสอบเอกสาร

2.6.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์น้ำมันพืชอีพอกไซด์

Campanella และคณะ (2008) ได้ศึกษาปฏิกิริยาของกรดไขมันเมทิลเอสเทอร์ของน้ำมันถั่วเหลืองกับกรดเปอร์ฟอร์มิกด้วยปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน ใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้น (60 wt% ขึ้นไป) เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์อีพอกไซด์ที่มีประสิทธิภาพสูง ในการศึกษาจะคำนึงถึงปริมาณของการผสม อุณหภูมิ ความเข้มข้นและสัดส่วนของตัวทำปฏิกิริยาและสารเจือจางในที่นี้คือเบนซีน โดยใช้สัดส่วนโดยโมลของพันธะคู่ : กรดฟอร์มิก : ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 1 : 0.3-0.5 : 1.1, 2, 5 และพบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันได้ดีคือ 40°C นอกจากนี้ การศึกษายังครอบคลุมปฏิกิริยาการเปิดวงแหวนของหมู่อีพอกไซด์ ซึ่งจะเกิดขึ้นเมื่อมีการใช้กรดฟอร์มิกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่มากเกินไปอีกด้วย

Espinoza และคณะ (2007) ได้ศึกษาการผลิตเรซินจากน้ำมันคาโนลาที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกรดเปอร์แอซิดซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันระหว่างกรดแอซิดิกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่อุณหภูมิ 50°C ทำการศึกษาที่หลายสภาวะโดยควบคุมความเร็วของการกวนและอุณหภูมิในการสังเคราะห์ ณ เวลาตั้งแต่ 1-9 h พบว่าคอนเวอร์ชันที่มากที่สุดจากการสังเคราะห์เท่ากับ 92% เมื่อทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 5 h

Campanella และ Baltanas (2005) ได้ทำการศึกษาการเปิดวงแหวนอีพอกไซด์ของ ESO โดยใช้กรดแอซิดิกและกรดเปอร์แอซิดิก ใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นระบบที่มี 2 เฟสคือเฟสน้ำและเฟสของสารละลายอินทรีย์ ในขั้นตอนการสังเคราะห์ ESO เหมือนกับวิธีข้างต้น พบว่าปฏิกิริยาการเปิดวงในตัวทำละลายกรดแอซิดิกเป็นปฏิกิริยาอันดับ 1 เมื่อเทียบกับความเข้มข้นหมู่อีพอกไซด์ และเป็นปฏิกิริยาอันดับ 2 เมื่อเทียบกับความเข้มข้นของกรดคาร์บอกซิลิกด้วยพลังงานกระตุ้น $58.7 \pm 0.42 \text{ kJ mol}^{-1}$

Orellana และคณะ (2005) ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันของกรดลิโนเลอิกแบบเคโมเอนไซมาติกส์ (chemo-enzymatic) โดยใช้เอนไซม์ชนิด Novozym[®] 435 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในการเกิดอีพอกซิเดชันที่อุณหภูมิ 30°C ในโทลูอีน จะสามารถเกิดปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันได้อย่างสมบูรณ์

Campanella และ Baltanas (2004) ศึกษาการเปิดวงแหวนอีพอกไซด์ของ ESO โดยใช้กรดแอซิดิกที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย ใช้ Amberlite[®] IR-120 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งเป็นเฟสของแข็ง ในการสังเคราะห์ ESO จะใช้อุณหภูมิต่ำในช่วง 20-40°C ด้วยกรดเปอร์ฟอร์มิกในปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน ใช้เบนซีนเป็นสารเจือจาง ซึ่งเป็นเฟสอินทรีย์ และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์อยู่ในเฟสน้ำ โดยอัตราส่วนโมลาร์ของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในน้ำ/กรดฟอร์มิก/น้ำมันถั่วเหลือง เท่ากับ 20/2/1 ในการสังเคราะห์ ESO ซึ่งไม่ใช่ตัวเร่งปฏิกิริยาจะใช้เวลา 20 h ส่วนปฏิกิริยาการเปิดวงแหวนอีพอกไซด์ของ ESO ใช้ Amberlite[®] IR-120 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าการเปิดวงแหวนจะเพิ่มขึ้นถ้าใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจำนวนมากขึ้น

Park และคณะ (2004) ศึกษาสมบัติทางความร้อนและสมบัติเชิงกลของอีพอกซีเรซิน จาก ESO โดยสังเคราะห์ ESO ผ่านกระบวนการอีพอกซิเดชันเช่นเดียวกับ Eckwert และคณะ (1989) โดยใช้กรดเปอร์แอซิดิกในการทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน ใช้ Amberlite[®] IR-120 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา มีโทลูอีนเป็นตัวทำละลายและช่วยควบคุมความร้อน ใช้อุณหภูมิ 55°C เวลา 7 h ได้ผลผลิต 89 % ปริมาณอีพอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เท่ากับ 100 mol% โดยการศึกษาสมบัติจะนำ ESO ที่ได้ผสมกับอีพอกซีเรซิน ในปริมาณ 0-20 wt% ทำการสังเคราะห์ ESO แบบแคทไอออนิกพอลิเมอไรเซชัน ทำการสังเคราะห์ที่ 110-150°C เป็นเวลา 4 h เปรียบเทียบกับน้ำมันคาสเตอร์อีพอกไซด์ (epoxidized castor oil, ECO) ที่ใช้เบนซิลไพราซิเนียมเฮกซะฟลูออโรแอนติโมเนต (N-benzylpyrazinium hexafluoroantimonate, BPH) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่า ECO จะให้อุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน และอันตรกิริยาระหว่างโมเลกุลสูงกว่า ESO และมีการขยายตัวทางความร้อนต่ำกว่า ESO

Parreira และคณะ (2002) ได้ศึกษาการวิเคราะห์เชิงปริมาณของ ESO จากค่าปริมาณของปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน หาได้จากการไตเตรดกับไฮโดรเจนโบรไมด์ การหาจำนวนพันธะคู่ที่ได้จากค่าไอโอดีนโดยใช้ไอโอดิเมทรี และหา

เปอร์เซ็นต์ของน้ำจากปฏิกิริยาสุดท้ายโดยการไตรเตรตแบบวิธี Karl Fischer นอกจากนี้ในงานวิจัยยังใช้ข้อมูลจากเทคนิคการหาหมู่ฟังก์ชันของสารด้วยรังสีอินฟราเรด

Hilker และคณะ (2001) ได้ศึกษาจลนศาสตร์ของกระบวนการอีพอกซิเดชันแบบเคโมเอนไซมติกส์ (chemoenzymatic) ของน้ำมันพืชไม่อิ่มตัวได้แก่ น้ำมันลินสีด โดยใช้เอนไซม์ชนิด Novozym[®] 435 กรดสแตยริกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในการเกิดอีพอกซิเดชัน

Mohamed และคณะ (2001) ได้ทำการสังเคราะห์ ESO ด้วยปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน จากกรดแอสติกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้น 30% ใช้ Dowex[®] 50 W-8X เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นให้ ESO ที่ได้ทำปฏิกิริยากับเมธิลลามีน ภายใต้บรรยากาศเฉื่อยที่อุณหภูมิ 130-140 °C เป็นเวลา 3-4 h โดยเอมีนที่เติมลงไป ใน ESO นั้นจะใช้อัตราส่วนโดยโมล 4:1 ตามปริมาณหมู่ฟังก์ชัน จากการใช้กรดไฮโดรโบรมิกที่ละลายในกรดแอสติก พบว่าปริมาณหมู่ฟังก์ชันเท่ากับ 6.5% เพื่อผลิตเป็นสารเคลือบผิวแบบ waterborne ซึ่งจะใช้น้ำแทนตัวทำละลายอินทรีย์ที่ระเหยง่าย ข้อดีคือไม่ก่อให้เกิดเป็นมลภาวะ ทาง่าย แห้งเร็ว ด้านทานการเกิดสนิมและราคาไม่แพง

Meffert และ Kluth (1989) ได้จัดสิทธิบัตรในการดัดแปรไตรกลีเซอไรด์ โดยทำปฏิกิริยาเคมีเพื่อให่วงแหวนอีพอกไซด์ของ ESO เปิดออกเพื่อให้เกิดหมู่ฟังก์ชันที่มีขั้ว เช่น หมู่อีเทอร์ หมู่ไฮดรอกซิล โดยนำเอา ESO ที่ผลิตได้จากการค้าเป็นสารตั้งต้น

Eckwert และคณะ (1987) ได้จัดสิทธิบัตรการทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันสารไฮโดรคาร์บอนไม่อิ่มตัวด้วยกรดเปอร์ออกซิดิก รวมทั้งได้ทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันน้ำมันถั่วเหลือง โดยการใส่กรดแอสติกทำปฏิกิริยากับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในน้ำ เพื่อให้เกิดกรดเปอร์ออกซิดิกซึ่งเป็นตัวเข้าไปทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันกับพันธะคู่บนไตรกลีเซอไรด์ของน้ำมันถั่วเหลือง เกิดเป็นวงแหวนอีพอกไซด์ โดยการเกิดกรดเปอร์ออกซิดิกจะเกิดในระหว่างการทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน ปริมาณวงแหวนอีพอกไซด์ที่ได้ขึ้นอยู่กับสภาวะการทดลองต่างๆ เช่น อุณหภูมิ เวลาของการทำปฏิกิริยา และปริมาณตัวทำปฏิกิริยา

2.6.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการขึ้นรูปพลาสติกจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์

Jin และ Park (2008) ศึกษาการเตรียมอีพอกซีจากบิสฟีนอลเอ (diglycidylether of bisphenol-A, DGEBA) ผสมกับ ESO ที่มีปริมาณหมู่ฟังก์ชัน 100 mol% เชื่อมขวางโมเลกุลโดยใช้ตัวเร่งที่แตกตัวด้วยความร้อนชนิด เบนซิลไพราซิเนียมเฮกซะฟลูออโรแอนติโมนาต (benzyl pyrasilinium hexafluoroantimonate) พบว่าการผสมอีพอกซีระหว่าง ESO ในปริมาณ 40 wt% และ DGEBA จะให้สมบัติที่ดีที่สุดในด้านความเหนียวและการยึดติด

Liu และคณะ (2007) ได้ศึกษาการเตรียมคอมโพสิตจาก ESO ทางการค้าผสมกับอีพอกซีเรซินชนิด Epon[®] 828 ใช้แคลเซียมซัลเฟตเป็นไมโครไฟเบอร์เป็นเส้นใยเสริมแรง ขึ้นรูปโดยใช้สารเชื่อมขวางในกลุ่มเอมีนได้แก่ Jeffamine[®] D-230 Jeffamine[®] T-403 Jeffamine[®] ERD-148 ไดเอทิลีนไตรเอมีน (diethylenetriamine, DETA) ไตรเอทิลีนเตตระมีน (triethylenetetramine, TETA) และพอลิเอทิลีนอิมิน (polyethylenimine) พบว่าการใช้สารเชื่อมขวางชนิด Jeffamine[®] ERD-148 จะให้สมบัติที่ดีที่สุด

Yue และคณะ (2007) ศึกษาการเตรียมและสมบัติของ ESO ที่เพิ่มความเหนียวด้วยฟีนอลิกเรซิน (phenolic resin) ขึ้นรูปโดยใช้น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ทางการค้าเชื่อมขวางโมเลกุลโดยใช้สารในกลุ่มเอมีน

Xu และคณะ (2004) ได้ศึกษาสมบัติวิสโคเอลาสติกของวัสดุชีวภาพที่ได้จาก ESO โดยการควบคุมสารเชื่อมขวางโมเลกุล เริ่มจากการใช้ ESO ทางการค้า 100 g ผสมกับวัสดุคล้ายเจลชนิด Aerosil[®] R 805 ปริมาณ 13 g ใช้สารเชื่อมขวางโมเลกุล 2 ชนิดได้แก่ Jeffamine[®] EDR-148 และไตรเอทิลีนเตตระมีน (TETA) ใช้สัดส่วนการผสมระหว่าง ESO และ สารเชื่อมขวางโมเลกุล เท่ากับ 1:1.08 หรือ 1:1.8 ของหมู่ฟังก์ชันต่อไฮโดรเจนของหมู่เอมีนบนสารเชื่อมขวาง พบว่าการใช้ TETA เป็นสารเชื่อมขวางนั้นให้อุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน และสมบัติวิสโคเอลาสติกที่ดีกว่า Jeffamine[®] EDR-148

Zhu และคณะ (2004) ได้ศึกษาสมบัติเชิงกลของพลาสติกที่มีน้ำมันถั่วเหลืองดัดแปรสองชนิดคือ แอลลิลซอเยเอพอกซิไดซ์ (epoxidized allyl soyate, EAS) และเมทิลซอเยเอพอกซิไดซ์ (epoxidized methyl soyate, EMS)

ผสมกับอีพ็อกซีเรซิน เชื่อมขวางโมเลกุลเพื่อเพิ่มความแข็งแรงมากขึ้น เป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับน้ำมันถั่วเหลือง ทำการเตรียมเป็นระบบอีพ็อกซีเรซินผสมระหว่างอีพ็อกซีเรซินชนิด Shell Epon[®] 9500 กับ EAS ในสัดส่วนที่แตกต่างกันโดยใช้อุณหภูมิ 98.34^{°C} เป็นเวลา 1 h และทำการเชื่อมขวางที่อุณหภูมิ 177.79^{°C} เป็นเวลา 1.30 h สำหรับการเชื่อมขวางแบบ 1 ชั้นตอน ส่วนการเชื่อมขวางแบบ 2 ชั้นตอนมีการเตรียมพรีพอลิเมอร์จาก ESO, EAS และ EMS โดยทำปฏิกิริยากับตัวเชื่อมขวางที่ว่องไวสูงคือ พาราเอมีนไซโคลเฮกซิลมีเทน (para-amine cyclohexylmethane) ใช้สัดส่วนของอีพ็อกซีต่อสารเชื่อมขวางเท่ากับ 10/4 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 177.79^{°C} ประมาณ 1 h และยังคงอยู่ในสภาพสารละลาย ซึ่งพบว่าปริมาณของ ESO 10 wt% ทั้งสามชนิดที่ผสมอีพ็อกซีเรซินชนิด Shell Epon[®] 9500 มีความแข็งแรงและมีสมบัติการโค้งงอเพิ่มขึ้น และมีมอดุลัสสูงที่สุดเทียบกับสัดส่วนอื่นๆ สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการทำสีและสารเคลือบผิว

Raghavachar และคณะ (2000) ได้ทำการศึกษากการเชื่อมขวางโมเลกุลทางความร้อนแบบแคทไอออนิกของ ESO เพื่อใช้ในงานเคลือบผิว ใช้ ESO ทางการค้า (Viloflex[®] 7170) และ ESO ที่มีปริมาณอีพ็อกไซด์ 50% เป็นวัตถุดิบนำมาขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มร่วมกับอีพ็อกซีเรซินทางการค้าหลายชนิดด้วยกันที่อุณหภูมิ 120^{°C} เป็นเวลา 12 min ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในกลุ่มเอมีน

2.6.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมพอลิเมอร์-นาโนคอมโพสิตจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกไซด์

Liu และ Erhan (2008) ศึกษาการเตรียมคอมโพสิตจากชีวภาพของ ESO และนาโนคอมโพสิต การศึกษานี้ได้ใช้อีพ็อกซีเรซินชนิด 1,1,1-ทริสฟาราไฮดรอกซีฟีนิลเอทานไธรไตรกลีเซอไรด์เอเธอร์ (1,1,1-tris(*p*-hydroxyphenyl)ethane triglycidyl ether, THPE-GE) ปริมาณ 33 pph เป็นเมทริกซ์ร่วมสำหรับคอมโพสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยคาร์บอน สำหรับนาโนคอมโพสิตนั้นใช้ดินเหนียวปรับสภาพชนิด Cloisite[®] 30B ผสมกับน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกไซด์ พบว่าโครงสร้างของดินเหนียวปรับสภาพได้กระจายตัวในพอลิเมอร์แบบอินเตอร์คาลาชัน

Song และคณะ (2006) ได้ศึกษาการเตรียม วิเคราะห์โครงสร้างและสมบัติเชิงกลที่ได้จาก ESO ทางการค้าซึ่งมีปริมาณออกซิแรนออกซิเจน (oxirane oxygen) 7% ผสมกับดินเหนียวนาโนคอมโพสิตชนิด Cloisite[®] 30B ในปริมาณ 0, 5 และ 8 wt% ขึ้นรูปเป็นแผ่นไบโอพลาสติกโดยใช้สารเชื่อมขวางโมเลกุลชนิด TETA จากการวิเคราะห์โครงสร้างพบว่าดินเหนียวปรับสภาพได้กระจายในพอลิเมอร์แบบอินเตอร์คาลาชัน

Zhu และ Wool (2006) ได้ทำการศึกษากการสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองดัดแปรโมเลกุลเพื่อผลิตนาโนคอมโพสิตที่มีความเป็นอีลาสติกด้วยการดัดแปรโครงสร้างของน้ำมันถั่วเหลืองผ่านกระบวนการเมทาโนไลซิส (methanolysis) และเติมกรดอะคริลิกได้เป็นโอเลอิกอะครีเลทเมทิลเอสเทอร์ (arylated oleic methyl ester, AOME) ซึ่งใช้เป็นพอลิเมอร์ในคอมโพสิตนั้น ส่วนดินเหนียวปรับสภาพที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้แก่ Cloisite[®] 15A Cloisite[®] 20A Cloisite[®] 93A และ Cloisite[®] 30B พบว่าการใช้ Cloisite[®] 30B สามารถกระจายและเข้ากันได้ดีกับ AOME ได้ดีที่สุด การใช้ดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 1-10 wt% สามารถให้โครงสร้างของนาโนคอมโพสิตแบบอินเตอร์คาลาชัน

Liu และคณะ (2005) ทำการศึกษาการเตรียม วิเคราะห์โครงสร้างและสมบัติเชิงกลที่ได้จาก ESO ทางการค้าที่มีปริมาณออกซิแรนออกซิเจน 7% ผสมกับดินเหนียวนาโนคอมโพสิตชนิด Cloisite[®] 30 ใช้เป็นสารตัวเติมในปริมาณ 5.0, 8.0 และ 10.0 wt% อุณหภูมิในการผสม 60^{°C} นาน 2 h ตามด้วยปล่อยแก๊สที่เกิดขึ้นนาน 30 min ใส่สารเชื่อมขวางชนิด TETA ที่อุณหภูมิห้อง กวนของผสม 15 min ปล่อยแก๊สที่อุณหภูมิ 60^{°C} เป็นเวลา 15 min ทำให้เป็นฟิล์มใสเริ่มอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 60^{°C} นาน 16 h และที่อุณหภูมิ 120^{°C} นาน 48 h ตรวจสอบการกระจายของชั้นดินเหนียวพบว่าชั้นดินเหนียวกระจายได้ดีแบบอินเตอร์คาลาชัน จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องดีฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิ่งคัลลอริมิเตอร์ (DSC) ให้ค่าอุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (T_g) เท่ากับ 7.5^{°C} จากการวิเคราะห์ด้วยการศึกษาสมบัติเชิงกลแบบพลวัต ให้ค่าอุณหภูมิ T_g เท่ากับ 20^{°C} และพบว่าปริมาณดินเหนียว 8.0 wt% และปริมาณ TETA ตามอัตราส่วนของหมู่อีพ็อกซี/ไฮดรอกซี (TETA) เท่ากับ 1:1.37 ให้ค่ามอดุลัสและความเค้น ณ จุดขาดเท่ากับ 3.64 และ 4.54 MPa ตามลำดับ และมีค่าความเครียด ณ จุดขาดเท่ากับ 151% ซึ่งเป็นค่าที่ดีที่สุดเปรียบเทียบกับสัดส่วนอื่นๆ

Miyagawa และคณะ (2005) ได้ทำการศึกษาการนำพอลิเมอร์จากน้ำมันพืชที่ถูกดัดแปรหมู่ฟังก์ชัน (functionalized vegetable oil, FVO) ได้แก่น้ำมันลินสีดอีพอกซิไดซ์ (epoxidized linseed oil, ELO) และน้ำมันลินสีดเตทออกทิลอีพอกซิไดซ์ (octyl epoxide linseedate, OEL) มีองค์ประกอบหลักเป็นอีพอกซีเรซินบิสฟีนอลเอฟ (diglycidylether of bisphenol-F, DGEBF) ที่ได้ทำการเชื่อมขวางโดยใช้แอนไฮไดรด์ชนิด MTHPA และตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด 1-เมทิลอิมิดาโซน (DY[®] 070) ใช้สัดส่วน FVO ผสมกับ DGEBF ต่อ DY[®] 070 เท่ากับ 100:1.00 ผสมกับดินเหนียวมอนท์มอริโลไนท์ชนิด Cloisite[®] 30 B ในปริมาณ 5 wt% โดยเริ่มจากการกระจายตัวดินเหนียวโดยใช้เทคนิคโซนิเคชัน 60 watts เป็นเวลา 2 h ของดินเหนียว 1 kg ในอะซิโตน 30 l จากนั้นนำ FVO และ DGEBF ผสมลงไป กวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลาหลายชั่วโมง อบของผสมในเครื่องอบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 100°C นาน 24 h เพื่อเอาอะซิโตนออก จากนั้นเริ่มทำการเชื่อมขวางโมเลกุลโดยใช้แอนไฮไดรด์และตัวเร่งปฏิกิริยาโดยทำการเชื่อมขวางที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 4 h ตามด้วยอุณหภูมิ 160°C เป็นเวลา 2 h พบว่าสามารถให้ค่ามอดุลัส T_g รวมทั้งค่าอุณหภูมิโก่งตัวด้วยความร้อน (heat distortion temperature, HDT) สูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้สารเชื่อมขวางชนิดเอมีน

Uyama และคณะ (2004) ศึกษาการสังเคราะห์พอลิเมอร์ผสมระหว่างสารอินทรีย์จากน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ (ESO) และน้ำมันลินสีดอีพอกซิไดซ์ (ELO) ผสมกับสารอินทรีย์ คือ ดินเหนียวมอนท์มอริโลไนท์ Kunipia[®]-F 3 ชนิดมาเปรียบเทียบกัน ได้แก่ C₁₂-Mont., C₁₈-Mont., และ C₁₁CO₂H-Mont. พบว่าสมบัติเชิงกลของ ESO ที่ผสมกับดินเหนียวชนิด C₁₁CO₂H-Mont. ในปริมาณ 10 wt% ให้สมบัติเชิงกลที่ดีที่สุด

2.6.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการใช้งานของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์

Holser (2008) ได้ทำการเตรียมอีพอกซิไดซ์เมทิลเอสเทอร์ (epoxidized methyl ester) โดยผ่านกระบวนการทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์เป็นเวลา 10 min ที่อุณหภูมิ 50°C โดยไม่มีการสูญเสียหมู่อีพอกซิ เพื่อต้องการนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในอุตสาหกรรมเกี่ยวกับสารตัวเติมในน้ำมันเชื้อเพลิง สารลดแรงตึงผิว และเป็นสารสนับสนุนการพัฒนาผลิตภัณฑ์จากชีวภาพเป็นหลักอีกด้วย

Lathi และคณะ (2007) ศึกษากระบวนการใหม่สำหรับการผลิตสารหล่อลื่นที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพจาก ESO โดยมีจุดไหลเท (pour point) ต่ำ ซึ่งในกระบวนการผลิตจะเกี่ยวข้องกับ 2 ขั้นตอนคือ ปฏิบัติการเปิดวงแหวนด้วยแอลกอฮอล์ 3 ชนิด ได้แก่ บิวทานอล (n-butanol) ไอโซเอมีลแอลกอฮอล์ (iso-amyl alcohol) และ เอทิลเฮกซานอล (2-ethylhexanol) ตามด้วยกระบวนการเอสเทอร์ริฟิเคชันของหมู่ไฮดรอกซีที่ได้ในกระบวนการแรกโดยทำปฏิกิริยากับแอนไฮไดรด์ภายใต้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด Amberlyst[®] 15 ในปฏิบัติการเปิดวงแหวนโดยใช้แอลกอฮอล์ทั้งสามชนิดนั้นใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเดียวกัน วิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยใช้เทคนิคทางสเปกโทรสโกปี จุดไหลเทที่ได้จากผลิตภัณฑ์นี้อยู่ที่อุณหภูมิ -5°C

Hwang และ Erhan (2006) ได้ศึกษาการผลิตสารหล่อลื่นที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและมีเสถียรภาพต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน ใช้ ESO ประกอบด้วยปริมาณอีพอกซิไดซ์ 100 mol% เป็นสารตั้งต้นในกระบวนการเปิดวงแหวนด้วยแอลกอฮอล์เจอร์เบต (Guerbet alcohol) ที่อุณหภูมิ 90°C ในสภาพกรดโดยการเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้นประมาณ 40 หยดวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยใช้เทคนิคทางสเปกโทรสโกปี จุดไหลเทที่ได้จากผลิตภัณฑ์นี้อยู่ที่อุณหภูมิ -48°C

Pelletier และคณะ (2006) ได้ทำการดัดแปร ESO ให้เป็นน้ำมันอะคริเลต (acrylated oil, AESO) ที่มีหมู่อะคริลิลเฉลี่ย 5 หมู่ต่อไตรกลีเซอไรด์ 1 โมเลกุลโดยปฏิกิริยาอะคริเลชัน (acrylation) เริ่มจากการนำ ESO ที่มีหมู่อีพอกซิ 4.9 หมู่ต่อไตรกลีเซอไรด์ 1 โมเลกุล มาเป็นสารตั้งต้นในปริมาณ 10 g ละลายในคลอโรฟอร์ม 10 g ในขวดกันกลม 250 ml รีฟลักซ์และกวนภายใต้แก๊สไนโตรเจนผสมกับกรดอะคริลิก 100 g และไฮโดรควิโนน 1 g จากนั้นฉายรังสีในช่วงใกล้ยูวีให้แก่ AESO จนกลายเป็นอนุโมลอิสระที่แตกตัวได้โดยใช้แสง โดยตัวริเริ่มที่แตกตัวด้วยแสงที่นำมาช่วยเสริมปฏิกิริยาการเชื่อมขวางของ AESO ได้แก่ Darocure[®] 1173, Irgacure[®] 184 และ Irgacure[®] 651 โดยการนำ AESO เจือจางด้วยเมทิลีน คลอไรด์ 50% w/w ใส่ลงในเซลล์ ฉายแสงยูวี ($\lambda > 280$ nm) จากหลอดปรอทความดันกลางๆ ซึ่งวิธีการคล้ายกันนี้จะใช้ในอุตสาหกรรมสารเคลือบผิว ส่วนตัวทำละลายและรีเอเจนต์ต่างๆ จากทางการค้าจะใช้เกรดที่มี

ความบริสุทธิ์สูง น้ำมันเหล่านี้ตอบสนองต่อกระบวนการพอลิเมอไรเซชันด้วยแสงอย่างรวดเร็ว ได้วัสดุที่มีการเชื่อมขวางภายในเวลาไม่กี่วินาที

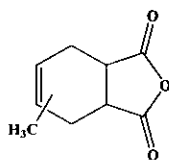
Adhvaryu และ Erhan (2005) การพัฒนาปรับปรุงสมบัติ ESO เพื่อใช้เป็นน้ำมันหล่อลื่นที่สามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูง ซึ่งน้ำมันถั่วเหลืองที่ใช้ได้จากทางการค้าและไม่ได้ผ่านกระบวนการทำให้บริสุทธิ์แต่อย่างใด ได้ทำการดัดแปร ESO ให้เป็นแอลคอกซิลเลทไตรแอซิลกลีเซอรอล (alkoxylated triacylglycerol) เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติของน้ำมันหล่อลื่น โดยการทำปฏิกิริยาระหว่าง ESO กับกรดเปอร์คลอริกได้เป็นน้ำมันถั่วเหลืองไดไฮดรอกซีเลท (dihydroxylated soybean oil) หลังจากนั้นทำปฏิกิริยาต่อกับเฮกซะโนอิกแอนไฮไดรด์ ในสัดส่วน 1:1 แล้วนำไปผสมกับพริดีน นำไปทดสอบลักษณะและสมบัติที่ได้ต่อไป

Thames และ Yu (1999) ทำการเชื่อมขวางสารเคลือบผิวด้วยรังสียูวีในกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบแคทไอออนิกจากน้ำมันพืชที่มีหมู่อีพอกไซด์เป็นองค์ประกอบคือน้ำมันพืชเวอร์โนเนีย (VO) และ ESO จากทางการค้า โดยน้ำหนักสมมูลของ VO และ ESO เท่ากับ 436.8 และ 223.7 g/mol ตามลำดับ ใช้ UVR[®] 6110 และ UVI[®] 6974 เป็นตัวเชื่อมขวาง และใช้ Tone Polyol[®] 0305 หรือสารประกอบโพลีไฮดรอกซิลเป็นสารร่วมในการเชื่อมขวางด้วยยูวี ทำการทดสอบสมบัติของฟิล์มที่ได้จากส่วนผสมของน้ำมันพืชและตัวเชื่อมขวางในสัดส่วนต่างๆ กัน พบว่าสารเคลือบผิวที่ได้จากการผสมระหว่างน้ำมันพืชที่มีหมู่อีพอกไซด์ในสัดส่วน 10% กับตัวเชื่อมขวางมีการยึดติดที่ยอดเยี่ยม ทนต่อการกระแทกแตกได้ดี คงทนต่อรังสียูวี มีความมันวาว ทนต่อการกัดกร่อน มีเสถียรภาพต่อแสงยูวีและต้านทานการเกิดสนิม แต่ถ้าเพิ่มปริมาณของน้ำมันจะทำให้ความแข็งแรงลดลงและทนต่อแรงดึงได้น้อยลง

บทที่ 3 วิธีวิจัย

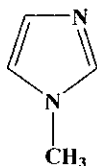
3.1 สารเคมี

1. น้ำมันถั่วเหลืองสำหรับประกอบอาหารตราองุ่น ผลิตโดยบริษัท น้ำมันพืชไทย จำกัด (มหาชน) .
2. กรดแอสติกเข้มข้น (glacial acetic acid) น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 60 g/mol ใช้เป็นตัวทำปฏิกิริยาอีพอกซีเดชัน ผลิตโดยบริษัท Labscan Asia Co. Ltd.
3. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้น 30% น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 34 g/mol สำหรับทำปฏิกิริยาอีพอกซีเดชันร่วมกับ กรดแอสติกเข้มข้น ผลิตโดยบริษัท Merck Ltd.
4. กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 96.1% น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 98 g/mol ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาอีพอกซี เดชัน ผลิตโดยบริษัท Labscan Asia Co. Ltd.
5. Amberlite[®] IR-120 (cation exchange resin) ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาอีพอกซีเดชัน ผลิตโดย บริษัท Sigma-Aldrich
6. โซเดียมซัลเฟตเพนทอนไฮเดรต (sodium sulfate anhydrous) ทำหน้าที่ดูดความชื้น ผลิตโดยบริษัท Merck Ltd.
7. น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซีไดซ์ทางการค้า (Vikoflex[®] 7170) มีปริมาณหมู่อีพอกไซด์ 100 mol% ผลิตโดยบริษัท Arkema Inc. ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท ศรีเทพไทยเคมี จำกัด
8. อีพอกซีเรซิน (YD[®] 128) ชนิด ไดกลีซิดิลอีเทอร์ บิสฟีนอลเอ (diglycidyl ether of bisphenol A, DGEBA) ผลิต โดยบริษัท Aditya Birla Chemicals (Thailand) Ltd. จัดจำหน่ายโดย บริษัท ไทยคอมโพสิท จำกัด
9. สารช่วยให้แข็งหรือสารเชื่อมขวางโมเลกุล (hardener agent, curing agent) เมทิลเตตระไฮโดรฟทาลิกแอนไฮไดรด์ (methyltetra hydrophthalic anhydride, MTHPA) จำหน่ายโดยบริษัท เฟิร์มซัพพลายส์ จำกัด เป็น ของเหลวหนืด สีเหลืองใส น้ำหนักโมเลกุล 182.09 g/mol และมีโครงสร้างทางเคมีดังนี้

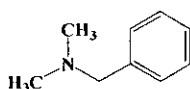


10. ตัวเร่งปฏิกิริยาการเชื่อมขวาง

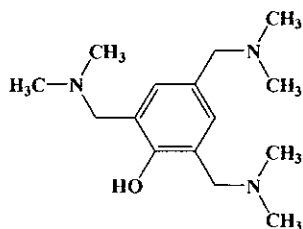
- 10.1 1-เมทิลอิมิดาโซล (1-methylimidazole) ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich เป็นของเหลวสีเหลืองใส น้ำหนักโมเลกุล 82.05 g/mol และมีโครงสร้างทางเคมีดังนี้



- 10.2 เบนซิลไดเมทิลเอมีน (benzyl dimethylamine, BDMA) ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich น้ำหนัก โมเลกุล 135.10 g/mol และมีโครงสร้างทางเคมีดังนี้



- 10.3 ไตรไคเมทิลอะมีโนเมทิลฟีนอล (2, 4, 6-trimethylaminomethyl phenol, DMP-30) ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich น้ำหนักโมเลกุล 195.14 g/mol และมีโครงสร้างทางเคมีดังนี้



11. สารเคมีที่ใช้สำหรับวิเคราะห์สมบัติทางเคมีของน้ำมันพืช
- 11.1 โพลแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ใช้สำหรับการไตเตรต ผลิตโดยบริษัท Guangdong Guanghua Chemical Factory Co., Ltd.
 - 11.2 ฟีนอล์ฟธาเลิน ใช้เป็นอินดิเคเตอร์ ผลิตโดยบริษัท Asia Pacific Specialty Chemicals Ltd.
 - 11.3 โซเดียมไทโอซัลเฟต ใช้เป็นสารละลายมาตรฐานผลิตโดยบริษัท Asia Pacific Specialty Chemicals Ltd.
 - 11.4 ไอโอดีน (Iodine) สำหรับไตเตรต ผลิตโดยบริษัท VWR International Ltd.
 - 11.5 ไอโอดีนไตรคลอไรด์ (Iodine trichloride) ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich
12. ดินเหนียวมอนท์โมริลโลไนท์ (montmorillonite) ที่ปรับสภาพโดยใช้สารลดแรงตึงผิวต่างกัน 3 ชนิด คือ ออกตะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (octadecyl trimethyl ammonium chloride) ไดออกตะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (dioctadecyl trimethyl ammonium chloride) และ ไตรเมทิลอัลคิลแอมโมเนียม (trimethylalkyl (C14-20) ammonium bentonite) ดินเหนียวปรับสภาพชนิดแรกให้ชื่อย่อว่า OTAC ส่วนชนิดที่สองเรียกชื่อย่อว่า DTAC ทั้งสองชนิดนี้สังเคราะห์โดยผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เติมศักดิ์ ศรีศิริรินทร์ ดินเหนียวชนิดที่สามเป็นผลิตภัณฑ์ทางการค้า ชื่อ Bengel[®] 434 ผลิตโดยบริษัท Elementis Specialties มีการใช้ดินเหนียวปรับสภาพชนิดอื่นๆด้วย ได้แก่ Bengel[®] 434, Bentone[®] SD1, Bentone[®] SD2, Bentone[®] SD3, Bentone[®] 34, Bentone[®] 38 ดินเหนียวปรับสภาพทั้งหมดนี้ได้รับความอนุเคราะห์จาก ผศ.ดร.เติมศักดิ์ ศรีศิริรินทร์
13. ตัวทำละลาย ผลิตโดยบริษัท Labscan Asia Co. Ltd. มี 4 ชนิด
- 13.1 อะซิโตน (acetone) เกรดทางการค้า
 - 13.2 คลอโรฟอร์ม (chloroform) เกรดสำหรับวิเคราะห์ในห้องแลป
 - 13.3 เอทานอล (ethanol) เกรดบริสุทธิ์
 - 13.4 กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid) เกรดสำหรับวิเคราะห์ในห้องแลป
14. ดิวเทอเรตเทตคลอโรฟอร์ม (deuterated chloroform) เป็นตัวทำละลายสำหรับวิเคราะห์ด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตสโกปี ผลิตโดยบริษัท SP Industries Company

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.2.1 อุปกรณ์

1. ขวดทำปฏิกิริยา 3 คอ ขนาด 1000 ml
2. เครื่องกวนสารแบบให้ความร้อน ผลิตโดยบริษัท Velp Scientifica
3. คอนเดนเซอร์ (condenser)
4. กระดาษลิตมัส
5. โถดูดความชื้น
6. ขวดกักนกลม ขนาด 100 ml

7. บีเปต ขนาด 10 และ 20 ml
8. บิวเรต ขนาด 25 ml
9. ขวดวัดปริมาตร ขนาด 10, 50 และ 100 ml
10. บีกเกอร์ ขนาด 25, 50, 100, 500 และ 1000 ml
11. ขวดรูปชมพู่ ขนาด 100 และ 500 ml
12. बेซิน (basin) ขนาด 1000 ml
13. เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer) ขนาด 100°C
14. เครื่องวัดความหนา ความละเอียด 0.01 mm ผลิตโดย Teclock® Co., Ltd. รุ่น SM-112
15. เครื่องชั่ง ความละเอียด 2 ตำแหน่ง และ 4 ตำแหน่ง ผลิตโดย Mettler Co., Ltd.

3.2.2 เครื่องมือ

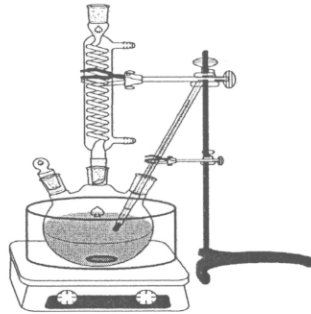
1. เครื่องตัดชิ้นทดสอบรูปดัมเบลล์ ตามมาตรฐาน ASTM D412 die C
2. เครื่องทดสอบสมบัติแรงดึง (universal testing machine) ผลิตโดยบริษัท Instron รุ่น Model 5569
3. เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (nuclear magnetic resonance spectroscopy, NMR) ความถี่ 500 MHz ผลิตโดยบริษัท รุ่น Model UNITY INOVA
4. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope, TEM) ผลิตโดยบริษัท JEOL รุ่น JEM-2010
5. เครื่องตรวจสอบการกระเจิงด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD) ผลิตโดยบริษัท Bruker รุ่น D8 หลอดรังสีเอกซ์ชนิด Cu K α ความยาวคลื่นเท่ากับ 1.5406 Å
6. เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริก (thermo gravimetric analyzer, TGA) ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer รุ่น TGA7
7. เครื่องวิเคราะห์ทางกลศาสตร์ความร้อนเชิงพลวัต (dynamic mechanical thermal analyzer, DMTA) ผลิตโดยบริษัท Rheometric Scientific รุ่น DMTA V
8. เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคัลลอริมิเตอร์ (differential scanning calorimeter, DSC) ผลิตโดย บริษัท Perkin Elmer รุ่น DSC7
9. เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (fourier transform infrared spectrophotometer, FTIR) ผลิตโดยบริษัท Bruker รุ่น EQUINOK 55
10. เครื่องวัดความหนืดบรูคฟิลด์ ผลิตโดยบริษัท Brookfield Engineering Laboratory รุ่น model LVF 92462
11. เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (Gas chromatograph) ผลิตโดยบริษัท HP รุ่น 6850
12. ตู้อบสูญญากาศ ผลิตโดยบริษัท Precision Co., Ltd. รุ่น Model 29
13. เครื่องโซนิเคชัน ขนาดความถี่ 60 kHz ผลิตโดยสถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย
14. ตู้อบความร้อน ผลิตโดยบริษัท MEMMERT Co., Ltd. รุ่น UFB 400
15. เครื่องระเหยตัวทำละลายแบบหมุน (Evaporator) รุ่น BUCHI Rotavapor จัดจำหน่ายโดย บริษัท เค. เอส. พี. อินเตอร์เคม จำกัด

3.3 การทดลอง

3.3.1 การสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์

ซึ่งน้ำมันถั่วเหลืองเดิมลงในขวดปฏิกิริยาชนิด 3 คอ แล้วจัดอุปกรณ์ตามรูปที่ 3.1 ปรับให้ได้อุณหภูมิตามที่ต้องการ เติมกรดแอซิดติกลงในขวดปฏิกิริยาที่มีน้ำมันถั่วเหลืองอยู่ กวนด้วยแท่งแม่เหล็กตลอดเวลาการสังเคราะห์ เติมกรดซัลฟิวริกหรือ cationic exchange resin (Amberlite® IR-120) ตามปริมาณที่กำหนด แล้วค่อยๆ หยดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ตามปริมาณที่กำหนดลงไปช้าๆ สารเคมีที่ใช้จะไม่มีการเจือจางด้วยน้ำ เมื่อครบเวลาสังเคราะห์ตามที่

กำหนด หยุดปฏิกิริยาโดยการหล่อเย็นขวดปฏิกิริยา จะได้สารละลายที่มีการแยกชั้นระหว่างชั้นน้ำมัน (ชั้นบน) และชั้นน้ำ (ชั้นล่าง) แยกชั้นน้ำออกไป เติมน้ำกลั่นลงไปใ้น้ำมันอีพอกซิไดซ์ที่เตรียมได้เพื่อกำจัดกรดที่ตกค้างออกไป ทำการล้างหลายๆ ครั้ง จนกระทั่งน้ำมันอีพอกซิไดซ์มีลักษณะเป็นกลาง (ค่า pH ประมาณ 7) โดยตรวจสอบด้วยกระดาษลิตมัส แยกน้ำกลั่นออกจากน้ำมันอีพอกซิไดซ์ เติมน้ำ $\text{Na}_2(\text{SO}_3)$ anhydrous ลงใ้น้ำมันอีพอกซิไดซ์เพื่อดูดซับน้ำกลั่นที่ตกค้าง ทำการกรองเพื่อแยกน้ำมันอีพอกซิไดซ์ออกมา จากนั้นนำไปวิเคราะห์หาปริมาณหมู่เอพอกไซด์ ด้วยการไตเตรตด้วยกรดโบรมิกและวิเคราะห์ด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโกปี ($^1\text{H-NMR}$) ตรวจสอบการปรากฏของหมู่เอพอกไซด์ด้วยเครื่อง FTIR



รูปที่ 3.1 ภาพแสดงอุปกรณ์การสังเคราะห์น้ำมันอีพอกซิไดซ์

ตัวแปรในการทดลองได้แก่ ปริมาณกรดแอซิดิก ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ปริมาณกรดซัลฟิวริก ปริมาณ Amberlite[®] อุดหนุมิและระยะเวลาในการสังเคราะห์ ปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันทำให้พันธะคู่ของไตรกรีเซอไรด์ในน้ำมันพืชเปลี่ยนเป็นวงแหวนอีพอกไซด์ ซึ่งปฏิกิริยาจะเกิดผ่านกรดเปอร์แอซิดิก การเตรียมกรดเปอร์แอซิดิกทำได้สองทาง คือ การสังเคราะห์มาก่อนแล้วเติมลงไปใ้น้ำมันอีพอกซิไดซ์ หรือการสังเคราะห์ภายในน้ำมันอีพอกซิไดซ์โดยเรียกเทคนิคนี้ว่า "in situ epoxidation" คือทำให้เกิดกรดเปอร์แอซิดิกระหว่างการเกิดปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันใ้น้ำมันอีพอกซิไดซ์ โดยโครงการวิจัยนี้เลือกใช้เทคนิคนี้ เพราะสะดวก รวดเร็ว และเป็นที่ยอมรับในอุตสาหกรรม

ปริมาณสารเคมีที่ใช้ระบุหน่วยเป็น pph (part per hundred) ซึ่งเป็นน้ำหนักที่ใช้ต่อน้ำหนักร้อยละของน้ำมันอีพอกซิไดซ์ มีการใช้ชื่อย่อน้ำมันอีพอกซิไดซ์ดังนี้ ESO หมายถึงน้ำมันอีพอกซิไดซ์ ESO40 หมายถึงน้ำมันอีพอกซิไดซ์ที่มีปริมาณอีพอกซิเดชัน 40 mol% และ ESO100 หมายถึงน้ำมันอีพอกซิไดซ์ที่มีปริมาณอีพอกซิเดชัน 100 mol%

3.3.2 วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณหมู่เอพอกไซด์ในน้ำมันอีพอกซิไดซ์

3.3.2.1 การหาปริมาณอีพอกซิไดซ์ด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโกปี ($^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$)

นำน้ำมันอีพอกซิไดซ์ปริมาณ 30 mg ละลายด้วยตัวทำละลายดีวเทอเรอเทคคลอโรฟอร์ม ในบีกเกอร์ขนาดเล็ก กวนจนสารละลายกลายเป็นเนื้อเดียวกัน ดูดสารละลายดังกล่าวใส่ในหลอดสำหรับทดสอบด้วยเครื่อง NMR ให้มีความสูงประมาณ 4 cm ทำการทดสอบโดยใช้ความถี่ 500 MHz และทำการอินทิเกรตสัดส่วนโปรตอนตำแหน่งสัญญาณต่างๆ ที่ต้องการ คำนวณหาปริมาณหมู่เอพอกไซด์ เมื่อความเข้มของสัญญาณได้จากการอินทิเกรตความสูงของพีคที่คำนวณจากโปรแกรมของเครื่องมือ ซึ่งหลักการคำนวณคิดว่าปริมาณหมู่เอพอกไซด์ (epoxide content) ที่เกิดขึ้นเทียบเท่ากับปริมาณของพันธะคู่ที่หายไป ใช้สมการที่ 3.1 (Aursand *et al.*, 1993) ในการคำนวณ

$$\text{Epoxide content (mol\%)} = \frac{I_{3.0-3.2}}{I_{3.0-3.2} + I_{5.3-5.6}} \times 100 \quad (3.1)$$

เมื่อ $I_{3.0-3.2}$ คือ ความเข้มของสัญญาณที่ตำแหน่ง δ 3.0 - 3.2 ppm

		แสดงปริมาณอีพ็อกไซด์โปรตอน
l _{5.3-5.6}	คือ	ความเข้มข้นของสัญญาณที่ตำแหน่ง δ 5.3 - 5.6 ppm
		แสดงปริมาณโปรตอนพันธะคู่

3.3.3.2 การไตเตรชันด้วยกรดโบรมิก

ซึ่งน้ำมันปริมาณ 0.5 g ในบีกเกอร์ ละลายด้วยคลอโรฟอร์ม 40 ml ได้สารละลายที่มีความเข้มข้นประมาณ 1% ปิเปตสารละลายมา 10 ml หยดอินดิเคเตอร์ (Crystal Violet /AcOH) 2 หยด สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินม่วง ทำการไตเตรตด้วยสารละลายกรดโบรมิก (HBr/AcOH) ที่ทำการหาความเข้มข้นที่แน่นอนแล้ว (0.1 M) ขณะไตเตรตควนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กตลอดเวลาจนถึงจุดยุติ สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีฟ้าเขียว (สีของสารละลายจะต้องคงที่นานกว่า 30 sec) ทำการบันทึกปริมาตรของสารละลายกรดโบรมิกที่ใช้ไป ทำการทดลองซ้ำเพื่อให้ได้ผล 3 ครั้ง ต่อตัวอย่าง หาค่าเฉลี่ยของปริมาตรสารละลายกรดโบรมิกเพื่อคำนวณหาเปอร์เซ็นต์อีพ็อกไซด์ต่อไป กรดโบรมิกจะทำปฏิกิริยากับหมู่ฟังก์ชัน โดยทำให้วงแหวนอีพ็อกไซด์เปิดออกจะได้เป็น C-OH และ C-Br ดังนั้น ปริมาตรของกรดโบรมิกที่ใช้ไปจึงสามารถนำไปคำนวณย้อนกลับหาปริมาณหมู่ฟังก์ชันได้ การหาปริมาณอีพ็อกไซด์นั้นทำได้โดยเทียบกับจำนวนพันธะคู่ของน้ำมันถั่วเหลือง ซึ่งอ้างอิงน้ำหนักโมเลกุลของน้ำมันถั่วเหลืองที่มีพันธะคู่ในโครงสร้างไตรกลีเซอไรด์เท่ากับ 4.6 พันธะ และกำหนดให้น้ำหนักโมเลกุลของน้ำมันถั่วเหลืองเท่ากับ 871 g/mol (Lu *et al.*, 2004) การหาปริมาณหมู่ฟังก์ชันใน ESO ด้วยกรดโบรมิกนี้ ใช้วิธีการเดียวกันกับการไตเตรตด้วยกรดโบรมิกเพื่อหาปริมาณอีพ็อกไซด์ในยางธรรมชาติอีพ็อกไซด์

3.3.3 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของน้ำมันถั่วเหลืองก่อนและหลังปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชัน

ทำการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของน้ำมันถั่วเหลือง น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ทางการค้า (ESO100) และน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ที่สังเคราะห์ได้ (ESO40) ดังรายละเอียดการวิเคราะห์ต่อไปนี้

3.3.3.1 ความถ่วงจำเพาะของวัตถุ (specific gravity)

ความถ่วงจำเพาะเป็นอัตราส่วนเปรียบเทียบระหว่างค่าความหนาแน่นของวัตถุกับค่าความหนาแน่นของของไหลมาตรฐาน ซึ่งของไหลมาตรฐานที่ใช้ได้แก่ น้ำ โดยที่น้ำมีความหนาแน่น 1 g/cm³ ดังนั้น ค่าความถ่วงจำเพาะของวัตถุใดๆ ที่ใช้ค่าความหนาแน่นของน้ำเป็นของไหลมาตรฐานในการเปรียบเทียบจึงมีค่าใกล้เคียงที่สุด หรือถือได้ว่าเท่ากับค่าความหนาแน่นของวัตถุนั้นๆ ค่าความหนาแน่นที่ได้จากการทดสอบ จึงเท่ากับค่าความถ่วงจำเพาะ เนื่องจากตัวอย่างที่ต้องการทดสอบเป็นของเหลวจึงสามารถหาค่าความถ่วงจำเพาะโดยใช้ไฮโดรมิเตอร์ (Hydrometer) ตามมาตรฐานทดสอบ ASTM D1298 โดยจุ่มไฮโดรมิเตอร์ลงในของเหลวที่ต้องการวัดค่าความหนาแน่น ปล่อยให้ไฮโดรมิเตอร์จมลงในของเหลวจนกระทั่งหยุดนิ่ง อ่านค่าความหนาแน่นจากระดับตัวเลขบนแท่งไฮโดรมิเตอร์

3.3.3.2 ค่ากรด (acid value)

ค่ากรดเป็นจำนวน mg ของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ต้องใช้ในการทำให้กรดอิสระเป็นกลางในน้ำมันหนัก 1 g บ่งบอกปริมาณของกรดอิสระที่มีในน้ำมัน มีวิธีการวิเคราะห์ตามมาตรฐาน ASTM D1639 ดังนี้คือ ซึ่งน้ำมันตัวอย่างให้มีน้ำหนักที่แน่นอน นำไปละลายในตัวทำละลายที่เป็นกลาง (เอทิลแอลกอฮอล์) นำไปไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.1 M (0.1 N KOH) ใช้ฟีนอล์ฟทาลีนเป็นอินดิเคเตอร์จนได้สารละลายสีชมพู นำปริมาตรของสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไตเตรตมาคำนวณหาค่าของกรดได้โดยใช้สูตรดังแสดงในสมการที่ 3.2

$$\text{acid value} = \frac{56.1 \times N \times V}{W} \quad (3.2)$$

โดยที่ V = ปริมาตรโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (ml)

N	=	ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (M)
W	=	น้ำหนักน้ำมัน (g)
56.1	=	น้ำหนักโมเลกุลของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (g/mol)

3.3.3.3 ค่าสaponification value

ค่าสaponification value เป็นค่าบ่งชี้ขนาดของโมเลกุลหรือน้ำหนักโมเลกุลของกรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบในโมเลกุลของน้ำมัน ถ้าค่าสaponification value สูงแสดงว่ากรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบในโมเลกุลของไตรกลีเซอไรด์มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ น้ำมันที่มีค่าสaponification value สูงจะมีโอกาสเกิดการเหม็นหืนแบบ hydrolytic rancidity มาก ค่าสaponification value จะรายงานเป็นจำนวนมิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ต้องใช้ในการเกิดปฏิกิริยา สaponification ในน้ำมันหนัก 1 g มีวิธีวิเคราะห์ตามมาตรฐาน ASTM D1962 ดังนี้ ซึ่งน้ำมันตัวอย่างที่ทราบน้ำหนักที่แน่นอนใส่ในขวดปฏิกิริยาขนาด 250 ml เติมสารละลายแอลกอฮอล์โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 50 ml ทำการ reflux เป็นเวลา 30 min ในอ่างน้ำเดือด กวนด้วยแท่งแม่เหล็กตลอดเวลา เมื่อครบ 30 min แล้วทิ้งให้เย็น นำมาไตเตรตกับสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid) ความเข้มข้น 0.5 M โดยใช้ฟีนอล์ฟทาลีน 2-3 หยด เป็นอินดิเคเตอร์

คำนวณหาค่าสaponification value ตามสมการที่ 3.3

$$\text{saponification value} = \frac{(B - V) \times N \times 56.1}{W} \quad (3.3)$$

โดยที่	B	=	ปริมาตรกรดที่ใช้ในการไตเตรตกับ blank (ml)
	V	=	ปริมาตรกรดที่ใช้ในการไตเตรตกับน้ำมัน (ml)
	N	=	ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (M)
	W	=	น้ำหนักน้ำมัน (g)
	56.1	=	น้ำหนักโมเลกุลโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (g/mol)

3.3.3.4 ค่าไอโอดีน (Iodine number)

ค่าไอโอดีนเป็นตัวบ่งชี้ว่าน้ำมันมีกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวเป็นองค์ประกอบอยู่ในโมเลกุลมากน้อยเพียงใด รายงานเป็นจำนวนกรัมของไอโอดีนที่ถูกดูดกลืนโดยน้ำมันจำนวน 100 g ถ้าค่าไอโอดีนสูงแสดงว่ามีปริมาณกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวเป็นองค์ประกอบมากและจะเกิดการเหม็นหืนชนิด oxidative rancidity ได้ง่ายด้วย วิธีการวิเคราะห์ค่าไอโอดีนตามมาตรฐาน ASTM D1959 มีดังนี้ ซึ่งน้ำมัน 0.1 - 0.5 g ให้น้ำหนักที่แน่นอน ใส่ลงในขวดขนาด 250 ml เติมคลอโรฟอร์ม 10 ml ตามด้วยสารละลาย Wiji's¹ ปริมาณ 25 ml ตั้งทิ้งไว้ในที่มืดประมาณ 1 h เขย่าเป็นครั้งคราว เติมสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ 20 ml เขย่าให้เข้ากันแล้วเติมน้ำกลั่น 100 ml จะได้ไอโอดีนออกมา ไตเตรตไอโอดีนที่เหลือด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟต 0.1 N ที่ละน้อยจนสีเหลืองจางลง เติมน้ำแข็งเป็นอินดิเคเตอร์ 1-2 หยด ไตเตรตต่อจนเปลี่ยนสีจากสีน้ำเงินเป็นไม่มีสี นำปริมาตรของโซเดียมไทโอซัลเฟตมาคำนวณหาค่าไอโอดีนดังสมการที่ 3.4

$$\text{Iodine value} = \frac{(B - V) \times N \times 126.9}{W} \times 100 \quad (3.4)$$

โดยที่	B	=	ปริมาตรสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ในการไตเตรตกับ blank (ml)
--------	---	---	---

¹ สารละลาย Wiji's ประกอบด้วย 8 g ของไอโอดีนไตรคลอไรด์ (ICI) ที่ละลายในกรดแอสซิติค 200 ml ผสมกับ 9 g ของไอโอดีนที่ละลายใน กรดแอสซิติค 400 ml เจือจางให้มีปริมาตร 1 L ด้วยกรดแอสซิติค

V	=	ปริมาตรสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ในการไตเตรดกับน้ำมัน (ml)
N	=	ความเข้มข้นของโซเดียมไทโอซัลเฟต (M)
W	=	น้ำหนักน้ำมัน (g)
126.9	=	น้ำหนักโมเลกุลไอโอดีน (g/mol)

3.3.3.5 กรดไขมันอิสระ (free fatty acid value, FFA)

กรดไขมันที่อยู่ในรูปอิสระจะถูกออกซิไดซ์ได้ง่ายกว่าที่อยู่ในรูปเอสเทอร์กับกลีเซอรอล วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณกรดไขมันอิสระตามมาตรฐาน ASTM D5555 มีดังนี้ ซึ่งตัวอย่างน้ำมัน 2 - 5 g (น้ำหนักที่แน่นอน) ละลายใน 95 % เอธิลแอลกอฮอล์ปริมาตร 100 ml นำมาไตเตรดกับสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 M ใช้ฟีนอล์ฟทาลีนเป็นอินดิเคเตอร์จนได้สารละลายสีชมพู นำปริมาตรของสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไตเตรดมาคำนวณหาปริมาณกรดไขมันอิสระดังสมการที่ 3.5

$$\% \text{FFA (as linoleic)} = \frac{V \times N \times M_w}{1000W} \times 100 \quad (3.5)$$

โดยที่	V	=	ปริมาตรโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (ml)
	N	=	ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (M)
	M _w	=	มวลโมเลกุลของกรดไลโนเลอิก
	W	=	น้ำหนักน้ำมัน (g)

3.3.3.6 การวิเคราะห์กรดไขมันเชิงปริมาณในน้ำมันถั่วเหลืองด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี

การทดสอบอ้างอิงตามมาตรฐาน EN 14110:2003 ใช้สภาวะการทดสอบดังนี้คือ อุณหภูมิส่วนที่ฉีดตัวอย่าง (Inlet temperature) เท่ากับ 290°C ใช้อุปกรณ์ตรวจจับชนิดเปลวไอออไนซ์เซชัน (Flame Ionization Detector) โดยอุณหภูมิของอุปกรณ์ตรวจจับ (Detector temperature) เท่ากับ 300°C อุณหภูมิของตัวเครื่อง (oven temperature) เริ่มต้นเท่ากับ 210°C ทิ้งไว้เป็นเวลา 12 min แล้วเพิ่มอุณหภูมิเป็น 250°C ด้วยอัตรา 20°C/min แล้วรักษาอุณหภูมิไว้ที่ 250°C เป็นเวลา 8 min เลือกใช้คอลัมน์ชนิด "Biodiesel for Fame" ขนาดความยาว 30 m ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายในคอลัมน์ 320 μm ความหนาของฟิล์มภายในคอลัมน์เท่ากับ 0.25 μm รายงานผลในรูปปริมาณกรดไขมัน (mg/l) และเปอร์เซ็นต์การเบี่ยงเบนสัมพัทธ์ (%RSD) การวิเคราะห์ปริมาณกรดไขมันของน้ำมันพืชต่างๆ สามารถนำมาประยุกต์คำนวณหาน้ำหนักโมเลกุลโดยเฉลี่ยของไตรกลีเซอไรด์หรือน้ำมันพืชได้ดังสมการที่ 3.6²

$$MW_{\text{triglyceride, avg}} = 3 \sum \left(\frac{\text{mol fraction} \times MW_{\text{FA}}}{100} \right) + MW_{\text{glycerol}} - 3 MW_{\text{H}_2\text{O}} \quad (3.6)$$

เมื่อ	MW _{triglyceride, avg}	=	น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของไตรกลีเซอไรด์
	mol fraction	=	สัดส่วนโมลของกรดไขมัน
	MW _{FA}	=	น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของกรดไขมัน
	MW _{glycerol}	=	น้ำหนักโมเลกุลของกลีเซอรอล = 92 g/mol
	MW _{H₂O}	=	น้ำหนักโมเลกุลของน้ำ = 18 g/mol

² (<http://www.biodiesel.eng.psu.ac.th/webboard/view.php, 2551>)

3.3.3.7 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยรังสีอินฟราเรด

วิธีการทดสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (fourier transform infrared spectrophotometer, FTIR) ทำโดยการหยดสารตัวอย่างที่ต้องการทดสอบลงบนเซลล์โซเดียมคลอไรด์ ประมาณ 1-2 หยด หรือในปริมาณที่น้อยที่สุด แล้วนำเซลล์ดังกล่าววางลงบนแท่นวางตัวอย่าง ในกรณีตัวอย่างเป็นแผ่นไบโอพลาสติกที่มีความหนาประมาณ 2-3 mm ให้วางลงบนแท่นวางตัวอย่างแทนการใช้เซลล์โซเดียมคลอไรด์ นำแท่นวางตัวอย่างเข้าสู่เครื่องทดสอบ ทำการทดสอบแบบแอทเทนนูเอตเตดโทโทลรีเฟลคชันอินฟราเรด (attenuated total reflection infrared, ATR) โดยใช้ช่วงเลขคลื่นในช่วง $400-4000\text{ cm}^{-1}$ ใช้จำนวนที่สแกน 256 ครั้ง รายงานผลในรูปแบบสเปกตรัมของอินฟราเรด

3.3.3.8 การหาความตึงผิวของน้ำมันถั่วเหลืองอิพ็อกซิไดซ์ด้วยเครื่อง Tensionmeter K6

ทดสอบที่อุณหภูมิ 20°C ปรับระดับเครื่องวัดความตึงผิวให้ลูกน้ำหนักอยู่ในตำแหน่งสมดุล นำ Platinum iridium ring มาแขวนไว้ตรงปลายของ Balance beam หมุนปุ่มสกรูที่หน้าปัดอ่านค่าความตึงผิวให้เข็มอยู่ที่ตำแหน่ง 0 นำตัวอย่างของเหลวใส่ภาชนะที่ใช้ทดสอบ แล้วนำมาวางบนแท่นรองรับภาชนะ โดยให้ Platinum iridium ring อยู่กลางภาชนะ โดยก่อนทดสอบกับตัวอย่างให้ทำ calibration เครื่องโดยนำน้ำหนักแล้ววัดค่าความตึงผิวที่อุณหภูมิ 20°C ให้ได้ค่าความตึงผิว 72.6 dyne/cm ปรับระดับแท่นรองรับภาชนะขึ้น-ลงด้วยปุ่มสกรู ปรับให้ภาชนะสูงขึ้นเพื่อให้ห่วงแขวนจมในตัวอย่างของเหลวประมาณ 5 mm และปรับให้ห่วงแขวนอยู่ที่ระดับผิวตัวอย่าง เริ่มทดลองโดยหมุนปุ่มสกรูที่หน้าปัดอ่านค่าความตึงผิวช้าๆ จนกระทั่งห่วงหลุดออกจากตัวอย่างของเหลว ค่าที่อ่านได้จากหน้าปัดคือค่าความตึงผิว

3.3.4 วิธีการขึ้นรูปแผ่นไบโอพลาสติกจากน้ำมันถั่วเหลืองอิพ็อกซิไดซ์

นำน้ำมันถั่วเหลืองอิพ็อกซิไดซ์ผสมกับสารเชื่อมโยงโมเลกุลตามปริมาณที่กำหนด กวนให้เข้ากัน เติมหิวด้วยแรงปฏิกิริยาตามปริมาณที่กำหนด กวนของผสมต่อไปประมาณ 3 min เทของผสมลงในเบ้าพิมพ์เพลลอนหรือเบ้าพิมพ์กระจกที่ทำแห้งไว้แล้ว กำหนดปริมาณที่เทลงไปเพื่อควบคุมความหนาของชิ้นงานให้ได้ 1.5 cm กำจัดฟองอากาศออกโดยซ้อนพลาสติกตะเบาๆ อบด้วยเตาอบโดยใช้อุณหภูมิต่างๆเป็นระยะเวลาต่างๆ

3.3.5 วิธีการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึง

นำแผ่นไบโอพลาสติกที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.4 ตัดเป็นชิ้นทดสอบรูปดัมเบลล์ ด้วยวิธีการ die-cut ที่มีรูปร่างตามมาตรฐาน ASTM D412C ทำการทดสอบ tensile properties ด้วยอัตราเร็วในการดึงเท่ากับ 50 mm/min ความยาวเริ่มต้นที่ใช้ในการคำนวณ (gauge length) เท่ากับ 35 mm ทำการทดสอบที่อุณหภูมิห้อง ทดสอบ 5 ชิ้นต่อตัวอย่าง รายงานผลด้วยค่าเฉลี่ย

3.3.6 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของแผ่นไบโอพลาสติก

3.3.6.1 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค thermogravimetric analysis

นำตัวอย่างแผ่นไบโอพลาสติกวิเคราะห์ด้วยเครื่อง PerkinElmer[®] TGA 7 ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิระหว่าง $30-550^{\circ}\text{C}$ ด้วยอัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 10°C/min

3.3.6.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค dynamic mechanical thermal analysis

นำตัวอย่างแผ่นไบโอพลาสติกวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Rheometric Scientific[®] DMTA V ที่อุณหภูมิระหว่าง $(-30) - 80^{\circ}\text{C}$ ด้วยอัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 2°C/min ใช้ความถี่ 1 Hz ควบคุมการดึงยืดที่ 0.01 %

3.3.6.3 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค differential scanning calorimetry

นำน้ำมัน ESO40 และ ESO100 ที่ผสม MTHPA ปริมาณ 50 - 70 pph และ 1-เมทิลอีมีตาโซล ปริมาณ 1 pph และแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 และ EO100 วิเคราะห์ด้วยเครื่อง PerkinElmer[®] DSC 7 ที่อุณหภูมิระหว่าง 50 – 200°C ด้วยอัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 10°C/min

3.3.6.4 การวัดความแข็ง

วัดความแข็ง (hardness) ตามมาตรฐาน ASTM D2240 แบบ shore A ใช้ชั้นทดสอบที่มีความหนาอย่างน้อย 6 mm ก่อนทดสอบทำการปรับเทียบ (calibration) เครื่องวัดความแข็งโดยใช้แท่งเหล็กที่มีรูตรงกลางวางให้ตรงกับหัวเข็มกดของเครื่อง แล้วปรับค่าที่หน้าปัดให้เป็นศูนย์ นำแท่งเหล็กที่มีค่าความแข็ง 40 shore A วางบนฐานของเครื่อง ทดสอบ กดหัวเข็มลงบนแท่งเหล็กที่มีค่าความแข็ง 40 shore A อ่านค่าความแข็ง ค่าที่ได้ควรกับ 40 shore A เมื่อทำการปรับเทียบเรียบร้อยแล้ว นำชั้นทดสอบวางไว้ให้ตรงกับหัวเข็มกด เลื่อนหัวเข็มกดลงบนชั้นทดสอบ โดยใช้น้ำหนักกดคงที่ 1 kg เป็นเวลา 30 sec ที่ตำแหน่งต่างๆ บนชั้นทดสอบ 5 ตำแหน่ง บันทึกค่าความแข็งของชั้นทดสอบในแต่ละจุด และใช้ค่าเฉลี่ยเป็นความแข็งของชั้นทดสอบ

3.3.6.5 การวัดความเหนียวแบบดึง

พื้นที่ใต้กราฟของ stress – strain curves บ่งบอกพลังงานที่ใช้ในการดึงยึดชั้นทดสอบจนขาด เรียกพลังงานนี้ว่าความเหนียวแบบดึง (tensile toughness)

3.3.6.6 การทดสอบการบวมตัวในสารละลาย

ตัดชิ้นตัวอย่างแผ่นไบโอพลาสติก ESO100 และ ESO40 ให้มีขนาดกว้าง 1 cm และยาว 1 cm ชั่งน้ำหนักชิ้นตัวอย่าง แชชิ้นตัวอย่างในตัวทำละลายประมาณ 5 ml ชั่งน้ำหนักชิ้นตัวอย่างหลังจากแช่ชิ้นตัวอย่างจนน้ำหนักคงที่ ทำการชั่งน้ำหนักตัวอย่างด้วยกระดาษชั่งชุก่อนชั่งน้ำหนัก คำนวณหาเปอร์เซ็นต์การบวมตัวของน้ำหนักชิ้นตัวอย่าง ตามสมการ 3.7 ทำการทดลอง 3 ชั้น รายงานค่าเฉลี่ย

$$\text{Degree of swelling} = \frac{W_w - W_d}{W_d} \times 100 \quad (3.7)$$

เมื่อ	Degree of swelling	=	เปอร์เซ็นต์การบวมตัวของชิ้นตัวอย่าง
	W_w	=	น้ำหนักของชิ้นตัวอย่างหลังแช่ตัวทำละลาย
	W_d	=	น้ำหนักของชิ้นตัวอย่างก่อนแช่ตัวทำละลาย

ตัวอย่างแผ่นไบโอพลาสติกที่ใช้ทดสอบในหัวข้อ 3.3.6.5 - 3.3.6.8 จะเป็นตัวอย่างเดียวกัน คือ ถ้าเป็น ESO40 จะมีการเติม MTHPA 60 pph และ 1-เมทิลอีมีตาโซล 1 pph อบที่ 150°C เป็นเวลา 75 min ส่วน ESO100 จะมีการเติม MTHPA 40 pph และ 1-เมทิลอีมีตาโซล 1 pph อบที่ 135°C เป็นเวลา 60 min

3.3.6.7 ทดสอบการบ่มด้วยความร้อน (thermal aging)

ตัดแผ่นไบโอพลาสติก ESO100 และ ESO40 เป็นชั้นทดสอบรูปดัมเบลล์ตามมาตรฐาน ASTM D412 ใช้เครื่องตัดชั้นทดสอบแบบ die C วัดความหนาและความกว้างของชั้นทดสอบ 3 ตำแหน่งในช่วงระยะ L_0 หากค่าเฉลี่ยของความหนาและความกว้าง นำชั้นทดสอบเข้าตู้อบความร้อนที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 h แล้วนำไปทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึง ใช้ความเร็วในการดึง 50 mm/min ทำการทดสอบ 5 ชิ้นต่อ 1 ตัวอย่าง คำนวณการเปลี่ยนแปลงสมบัติความทนต่อแรงดึงก่อนและหลังการบ่มด้วยความร้อน เมื่อเทียบกับค่าเริ่มต้นก่อนบ่ม รายงานผลเป็นเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงการคำนวณเป็นไปทำนองเดียวกันกับสมการที่ 3.7

3.3.6.8 ทดสอบความต้านทานต่อโอโซน

นำแผ่น ESO40 และ ESO100 ตัดเป็นรูปดัมเบลล์เช่นเดียวกันกับข้อ 3.3.6.7 ดึงยืด 3% วางทิ้งไว้ในที่มีดเป็นเวลา 24 h ก่อนนำขึ้นทดสอบเข้าเครื่องทดสอบโอโซนที่มีความเข้มข้นของโอโซนเท่ากับ 50 pphm ภายใต้อุณหภูมิ 40°C ใช้แว่นขยายตรวจหารอยแตกของชั้นทดสอบ บันทึกลักษณะทางกายภาพของชั้นทดสอบ

3.3.7 การทดสอบการเคลือบผิว ESO100 บนไม้ยางพารา

ตัดไม้ยางพาราที่หนา 1-1.5 cm ให้มีขนาด กว้าง 4 cm และ ยาว 5 cm ทำความสะอาดผิวไม้ด้วยกระดาษทรายสำหรับขัดไม้ จากนั้นนำไม้ไปจุ่มในสารละลายอะซิโตนเพื่อกำจัดฝุ่นที่ติดตามผิวหน้าไม้อีกครั้ง นำไม้ไปอบที่อุณหภูมิ 50-60°C เพื่อไล่ความชื้นที่อยู่ในเนื้อไม้ นำ ESO100 ผสมกับ MTHPA ในสัดส่วน 40, 50 และ 60 pph ซึ่งน้ำหนักเทียบกับ 100 ส่วนโดยน้ำหนักของ ESO เติมตัวเร่งปฏิกิริยา 1-เมทิลอีมีดาโซลในปริมาณ 1 pph กวนให้เข้ากัน สังเกตความหนืดของสารที่เตรียมได้ เคลือบไม้โดยการจุ่มหรือทาแล้วนำไม้ไปวางบนถาดโดยใช้ลูกน้าทำการปรับระดับความสม่ำเสมอของถาด อบไม้ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 1, 2 และ 3 h ตามลำดับ นำไม้ออกจากตู้อบ สังเกตลักษณะของ ESO100 ที่เคลือบบนผิวไม้

ทำการทดลองปรับความหนืดของ ESO ก่อนนำไปเคลือบ ทำการทดลอง 2 ชุด ดังนี้ นำ ESO ผสมกับ MTHPA ในสัดส่วน 60 pph เติมตัวเร่งปฏิกิริยา 1-เมทิลอีมีดาโซล ในปริมาณ 1 pph กวนให้เข้ากัน วางทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1, 2, 3, 4 h สังเกตลักษณะ ESO ที่ได้ก่อนจะนำไปเคลือบบนไม้ยางพาราด้วยวิธีเดียวกันกับที่กล่าวมาแล้ว ส่วนชุดที่ 2 นำ ESO ผสมกับ MTHPA ในสัดส่วน 60 pph เติมตัวเร่งปฏิกิริยา 1-เมทิลอีมีดาโซล ในปริมาณ 1 pph กวนให้เข้ากัน ก่อนนำไปอบที่อุณหภูมิ 80, 90 และ 100°C เป็นเวลา 1, 2, 3, 4 และ 5 h ตามลำดับ เมื่อครบเวลาที่กำหนดนำออกจากตู้อบ ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องหรือน้ำเย็นเป็นเวลา 1 และ 2 h สังเกตความหนืดของ ESO ที่ได้ นำไปเคลือบไม้โดยการจุ่มแล้วนำไม้ไปอบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 1 h

3.3.8 การเตรียมแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซีไดซ์ผสมดินเหนียวปรับสภาพ

3.3.8.1 การศึกษาการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลายและในน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซีไดซ์

ทดสอบการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลาย (อะซิโตนและคลอโรฟอร์ม) และใน ESO มีขั้นตอนการทดสอบดังนี้ เตรียมสารละลายดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลายทั้งสองชนิดให้มีความเข้มข้น 5 wt% โดยซึ่งดินเหนียวปรับสภาพปริมาณ 1 g และตัวทำละลายหรือ ESO ปริมาณ 20 g ลงในบีกเกอร์ วางในเครื่องโซนิกเคชันขนาดความถี่ 60 kHz เป็นเวลา 4 h หลังจากนั้นตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 12 h สังเกตลักษณะทางกายภาพและการกระจายตัวของสารละลายดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลายทั้งสองชนิด เปรียบเทียบระดับความสูงการฟองตัวของดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลาย/น้ำมัน

3.3.8.2 การเตรียมน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซีไดซ์ผสมดินเหนียวปรับสภาพนาโนคอมโพสิตด้วยเทคนิคการละลาย

อบดินเหนียวปรับสภาพที่อุณหภูมิ 105°C ในตู้อบสุญญากาศเพื่อไล่ความชื้นก่อนนำไปใช้ เตรียมสารละลายดินเหนียวปรับสภาพ โดยใช้ปริมาณดินเหนียวปรับสภาพตามสัดส่วนที่คำนวณไว้ โดยทำการแปรปริมาณของดินเหนียวปรับสภาพ ตั้งแต่ 1, 3, 5 และ 8 wt% เทียบกับน้ำหนักของ ESO ลงในบีกเกอร์และเติมตัวทำละลาย (คลอโรฟอร์ม) ใช้สัดส่วนดินเหนียวปรับสภาพ 1kg ต่อตัวทำละลาย 30 L นำไปวางในเครื่องโซนิกเคชันขนาดความถี่ 60 kHz เป็นเวลา 4 h ซึ่ง ESO ปริมาณ 150 g เติมลงในสารละลายดินเหนียวปรับสภาพในข้อ 2 ใช้แท่งแม่เหล็กกวนให้เข้ากัน แล้วนำไปวางในเครื่องโซนิกเคชันอีก 4 h ระบายคลอโรฟอร์มด้วยเครื่องกลั่นตัวทำละลายแบบหมุน นำไปอบด้วยเครื่องอบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 24 h ทำการวัดความหนืดบรูคฟิลด์ โดยใช้เข็มเบอร์ 2 ทำการวัดทุกความเร็วตั้งแต่ 6, 12, 30 และ 60 rpm บันทึกผล 3 ครั้งและรายงานค่าเฉลี่ย

3.3.8.3 การขึ้นรูปน้ำมันถั่วเหลืองอิพ็อกซิไดซ์ผสมดินเหนียวปรับสภาพนาโนคอมโพสิต

นำน้ำมันถั่วเหลืองอิพ็อกซิไดซ์ชนิด ESO100 ที่ผสมดินเหนียวปรับสภาพนาโนคอมโพสิตใน ปริมาณที่กำหนดใส่ในบีกเกอร์ เติมน้ำเชื่อมโยง MTHPA ปริมาณ 40 pph แล้วตามด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด 1-เมทิลอิมิดาโซล ปริมาณ 1 pph กวนให้เข้ากันด้วยแท่งแม่เหล็กประมาณ 3 min ใส่ฟองอากาศที่เกิดขึ้นในตู้อบสุญญากาศเป็นเวลา 10 min เทของผสมลงในเบ้ากระจกที่มีความหนา 3 mm กำหนดปริมาณที่เทลงไปเพื่อควบคุมความหนาของชิ้นงาน นำไปอบในตู้อบความร้อนที่อุณหภูมิ 135°C เป็นเวลา 60 min และแผ่นชิ้นงานออกจากเบ้ากระจก นำไปทดสอบสมบัติต่างๆ

3.3.9 การวัดความหนืดด้วยเครื่องวัดความหนืดบรูคฟิลด์

ปรับบริเวณขาตั้งของเครื่องวัดความหนืด ให้ตำแหน่งของลูกน้ำอยู่ตรงกลางพร้อมทั้งใส่เข็มวัด โดยเลือกขนาดของเข็มวัดให้มีความเหมาะสม นำตัวอย่างน้ำมันที่ต้องการทดสอบใส่ภาชนะทรงสูงในปริมาณ 100 ml ปรับระดับของเข็มวัดให้จมลงในตัวอย่างน้ำมัน โดยให้ระดับของตัวอย่างอยู่เหนือซีตระดับบน เข้มพอสมควร ทำการวัดความหนืดโดยใช้ความเร็วรอบของแกนหมุนที่แตกต่างกัน ทำการวัดประมาณ 3 ครั้ง จดบันทึกและนำค่าที่ได้จากการอ่านสเกลคูณด้วยค่าคงที่ตามชนิดของเข็มและความเร็วที่ใช้ จะได้เป็นค่าความหนืด

3.3.10 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของน้ำมันถั่วเหลืองอิพ็อกซิไดซ์ผสมดินเหนียวปรับสภาพ

3.3.10.1 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์

วิธีการหาค่าระยะห่างระหว่างชั้น (d-spacing) ของดินเหนียวปรับสภาพด้วยเครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD) มีขั้นตอนการทดสอบดังนี้ ตัดแผ่นของน้ำมันถั่วเหลืองอิพ็อกซิไดซ์ผสมดินเหนียวปรับสภาพนาโนคอมโพสิต ขนาดความกว้าง 2.5 cm ความยาว 2.5 cm วางทาบลงบนแผ่นกระจกขนาดเดียวกัน ทาบแผ่นน้ำมันถั่วเหลืองอิพ็อกซิไดซ์ผสมดินเหนียวปรับสภาพนาโนคอมโพสิตให้แน่นบนแผ่นกระจกด้วยเทปกาวสองหน้าโดยไม่ให้มีฟองอากาศระหว่างแผ่นฟิล์มและกระจก นำแผ่นกระจกที่ติดน้ำมันถั่วเหลืองอิพ็อกซิไดซ์ผสมดินเหนียวปรับสภาพนาโนคอมโพสิต วางลงในช่องใส่ตัวอย่าง นำช่องใส่ตัวอย่างเข้าสู่แท่นวางตัวอย่างภายในเครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ ทำการทดสอบโดยใช้อัตรามุมตกกระทบของรังสีเอกซ์ต่อเวลาเท่ากับ 0.02°/3s เลือกรมุมองศาในการทดสอบตั้งแต่ 1-10° ใช้กำลังไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าในการทดสอบเท่ากับ 40 kV และ 40 mA ตามลำดับ แบบแผนการเลี้ยวเบน (XRD pattern) ที่ตรวจสอบได้ เป็นความสัมพันธ์ระหว่างมุมองศาที่รังสีเอกซ์เกิดการเลี้ยวเบนและผลึกของสารที่ทำกรทดสอบ นำค่ามุมองศาที่ได้จากการทดสอบจากเครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์มาคำนวณค่าระยะห่างระหว่างชั้นของดินเหนียวตามสมการ 3.8

$$\lambda = 2d\sin\theta \quad (3.8)$$

เมื่อ	λ	=	ความยาวคลื่น (nm)
	d	=	ระยะห่างระหว่างชั้นของผลึก (Å)
	θ	=	มุมของการเลี้ยวเบน

3.3.10.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของดินเหนียวปรับสภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

ทำการตัดตัวอย่างตามความหนาของชิ้นทดสอบด้วยเครื่องอัลตราคัทไมโครโทม (ultracut microtome) ที่อุณหภูมิในการตัด -110°C ถ่ายภาพที่ก่าลังขยายตั้งแต่ 25,000-100,000 เท่า ภายใต้กำลังไฟฟ้า 160 kV

บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 การวิเคราะห์การเกิดอีพอกซิเดชัน

ในช่วงเริ่มต้นของการทดลองได้ทำการทดลองปรับเปลี่ยนปริมาณสารเคมีต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 4.1 และทำการวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อีพอกไซด์ด้วยการไตเตรตด้วยกรดโบรมิกและด้วยเครื่อง $^1\text{H-NMR}$

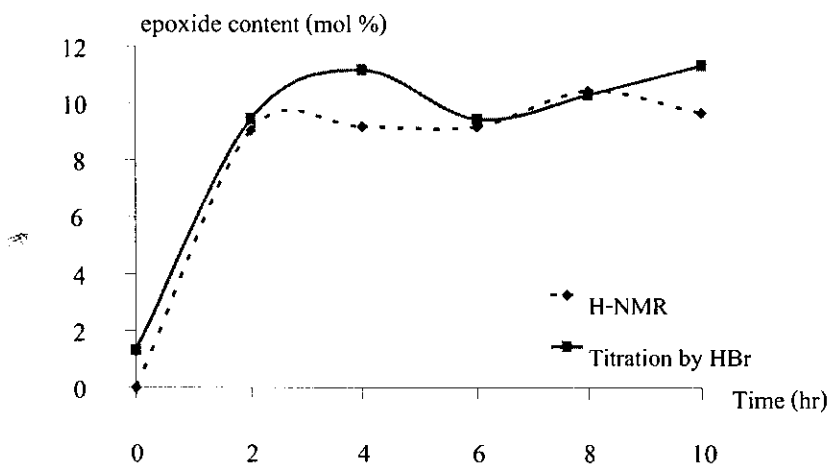
ตารางที่ 4.1 สูตรการสังเคราะห์ครั้งที่ 1

น้ำมันถั่วเหลือง	กรดแอซิดิก	ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์	กรดซัลฟิวริก
0.114 mol	0.139 mol	0.210 mol	0.0019 – 0.0094 mol
100 g	4.36 g	9.75 g	0.1 – 0.5 ml

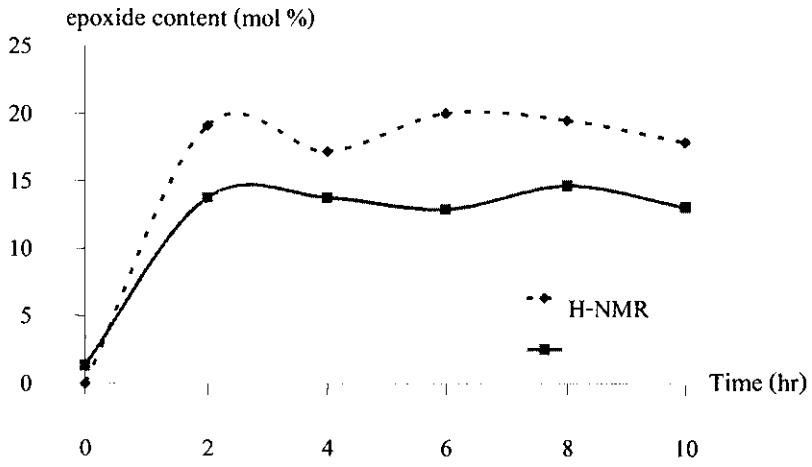
จำนวนตัวอย่างที่สังเคราะห์สรุปในตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณอีพอกไซด์ด้วยเทคนิคการไตเตรตด้วยกรดโบรมิกและเครื่อง $^1\text{H-NMR}$ ของตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ตามตารางที่ 4.2 แสดงในรูปที่ 4.1a – 4.1e ถึง 4.3a – 4.3e สำหรับการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 55, 60 และ 65°C ตามลำดับ ซึ่งผลการไตเตรตมีค่าต่างจากผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง $^1\text{H-NMR}$

ตารางที่ 4.2 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์

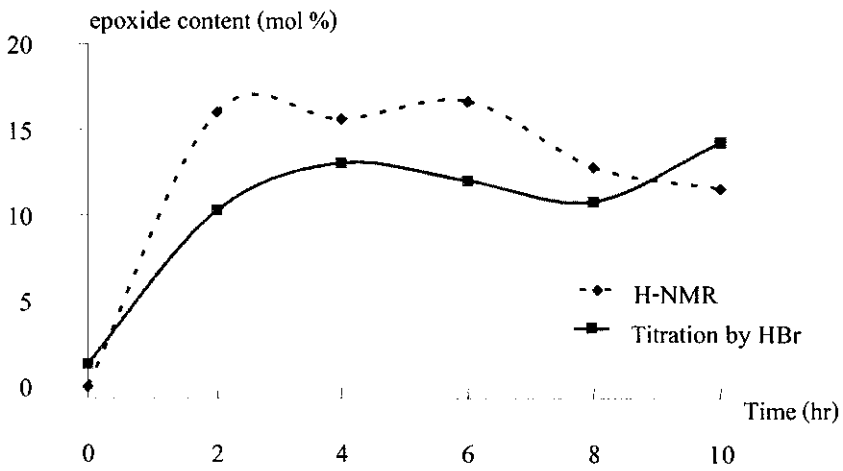
อุณหภูมิ ($^\circ\text{C}$)	ปริมาณ H_2SO_4 (ml)	เวลาที่ใช้ (h)
55	0.50, 0.35, 0.25, 0.15, 0.10	2, 4, 6, 8 และ 10
60	0.50, 0.35, 0.25, 0.15, 0.10	2, 4, 6, 8 และ 10
65	0.50, 0.35, 0.25, 0.15, 0.10	2, 4, 6, 8 และ 10



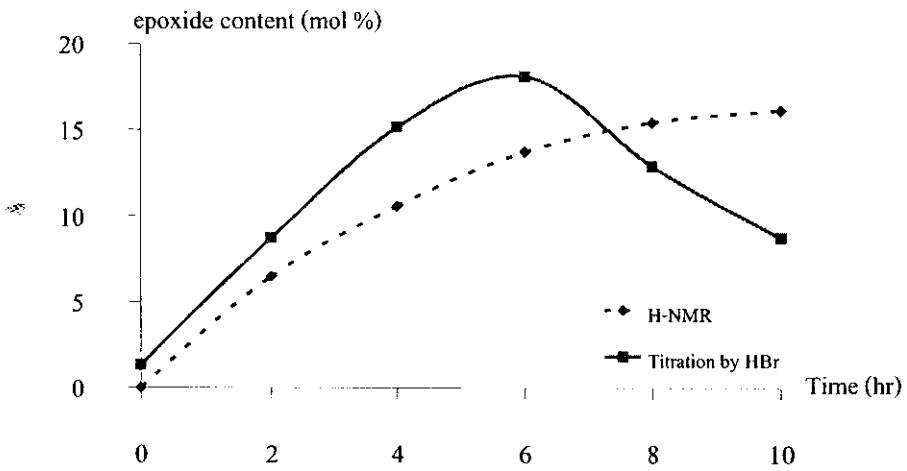
รูปที่ 4.1a



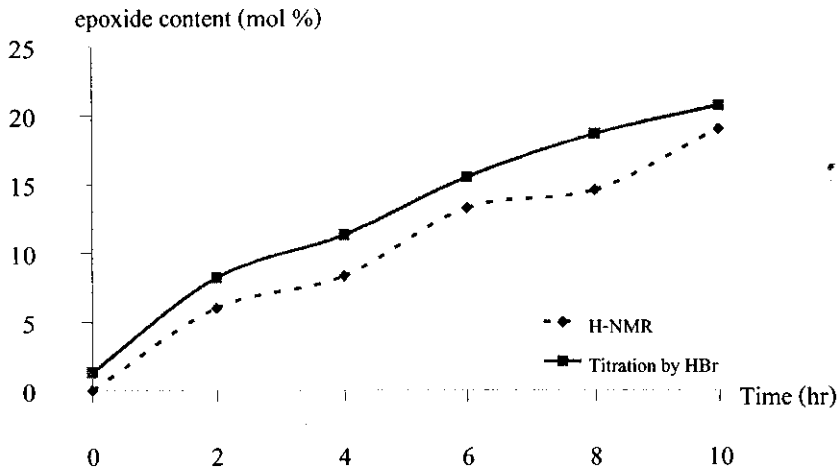
รูปที่ 4.1b



รูปที่ 4.1c

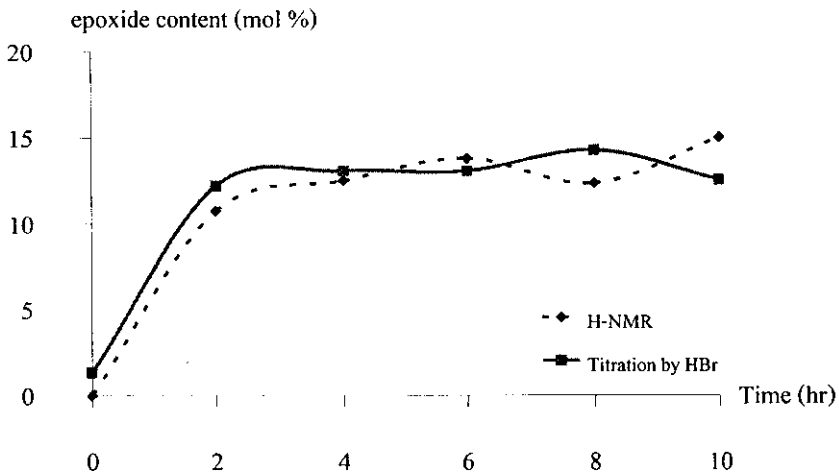


รูปที่ 4.1d

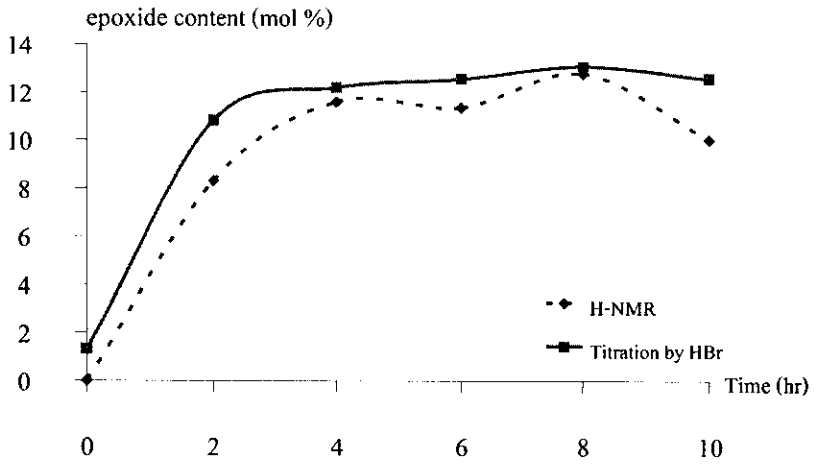


รูปที่ 4.1e

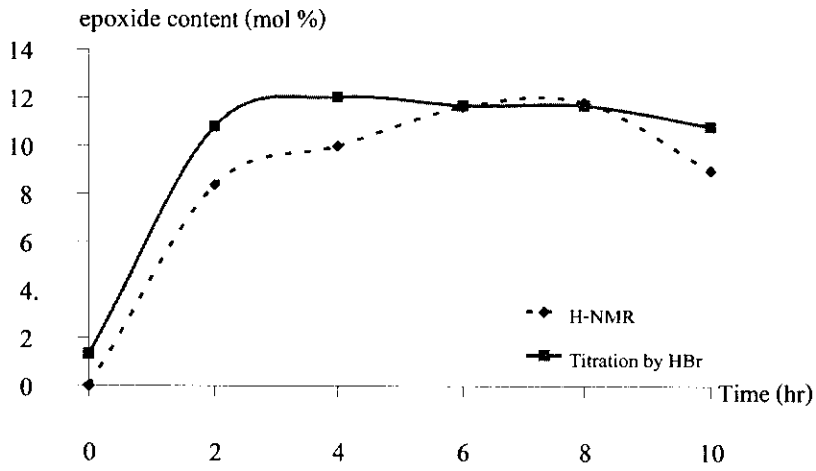
รูปที่ 4.1 ปริมาณอีพอกไซด์ที่วิเคราะห์ได้ด้วยการไตเตรตด้วยกรดโบรมิกและเครื่อง $^1\text{H-NMR}$ ของน้ำมัน ถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ที่สังเคราะห์ที่ 55°C ใช้ปริมาณกรดซัลฟิวริกต่างกัน (a) 0.50 ml, (b) 0.35 ml, (c) 0.25 ml, (d) 0.15 ml และ (e) 0.10 ml



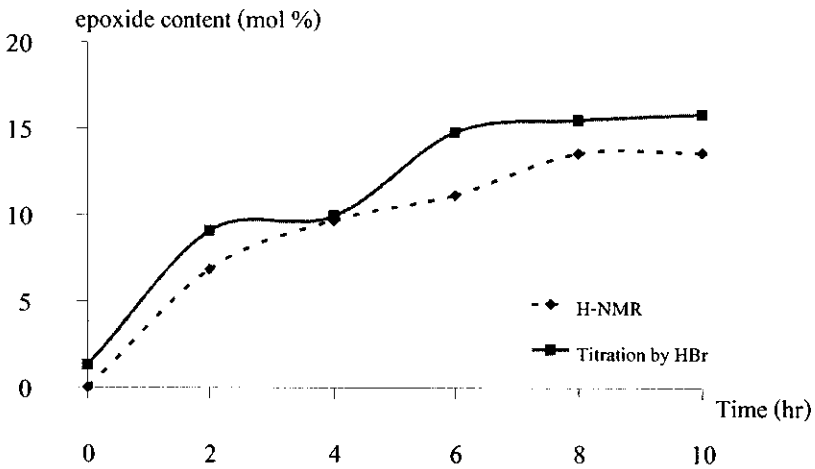
รูปที่ 4.2a



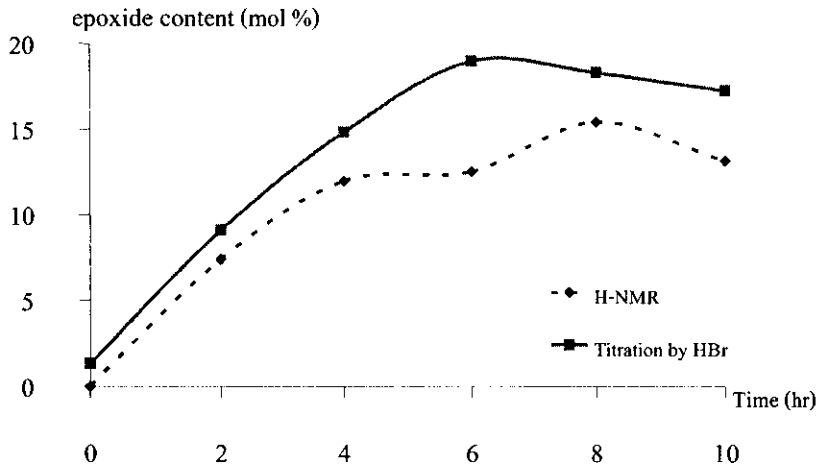
រូបភាព 4.2b



រូបភាព 4.2c

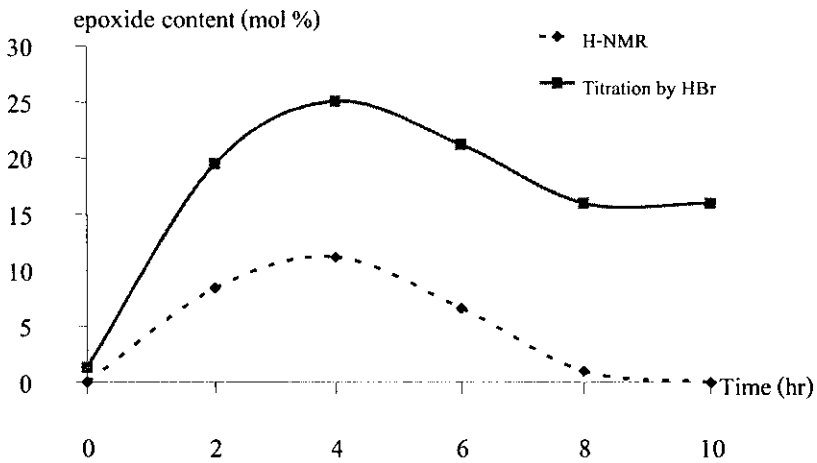


រូបភាព 4.2d

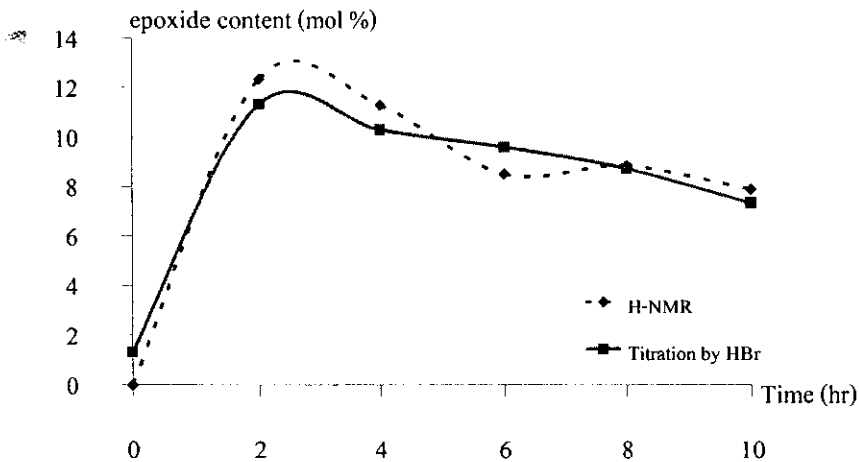


รูปที่ 4.2e

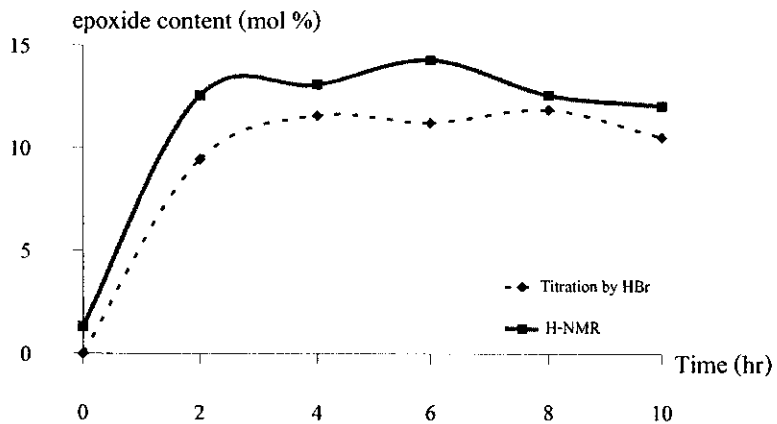
รูปที่ 4.2 ปริมาณอีพอกไซด์ที่วิเคราะห์ได้ด้วยการไทเทรตด้วยกรดโบรมิกและเครื่อง $^1\text{H-NMR}$ ของน้ำมัน ถั่วเหลืองอีพอกไซด์ที่สังเคราะห์ที่ 60°C ใช้ปริมาณกรดซัลฟิวริกต่างกัน (a) 0.50 ml, (b) 0.35 ml, (c) 0.25 ml, (d) 0.15 ml และ (e) 0.10 ml



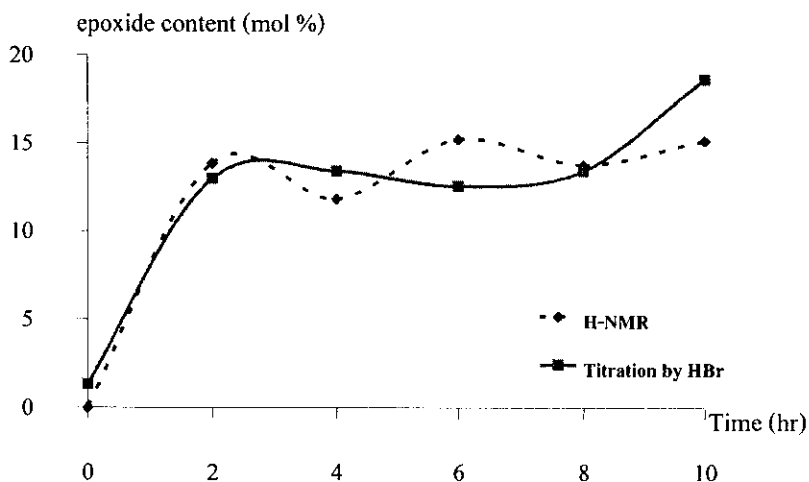
รูปที่ 4.3a



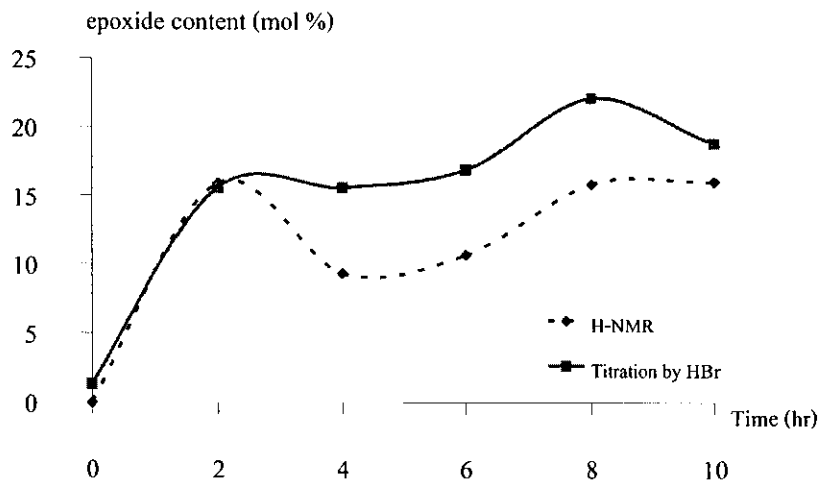
รูปที่ 4.3b



รูปที่ 4.3c



รูปที่ 4.3d



รูปที่ 4.3e

รูปที่ 4.3 ปริมาณอีพอกไซด์ที่วิเคราะห์ได้ด้วยการไตเตรตด้วยกรดโบรมิกและเครื่อง $^1\text{H-NMR}$ ของน้ำมัน ถั่วเหลืองอีพอกไซด์ที่สังเคราะห์ที่ $65\text{ }^\circ\text{C}$ ใช้ปริมาณกรดซัลฟิวริกต่างกัน (a) 0.50 ml, (b) 0.35 ml, (c) 0.25 ml, (d) 0.15 ml และ (e) 0.10 ml

จะเห็นได้ว่าผลการไตเตรตจะให้ค่าที่สูงกว่าการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง $^1\text{H-NMR}$ ซึ่งน่าจะเกิดจากข้อบกพร่องในการไตเตรต ที่จะต้องใช้สายตาของนักวิจัยสังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของสารละลาย จึงทำให้มีข้อผิดพลาดในการทดลองได้ง่าย ด้วยเหตุนี้จึงไม่นิยมใช้การไตเตรตในการวิเคราะห์หาปริมาณอีพอกไซด์ในปัจจุบันนี้ เนื่องจากสูตรที่ใช้สังเคราะห์ในการทดลองตอนนี้ เป็นสูตรที่ใช้ศึกษาเบื้องต้น และเป็นสูตรที่ไม่เหมาะสมต่อการนำไปใช้จริง จึงได้มีการปรับสูตรโดยเพิ่มปริมาณสารเคมี ดังนั้นจึงเลือกใช้การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง $^1\text{H-NMR}$ เพียงอย่างเดียวเท่านั้น ในการทดลองครั้งต่อไป โดยผลการทดลองที่จะรายงานต่อไปนี้เป็นผลการทดลองที่ได้จากสภาวะการทดลองครั้งที่ดีที่สุด คือ อัตราส่วนสารเคมี ดังนี้ น้ำมันถั่วเหลือง : กรดแอซิดิก : ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ : กรดซัลฟิวริก เท่ากับ 1 : 3 : 5 : 0.0092 (by mol) อุณหภูมิ 55°C เป็นเวลา 7 h

การควบคุมอุณหภูมิในการสังเคราะห์มีความสำคัญต่อปฏิกิริยาอย่างมาก ในการสังเคราะห์ชุดแรก ได้ผลการทดลองที่แปรปรวนมาก ดังที่แสดงไว้ในตารางที่ 4.3 สาเหตุเนื่องมาจากเครื่องให้ความร้อนไม่มีคุณภาพ เมื่อซื้อเครื่องใหม่ สามารถควบคุมปฏิกิริยาได้ ตามผลการทดลองที่แสดงในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์ปริมาณอีพอกไซด์จากการใช้เครื่องให้ความร้อนเครื่องเก่า

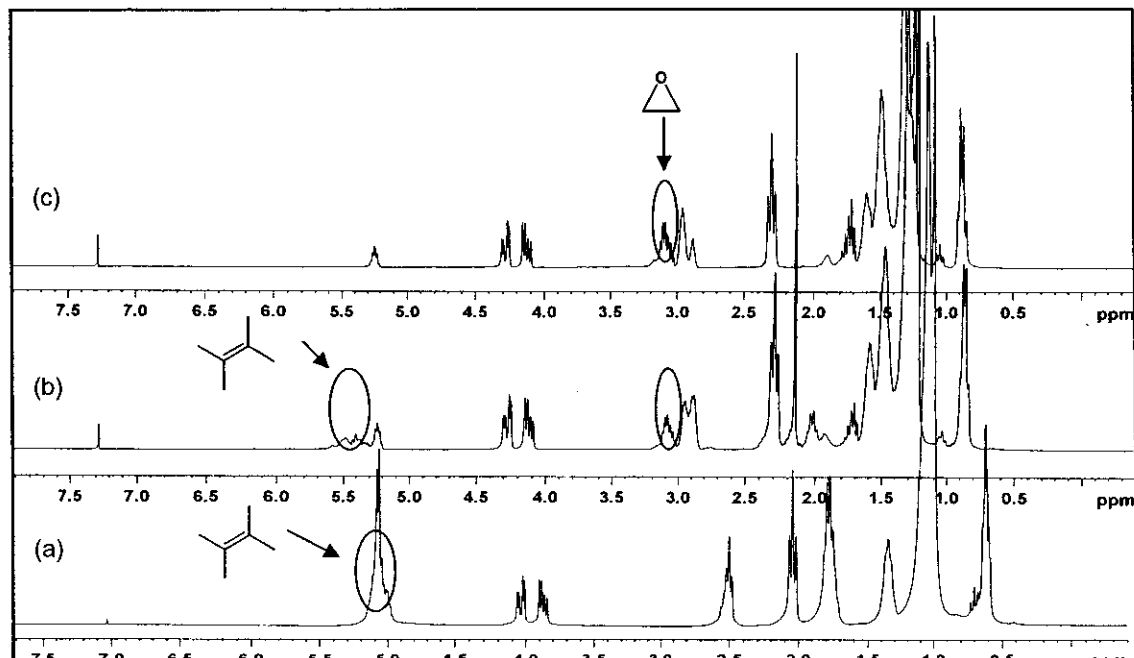
Run number	Epoxide content (%)	Run number	Epoxide content (%)
1	16.90	7	32.72
2	28.70	8	50.86
3	28.06	9	40.63
4	26.51	10	55.10
5	41.71	11	35.58
6	38.38	12	36.92

จากตารางที่ 4.3 พบว่าการสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ที่ได้นั้นให้ปริมาณหมู่อีพอกไซด์อยู่ในช่วงกว้าง ตั้งแต่ 16.90–55.10 mol% สาเหตุมาจากการควบคุมอุณหภูมิจากเครื่องให้ความร้อนซึ่งยังไม่คงที่ตามต้องการ จึงได้เปลี่ยนเครื่องให้ความร้อนใหม่ โดยใช้สภาวะการสังเคราะห์คงเดิม ซึ่งจากการสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ทั้ง 25 ครั้ง ครั้งละ 200 g จะให้ปริมาณหมู่อีพอกไซด์ค่อนข้างคงที่ประมาณ $40.10 \text{ mol}\% \pm 2.89$ ดังแสดงในตารางที่ 4.4 นำน้ำมันถั่วเหลืองและน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ที่ผลิตทางการค้า (Vikoflex[®] 7170) ซึ่งมีจำนวนโมลอีพอกไซด์เช่นเท่ากับ 100% ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง $^1\text{H-NMR}$ ได้ผลการทดลองเป็นไปตามที่คาดไว้ คือ สเปกตรัมจาก $^1\text{H-NMR}$ ของน้ำมันถั่วเหลืองไม่แสดงพีคของหมู่อีพอกไซด์ ในขณะที่ Vikoflex[®] 7170 แสดงปริมาณ 100 mol% epoxidation ดังที่แสดงไว้ในรูปที่ 4.4 สารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์คือดิททอเรนเทคคลอโรฟอร์ม

ตารางที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์ปริมาณอีพอกไซด์จากการใช้เครื่องให้ความร้อนเครื่องใหม่

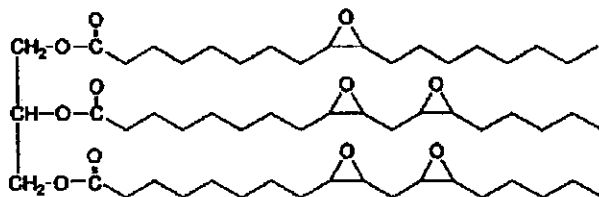
Run number	Epoxide content (%)	Run number	Epoxide content (%)
1	39.89	14	43.86
2	38.83	15	39.05
3	43.19	16	48.04
4	41.30	17	40.09
5	41.71	18	37.44
6	39.93	19	41.53
7	40.82	20	36.38
8	37.44	21	35.65

9	34.54	22	39.07
10	39.88	23	43.20
11	38.20	24	40.29
12	38.07	25	41.52
13	42.62	Average \pm STDV	40.10 \pm 2.89



รูปที่ 4.4 สเปกตรัมจาก $^1\text{H-NMR}$ ของ (a) น้ำมันถั่วเหลือง, (b) ESO40 ที่ได้จากการสังเคราะห์ และ (c) ESO100 ชนิด Vikoflex[®] 7170

ผลการวิเคราะห์หาปริมาณอีพอกไซด์ของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ ด้วยเครื่อง $^1\text{H NMR}$ แสดงในรูปที่ 4.4 โดยรูปที่ 4.4(a) เป็นสเปกตรัมของน้ำมันถั่วเหลือง พีคที่สำคัญคือ พีคที่ตำแหน่ง δ 5.0 - 5.3 ppm ซึ่งเป็นพีคที่ shift มาจากพีค δ 5.3-5.6 ppm ซึ่งบ่งบอกถึงพันธะคู่ (C=C) รูปที่ 4.4(b) เป็นสเปกตรัมของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ พบว่าตำแหน่ง δ 5.3-5.6 ppm ในน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์มีความเข้มของสัญญาณลดลงอย่างมาก ในขณะที่เดียวกัน จะมีพีคที่ตำแหน่งใหม่เกิดขึ้นที่ δ 3.0-3.15 ppm ซึ่งเป็นตำแหน่งของอีพอกไซด์โปรตอน พีคนี้จะไม่ปรากฏในสเปกตรัมของน้ำมันถั่วเหลือง ปริมาณอีพอกไซด์ที่เกิดขึ้นสามารถคำนวณได้จากสมการ 3.1 ส่วนรูปที่ 4.4(c) เป็นสเปกตรัมของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ที่ได้จากการค้า พบว่าจะมีพีคที่ตำแหน่งใหม่เกิดขึ้นที่ δ 3.0-3.15 ppm ซึ่งเป็นตำแหน่งของอีพอกไซด์โปรตอน และไม่พบพีคที่ δ 5.3-5.6 ppm ซึ่งเป็นตำแหน่งของพันธะคู่ แสดงว่าโครงสร้างทางเคมีของน้ำมันถั่วเหลืองนั้นพันธะคู่ทั้งหมดถูกเปลี่ยนเป็นวงแหวนอีพอกไซด์แสดงในรูปที่ 4.5

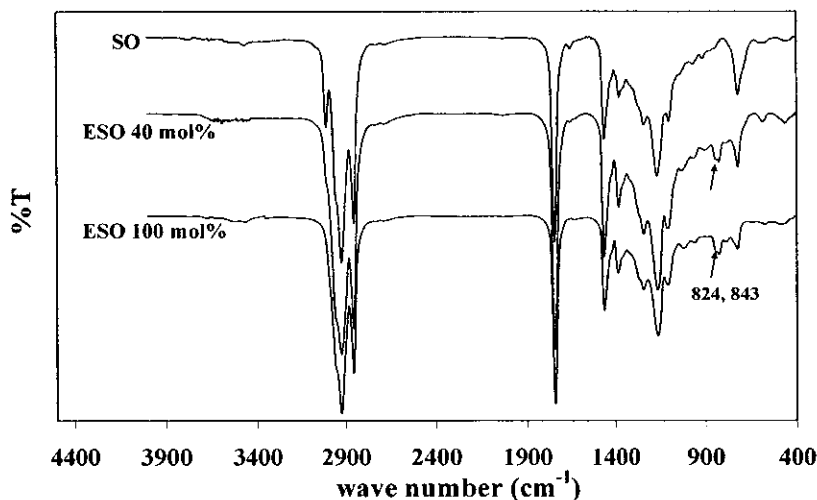


รูปที่ 4.5 โครงสร้างทางเคมีของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ที่มีปริมาณอีพอกไซด์ 100 mol% (Rusch et al., 1999)

ผลการวิเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ด้วยเครื่อง FTIR แสดงในรูปที่ 4.6 พบว่าน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ 40 mol% ที่ได้จากการสังเคราะห์นั้นจะพบพีคที่ตำแหน่งเลขคลื่นประมาณ 824 และ 843 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งของหมู่อีพอกไซด์ (Soo *et al.*, 2004) น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ที่ได้จากการการค้าก็แสดงพีคดังกล่าวด้วย ส่วนน้ำมันถั่วเหลืองจะไม่พบพีคนี้

สภาวะการสังเคราะห์ที่เลือกใช้นี้ ดัดแปลงมาจาก Soo และคณะ (2004) และเป็นสภาวะที่ให้หมู่อีพอกไซด์เฉลี่ย 40 mol% ซึ่งน่าจะเหมาะต่อการนำไปใช้งาน เพราะยังคงมีความยืดหยุ่นอยู่มากกว่า น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ที่มีปริมาณหมู่อีพอกไซด์ 100 mol% ที่ผลิตขายในทางการค้า

ที่กล่าวมาเบื้องต้นนี้เป็นผลการทดลองที่ใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา คือเป็นตัวให้โปรตอน กระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน ปัจจุบันนี้มีการใช้ cationic exchange resin แทนกรดซัลฟิวริก เนื่องจากถึงปฏิกิริยามีลักษณะเป็นคอลลิมน์ การใช้เม็ดเรซินเหล่านี้จะทำให้สะดวกต่อกระบวนการสังเคราะห์ เพราะน้ำมันถั่วเหลืองจะไหลตามคอลลิมน์ที่มีการบรรจุเม็ดเรซินเหล่านี้ไว้แล้ว การทดลองที่ใช้ Amberlite® IR-120 แทนที่กรดซัลฟิวริกนั้น ได้ใช้อัตราส่วนน้ำมันและสารเคมีเดียวกัน คือ สัดส่วนโมลของน้ำมันถั่วเหลือง : กรดแอซิดิก : ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เท่ากับ 1 : 3 : 5 อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์เท่ากับ 55°C เป็นเวลา 7 h ทดลองแปรปริมาณของเรซินตามตารางที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์ปริมาณอีพอกไซด์ด้วยเครื่อง $^1\text{H-NMR}$ แสดงในตารางที่ 4.5



รูปที่ 4.6 สเปกตรัมจาก FTIR ของน้ำมันถั่วเหลือง (SO), น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ที่สังเคราะห์ได้ (ESO40) และน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ทางการค้า, Vikoflex® 7170 (ESO100)

ตารางที่ 4.5 ผลการสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์โดยการใช้ Amberlite® IR-120

Condition	A1	A2-1	A2-2	A3-1	A3-2
Soybean oil (g)	200	200	200	200	200
CH ₃ COOH (g)	50.4	50.4	50.4	50.4	50.4
30% H ₂ O ₂ (g)	158.8	158.8	158.8	158.8	158.8
Amberlite (g)	50	25	21	21	21
Epoxide content (%)	88.41	61.62	62.37	30.71	31.02

วิธีการสังเคราะห์เหมือนกันทุกประการ โดยแทนที่กรดซัลฟิวริกด้วยเรซินในขั้นตอนเดียวกัน พบว่าการสังเคราะห์ น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์โดยการใช้ Amberlite® IR-120 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยานั้น ปริมาณหมู่อีพอกไซด์ที่

ได้ขึ้นอยู่กับปริมาณ Amberlite® IR-120 โดยปริมาณ 50, 25 และ 21 g นั้นจะให้ปริมาณหมู่อีพอกไซด์ประมาณ 88, 62 และ 31 mol% ตามลำดับ จากที่กล่าวมาข้างต้นว่างานวิจัยนี้ได้ตัดแปลงการทดลองของ Park และคณะ กล่าวคือ กำหนดใช้อัตราส่วนต่อโมลของน้ำมันและสารเคมีต่างๆ เหมือนกัน แต่งานวิจัยนี้ไม่ได้ใช้ตัวทำละลายในการทำปฏิกิริยา ในขณะที่ Park และคณะ ได้ใช้โทลูอีนเป็นตัวควบคุมความร้อนของปฏิกิริยา โดยใส่ในปริมาณน้ำมันถั่วเหลืองต่อโทลูอีนเท่ากับ 100:40 โดยน้ำหนัก จึงทำให้ได้ปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันที่สมบูรณ์ คือสังเคราะห์ได้ ESO100 โดยมีการใช้ Amberlite® ชนิดเดียวกันในขณะที่งานวิจัยนี้จะสังเคราะห์ได้เพียง 88 mol% epoxidation เมื่อเทียบกับการใส่ Amberlite ต่อน้ำหนักน้ำมันถั่วเหลืองเท่ากัน อย่างไรก็ตาม โครงการวิจัยนี้ไม่มีวัตถุประสงค์ในการสังเคราะห์ ESO100 นอกจากนี้ การสังเคราะห์ที่มีการใช้โทลูอีนมีความยุ่งยากมาก และไม่เป็นที่นิยมและนักวิจัยมัก

4.2 ผลการทดสอบลักษณะเฉพาะของน้ำมันแต่ละชนิด

4.2.1 สมบัติทางเคมีของน้ำมันถั่วเหลืองและน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์

ผลการวิเคราะห์น้ำมันทั้งสามชนิดแสดงในตารางที่ 4.6 ค่าความถ่วงจำเพาะของน้ำมันถั่วเหลืองมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับทฤษฎีที่ว่า เมื่อโครงสร้างมีหมู่อีพอกไซด์เพิ่มขึ้นมาแทนที่พันธะคู่ในไตรกลีเซอไรด์ ทำให้มีน้ำหนักโมเลกุลเพิ่มขึ้น แต่ในภาพรวมค่าความถ่วงจำเพาะของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์นี้มีค่าสูงขึ้นเล็กน้อย

ตารางที่ 4.6 สมบัติทางเคมีของน้ำมันถั่วเหลืองและน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์

Property	Soybean oil	ESO40	ESO100
Specific gravity at 25°C	0.919	0.972	0.980
Acid value (mgKOH/g)	0.54	0.91	0.21
Saponification value (mgKOH/g)	182.3	176.0	174.9
Iodine value (gI ₂ /100g)	135.6	29.2	6.8
% Free fatty acid (as linoleic acid)	0.26	0.56	0.75
Viscosity at 25°C (cP)	38-51	211-261	258-328
Surface tension (dyne/cm)	35	37	37

ค่าสaponนิฟิเคชันบ่งชี้ขนาดหรือน้ำหนักโมเลกุลของกรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบ ถ้าน้ำหนักโมเลกุลของกรดไขมันมีค่าต่ำจะทำให้ได้ค่าสaponนิฟิเคชันสูง ในที่นี้น้ำมันถั่วเหลืองซึ่งประกอบด้วยกรดไขมันที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่สุด เนื่องจากไม่มีหมู่อีพอกไซด์เป็นองค์ประกอบ จึงทำให้มีค่าสaponนิฟิเคชันสูงที่สุด รองลงมาคือ ESO40 และ ESO100 ตามลำดับ สอดคล้องกับค่าความถ่วงจำเพาะ

ค่าไอโอดีน เป็นค่าที่บ่งบอกปริมาณพันธะคู่ในโครงสร้าง หากมีพันธะคู่มากจะมีค่าไอโอดีนสูง ในที่นี้ ESO100 ซึ่งมีวงแหวนอีพอกไซด์เกิดขึ้นแทนที่พันธะคู่บนไตรกลีเซอไรด์ทุกตำแหน่ง จึงมีค่าไอโอดีนต่ำที่สุด รองลงมาคือ ESO40 ซึ่งยังมีพันธะคู่เหลืออยู่บางตำแหน่ง ในขณะที่น้ำมันถั่วเหลืองมีค่าไอโอดีนสูงมากที่สุดเนื่องจากมีปริมาณพันธะคู่มากที่สุดนั่นเอง

ค่ากรดและค่ากรดไขมันอิสระนั้นมีความเหมือนและความต่างดังนี้ ทั้งสองวิธีมีวิธีการทดลองเหมือนกันแต่การคำนวณต่างกัน โดยที่ค่ากรดจะใช้น้ำหนักของน้ำมันเท่านั้นในการคำนวณ ในขณะที่ค่ากรดไขมันอิสระจะเลือกใช้ น้ำหนักโมเลกุลของกรดไขมันที่มีปริมาณมากที่สุดให้น้ำมันในการคำนวณร่วมกับน้ำหนักของน้ำมัน โดยทั่วไป น้ำมันถั่วเหลืองจะใช้น้ำหนักโมเลกุลของกรดไลโนเลอิก และรายงานผลเป็นเปอร์เซ็นต์ ดังนั้น ค่าที่ได้จึงไม่เท่ากัน ถึงแม้ว่า

น้ำมันทั้งสามชนิดจะมีค่ากรดต่างกันรวมทั้งค่ากรดไขมันอิสระต่างกัน แต่ค่าที่วิเคราะห์ได้ในแต่ละสมบัตินี้มีค่าใกล้เคียงกัน ถือได้ว่ามีความแตกต่างกันไม่มากนัก

ค่าความหนืดที่อุณหภูมิ 25°C ของน้ำมันถั่วเหลืองจะมีค่าในช่วง 38-51 cP แต่เมื่อผ่านกระบวนการอีพ็อกซิเดชันเป็น ESO40 ทำให้โครงสร้างของสายโซ่กลีเซอไรด์มีวงแหวนอีพอกไซด์เกิดขึ้นบางส่วน จึงมีความเกาะของโครงสร้างเพิ่มมากขึ้น การไหลผ่านกันของสายโซ่เกิดได้ยากขึ้น ค่าความหนืดของ ESO40 จึงเพิ่มขึ้น สำหรับ ESO100 ซึ่งมีความเกาะของโครงสร้างจากวงแหวนอีพอกไซด์เพิ่มขึ้น ทำให้ค่าความหนืดสูงกว่า ESO40

ค่าแรงตึงผิวของน้ำมันถั่วเหลืองเท่ากับ 35 dyne/cm ส่วน ESO40 และ ESO100 มีค่าแรงตึงผิว 37 dyne/cm ซึ่งใกล้เคียงกับอีพอกซีที่ใช้ในงานเคลือบผิวที่มีค่าประมาณ 40 dyne/cm

ผลการทดลองสามารถสรุปได้ดังนี้ เมื่อปริมาณอีพอกไซด์เพิ่มขึ้น ค่าความตึงผิวจะเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ปริมาณกรดไขมันอิสระมีค่าใกล้เคียงกัน กรดไขมันอิสระมีน้ำหนักโมเลกุลเพิ่มขึ้นเล็กน้อย และความหนืดเพิ่มขึ้นเล็กน้อย

4.2.2 ชนิดและปริมาณกรดไขมันในน้ำมันถั่วเหลืองจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบต่างๆของน้ำมันถั่วเหลืองด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (gas chromatograph, GC) รายงานผลในรูปปริมาณกรดไขมัน (mg/l) และเปอร์เซ็นต์การเบี่ยงเบนสัมพัทธ์ (%relative standard deviation, %RSD) แสดงในตารางที่ 4.7 น้ำมันถั่วเหลืองประกอบด้วยกรดลิโนลินิกในปริมาณสูงถึง 28,792.60 mg/l หรือคิดเป็น 58.53 wt% กรดไขมันชนิดนี้จัดเป็นกรดไขมันไม่อิ่มตัว มีความยาวสายโซ่เท่ากับ 18 คาร์บอนและมีพันธะคู่ 2 ตำแหน่งต่อกรดไขมันหนึ่งโมเลกุลบนคาร์บอนตำแหน่งที่ 9 และ 12 เมื่อวิเคราะห์ปริมาณกรดไขมันเป็นสัดส่วนโดยน้ำหนักแล้วสามารถคำนวณน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของน้ำมันถั่วเหลืองตามสมการที่ 3.1 พบว่ามีค่าเท่ากับ 871.79 g/mol ใกล้เคียงกับน้ำหนักโมเลกุลของน้ำมันถั่วเหลืองที่มีในรายงานของ Lu และคณะ (2005) มีค่าประมาณ 871 g/mol

ตารางที่ 4.7 ชนิดและปริมาณกรดไขมันในน้ำมันถั่วเหลืองตรวจที่นำมาใช้สังเคราะห์

ชนิดกรดไขมัน	โครงสร้างกรดไขมัน	น้ำหนักโมเลกุลของกรดไขมัน (g/mol)	ปริมาณกรดไขมัน (mg/l), %RSD**	ปริมาณกรดไขมัน (wt%)
Miristic acid	C 14:0	228	51.72, 6.52	0.11
Palmitic acid	C 16:0	256	5258.39, 2.97	10.69
Palmitoleic acid	C 16:1	254	70.46, 7.10	0.14
Stearic acid	C 18:0	284	1769.82, 0.97	3.60
Oleic acid	C 18:1	282	10606.07, 1.07	21.56
Linoleic acid	C 18:2	280	28792.60, 1.23	58.53
Linolenic acid	C 18:3	278	2473.69, 1.12	5.03
Arachidic acid	C 20:0	312.5	169.72, 8.30	0.35
รวม			49192.47	100

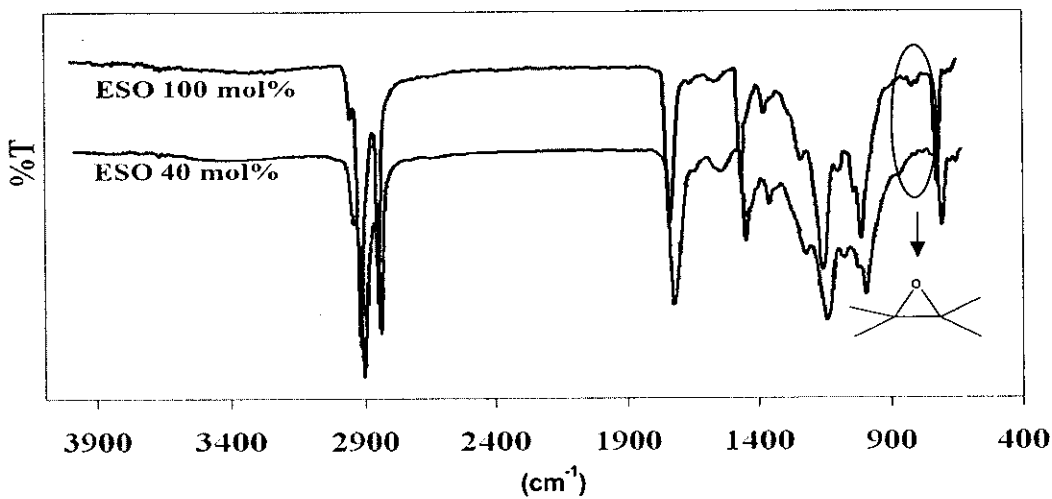
* อัตราส่วนระหว่างจำนวนคาร์บอนต่อจำนวนพันธะคู่ที่อยู่บนสายโซ่กลีเซอไรด์ของกรดไขมันแต่ละชนิด

$$** \%RSD = \frac{SD}{X} \times 100$$

4.2.3 ผลการวิเคราะห์หมู่อีพอกซีในแผ่นไบโอพลาสติกด้วยเทคนิค FTIR

ผลการวิเคราะห์หมู่อีพอกซีที่เหลือภายหลังจากขึ้นรูปเป็นแผ่นไบโอพลาสติก จากน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ 40 mol% (ESO40) เปรียบเทียบกับพลาสติกจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ 100 mol% (ESO100) ด้วยเทคนิค FTIR

แสดงในรูปที่ 4.7 ซึ่งตัวอย่างเป็นชุดเดียวกันกับที่นำไปทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึง แผ่นไบโอพลาสติก ESO40 ไม่ปรากฏพีคของหมู่อีพ็อกซีที่เลขคลื่น 824 และ 843 cm^{-1} (Park *et al.*, 2004; Lin *et al.*, 2008) ในขณะที่แผ่นไบโอพลาสติก ESO100 ยังมีหมู่อีพ็อกซีหลงเหลืออยู่ แสดงว่าปริมาณสารเชื่อมขวางโมเลกุล (MTHPA) 60 pph เพียงพอต่อปริมาณอีพ็อกไซด์ใน ESO40 เนื่องจากไม่ได้ทำการวิเคราะห์เชิงปริมาณ ดังนั้นจึงไม่สามารถระบุปริมาณอีพ็อกไซด์ที่หลงเหลืออยู่ใน ESO100 ได้ แต่ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ในหัวข้อ 4.6.3 พบว่าปริมาณสารเคมีดังกล่าวนี้จะมีเพียงเล็กน้อย เพราะปริมาณการเกิดปฏิกิริยาภายในแผ่นไบโอพลาสติก ESO100 ที่มี MTHPA 60 pph มีเพียง 2.2% ในระหว่างการให้ความร้อนภายในเครื่อง DSC อย่างไรก็ตาม การมีหมู่อีพ็อกซีหลงเหลืออยู่ใน ESO100 นี้ ไม่มีผลต่อการทดลอง เนื่องจากโครงการวิจัยเน้นการเตรียมแผ่นไบโอพลาสติกจาก ESO40 หากใส่สารเชื่อมขวางโมเลกุลที่มากเกินไปใน ESO40 จะไม่มีประโยชน์ต่องานวิจัย เพราะจะมีสารเคมีตกค้าง และจากการทดลองเบื้องต้นที่ผ่านมา ไม่ควรเติม MTHPA ใน ESO100 มากเกินกว่า 60 pph ตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์นี้เป็นชุดเดียวกันกับตัวอย่างที่ทำการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึง คือ มี MTHPA 60 pph และ 1-เมทิลอิมิดาโซล 1 pph



รูปที่ 4.7 สเปกตรัมจาก FTIR ของแผ่นไบโอพลาสติกจาก ESO40 และ ESO100 ใช้ MTHPA 60 pph และ 1-เมทิลอิมิดาโซล 1 pph อบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 75 min

4.3 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกชนิด ESO40

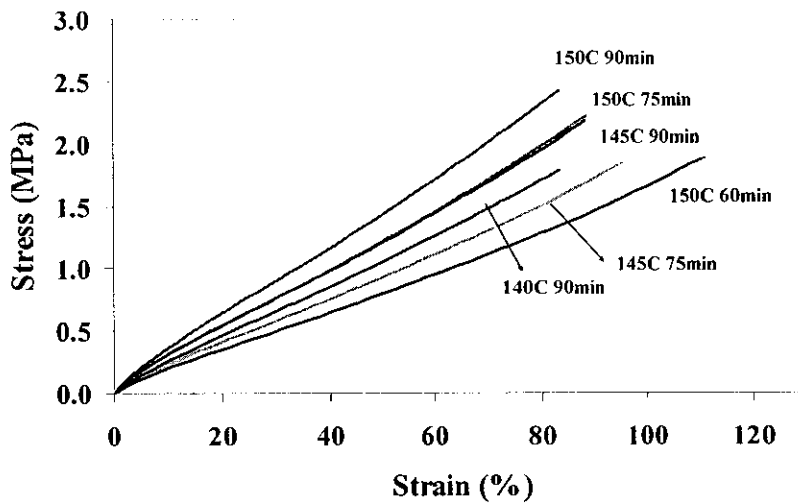
เลือกใช้ 1-เมทิลอิมิดาโซล เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และ MTHPA เป็นสารเชื่อมโยงโมเลกุลเพราะเป็นสารเคมีที่นิยมใช้ในการเชื่อมโยงโมเลกุลของอีพ็อกซีเรซิน ซึ่งมีการรายงานผลการวิจัยของ Miyagawa และคณะ (2005) ใช้สารเคมีสองตัวนี้ในการขึ้นรูปอีพ็อกซีเรซินที่มีน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกไซด์ซ์ทางการค้า (ESO100) เป็นสารเพิ่มความต้านทานแรงกระแทกให้กับอีพ็อกซี ส่วนงานวิจัยอื่นที่มีการขึ้นรูป ESO100 นั้น จะไม่ใช้สารเคมีสองตัวนี้ แต่จะใช้ triethylenetetramine (TETA) เป็นสารเชื่อมโยงโมเลกุล (Liu *et al.*, 2005) ดังนั้น โครงการวิจัยนี้ จึงมีความใหม่ในแง่ที่ว่ามีการใช้ระบบการเชื่อมโยงโมเลกุลของน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกไซด์ซ์ด้วย MTHPA ทดลองเติม MTHPA ในปริมาณต่างๆ คือ 50–70 pph (part per hundred of ESO) และเติมตัวเร่งปฏิกิริยา 1 pph ผลการทดลองมีสองส่วนดังนี้ เบื้องต้นทำการทดลองหาสภาวะการขึ้นรูป (อุณหภูมิและเวลาในการอบ) โดยเลือกใช้ MTHPA คงที่ค่าหนึ่ง เมื่อได้สภาวะการขึ้นรูปที่เหมาะสมแล้ว นำสภาวะนี้ไปใช้ทดลองเปรียบเทียบอิทธิพลของปริมาณ MTHPA ที่มีผลต่อสมบัติความทนต่อแรงดึง

4.3.1 อิทธิพลของสภาวะการอบ

นำ ESO40 ผสมกับ MTHPA ปริมาณ 60 pph และ 1-เมทิลอลิมีตาโซล ปริมาณ 1 pph นำไปอบที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ ดังที่แสดงในตารางที่ 4.8 ผลการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึงแสดงในตารางที่ 4.8 เช่นกัน และกราฟความเค้น-ความเครียดของชิ้นงานแสดงในรูปที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นโพลีเอสเตอร์เตรียมจาก ESO40 เมื่ออบที่สภาวะต่างๆ โดยมี MTHPA 60 pph และ 1-เมทิลอลิมีตาโซล 1 pph

Condition	E (MPa)	δ_b (MPa)	ϵ_b (%)
140°C 90 min	3.11 ± 0.58	1.75 ± 0.37	88 ± 9
145°C 75 min	3.28 ± 0.16	1.90 ± 0.33	98 ± 15
145°C 90 min	4.42 ± 0.52	2.25 ± 0.16	90 ± 5
150°C 60 min	2.52 ± 0.18	1.85 ± 0.16	113 ± 5
150°C 75 min	4.11 ± 0.48	2.29 ± 0.24	91 ± 9
150°C 90 min	4.52 ± 0.84	2.43 ± 0.58	83 ± 13



รูปที่ 4.8** กราฟความเค้น-ความเครียดของแผ่นโพลีเอสเตอร์จาก ESO40 ใช้ MTHPA 60 pph และ 1-เมทิลอลิมีตาโซล 1 pph ทำการอบที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ

จากกราฟความเค้น-ความเครียดของชิ้นงานสังเกตได้ว่า แผ่นโพลีเอสเตอร์ที่ได้จากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์มีลักษณะเปราะ ไม่มีจุดคราก (yield point) มีความแข็งแรงไม่มากนักซึ่งสังเกตได้จากค่ามอดุลัส (E) และความเครียด ณ จุดขาด (σ_b) แต่ความสามารถในการดึงยืดไม่ต่ำมากนัก เนื่องจากค่าความเค้น ณ จุดขาด (ϵ_b) มีค่าปานกลาง (90 -110 %) ผลการทดลองในตารางที่ 4.6 แสดงให้เห็นว่าสภาวะการอบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 90 min นั้น ให้สมบัติความทนต่อแรงดึงสูงที่สุด แต่ชิ้นตัวอย่างนั้นค่อนข้างเปราะและแตกได้ง่ายมากที่สุด โดยสังเกตจากการดึงลอกออกมาจากเบ้าระจก จะฉีกขาดง่าย ต้องใช้ความระมัดระวังในการแกะลอกออกมา ในขณะที่สภาวะอื่นจะให้ความเหนียวมากกว่า ผลการทดลองสอดคล้องกับทฤษฎีการเชื่อมโยงโมเลกุลของพลาสติกเทอร์โมเซต คือ ปริมาณการเชื่อมโยงโมเลกุล (crosslink density) ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและเวลาในการอบ ถ้าใช้อุณหภูมิและเวลาในการอบนาน

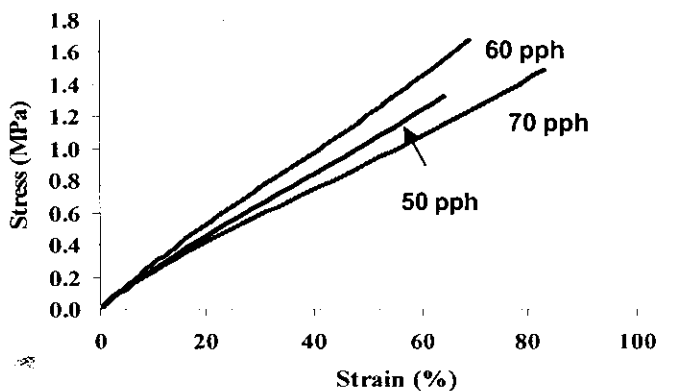
ขึ้น ปริมาณการเชื่อมโยงโมเลกุลมากขึ้น ส่งผลพลาสติกมีความแข็งแรงมากขึ้นและมีความเปราะมากขึ้น นั่นคือ E และ σ_b เพิ่มขึ้น และ ϵ_b ลดลง เวลาที่ใช้ในการอบไม่ควรต่ำกว่า 75 min สังเกตได้จากสภาวะ 150°C / 60 min ให้ความแข็งแรงต่ำกว่าสภาวะ 145°C / 75 min ที่อุณหภูมิเดียวกันเมื่อเวลานานขึ้นจะให้ความแข็งแรงมากขึ้น เปรียบเทียบสภาวะการอบที่ 145°C / 90 min และ 150°C / 75 min ให้ความแข็งแรงใกล้เคียงกัน โดยที่สภาวะแรกจะให้ค่าสูงกว่าเล็กน้อย ทั้งสองสภาวะนี้ให้ค่าต่ำกว่าสภาวะ 150°C / 90 min เล็กน้อยและลอกแกะออกได้ง่ายกว่า จากข้อมูลที่ได้จากภาคอุตสาหกรรมในการใช้งานจริงของ MTHPA ร่วมกับอีพ็อกซีเรซิน รวมทั้งข้อแนะนำจากบริษัทผู้ผลิต MTHPA จะมีการระบุอุณหภูมิในการอบที่ 150°C ดังนั้น จึงเลือกใช้สภาวะการอบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 75 min ในการขึ้นรูปต่อไป เพื่อศึกษาหาปริมาณสารเชื่อมโยง MTHPA ที่เหมาะสมที่มีต่อสมบัติความทนต่อแรงดึง

4.3.2 อิทธิพลของปริมาณ MTHPA

นำ ESO40 ผสมกับ MTHPA ปริมาณ 50, 60 และ 70 pph เติม 1-เมทิลอีมีดาโซล ปริมาณ 1 pph นำไปอบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 75 min ผลการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึงแสดงในตารางที่ 4.9 และ stress-strain curves ของชิ้นทดสอบแสดงในรูปที่ 4.9 จะเห็นได้ว่าปริมาณ MTHPA ที่เหมาะสมคือ 60 pph

ตารางที่ 4.9 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกเตรียมจาก ESO40 เมื่ออบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 75 min โดยมี MTHPA 50-70 pph และ 1-เมทิลอีมีดาโซล 1 pph

MTHPA content (pph)	E (MPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)
50	3.26 ± 0.12	1.29 ± 0.16	64 ± 6
60	4.08 ± 0.48	2.29 ± 0.24	91 ± 9
70	3.40 ± 0.19	1.83 ± 0.19	101 ± 7



รูปที่ 4.9 กราฟความเค้น-ความเครียดของแผ่นไบโอพลาสติกจาก ESO40 ใช้ MTHPA 50-70 pph และ 1-เมทิลอีมีดาโซล 1 pph อบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 75 min

4.4 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกชนิด ESO100 (Vikoflex® 7170)

4.4.1 การใช้ BDMA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

เนื่องจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซีไดซ์ที่ผลิตทางการค้านี้ มีปริมาณอีพ็อกไซด์ 100 mol% ดังนั้น จึงทดลองขึ้นรูปโดยใช้ระบบสารเชื่อมโยงโมเลกุลเช่นเดียวกับที่ใช้กับอีพ็อกซีเรซินในอุตสาหกรรม คือ ใช้ MTHPA ร่วมกับ BDMA ซึ่งได้ทดลองใช้สารเคมีคู่นี้กับน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซีไดซ์ที่สังเคราะห์ขึ้นมา แต่ไม่สามารถขึ้นรูปได้ จึงต้องใช้ 1-เมทิลอีมีดาโซล ดังที่รายงานไว้แล้วในหัวข้อ 4.3 วัตถุประสงค์ของการทดลองใช้สารเคมีคู่นี้คือ ถ้าหากสามารถใช้ได้ดี ก็

จะนำไปประยุกต์ใช้กับอุตสาหกรรมผลิตท่ออีพ็อกซีคอมโพสิต เป็นการเพิ่ม toughness ให้กับอีพ็อกซีด้วยน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกไซด์ ซึ่งไม่ต้องเปลี่ยนแปลงระบบการเชื่อมโยงโมเลกุลที่ใช้อยู่ในโรงงาน

การขึ้นรูป ESO100 (Vikoflex® 7170) ยากกว่าการขึ้นรูปน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกไซด์ เนื่องจากการมีปริมาณหมู่อีพ็อกไซด์เป็นจำนวนมาก ทำให้แข็งและเปราะ ฉีกขาดง่ายระหว่างการแกะออกจากเบ้าพิมพ์กระจก ซึ่งบางครั้งต้องใช้เบ้าพิมพ์เทฟลอน สำหรับบางสูตรและบางสภาวะการอบ นอกจากนี้ ยังมีโอกาสเกิดออกซิเดชันได้ง่ายกว่า ซึ่งสังเกตได้จากการมีผิวหน้าเหนียวเหนอะ สูตรที่ใช้ในการเตรียมแผ่นไบโอพลาสติกแสดงในตารางที่ 4.10 ปริมาณที่ใช้เทียบเท่ากับน้ำหนักของน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกไซด์ (per hundred of ESO, pph) ทำการอบที่ 150°C เป็นระยะเวลา 2–3.5 h เนื่องจากไม่สามารถใช้ระยะเวลาอบสั้นเท่ากับที่ใช้ในระบบ 1-เมทิลลิมิตาโซล เพราะใช้ปริมาณ MTHPA น้อยลง ได้ทำการทดลองใช้ MTHPA ปริมาณเท่ากับที่ใช้กับ ESO40 จะได้แผ่นไบโอพลาสติกที่แข็งเปราะมากๆ แตกเป็นชิ้นๆ ตั้งแต่อยู่ในตู้อบ จึงต้องทำการลดปริมาณสารเชื่อมโยงโมเลกุลและเพิ่มระยะเวลาในการอบ การทดลองชุดนี้ใช้เบ้าพิมพ์เทฟลอน เนื่องจากแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้หลังจากการอบจะติดแน่นกับเบ้าพิมพ์กระจก ไม่สามารถแกะออกมาได้ ผลการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึงแสดงในตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.10 สูตรที่ใช้ในการเตรียมแผ่นไบโอพลาสติกจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกไซด์ที่ผลิตทางการค้า (Vikoflex® 7170)

No.	MTHPA (pph)	BDMA (pph)
1	30	4
2		6
3		8
4	35	4
5	40	4

ตารางที่ 4.11 ผลการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึงของ Vikoflex® 7170 หลังจากการอบด้วยเบ้าพิมพ์เทฟลอน

No.	Cure time (h)	E (MPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)
1	2	0.71 ± 0.17	0.24 ± 0.05	39.84 ± 5.01
	2.5	0.90 ± 0.15	0.41 ± 0.08	51.53 ± 5.12
	3	1.11 ± 0.17	0.45 ± 0.12	46.84 ± 8.61
	3.5	0.91 ± 0.19	0.42 ± 0.09	49.71 ± 3.85
2	2	1.05 ± 0.03	0.40 ± 0.04	46.35 ± 5.45
	2.5	0.90 ± 0.06	0.38 ± 0.08	50.52 ± 3.96
	3	0.88 ± 0.21	0.35 ± 0.09	46.43 ± 7.24
	3.5	1.40 ± 0.52	0.51 ± 0.05	45.23 ± 4.76
3	2	1.00 ± 0.19	0.48 ± 0.06	57.66 ± 3.58
	2.5	1.03 ± 0.11	0.43 ± 0.07	48.63 ± 5.82
	3	0.93 ± 0.06	0.42 ± 0.03	53.24 ± 4.79
	3.5	1.67 ± 0.55	0.48 ± 0.06	42.78 ± 5.77
4	2	0.78 ± 0.25	0.42 ± 0.18	52.65 ± 9.52
	2.5	0.81 ± 0.18	0.33 ± 0.14	43.18 ± 10.50
	3	1.42 ± 0.13	0.64 ± 0.07	54.99 ± 4.72

	3.5	1.40 ± 0.61	0.52 ± 0.21	48.75 ± 8
5	2	1.17 ± 0.21	0.05 ± 0.02	58.63 ± 6.50
	2.5	1.04 ± 0.17	0.11 ± 0.17	57.35 ± 7.45
	3	2.59 ± 0.48	0.46 ± 0.37	56.97 ± 7.95
	3.5	1.64 ± 0.18	0.71 ± 0.07	46.32 ± 1.67

จะเห็นได้ว่าแผ่นไบโอพลาสติคที่เตรียมได้นี้ไม่มีความแข็งแรง สมบัติความทนต่อแรงดึงต่ำมากๆ และต่ำกว่าแผ่นไบโอพลาสติคที่เตรียมได้จาก ESO40 คาดว่าเป็นเพราะ BDMA ไม่เหมาะสม ดังนั้น การทดลองที่ทำต่อๆ ไป ใช้ 1-เมทิลอลิมิตาโซล แทนที่ BDMA

4.4.2 การใช้ 1-เมทิลอลิมิตาโซล เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ทดลองใช้ 1-เมทิลอลิมิตาโซล ปริมาณ 1 pph เติม MTHPA ในปริมาณ 30 – 60 pph ใช้สภาวะการอบที่อุณหภูมิ 135, 140, 145 และ 150°C เป็นระยะเวลา 60 min และใช้เบ้าพิมพ์กระจก ตัวอย่างที่สามารถขึ้นรูปเป็นแผ่นไบโอพลาสติคได้นำไปทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึง ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่างที่ได้จากการอบอธิบายในตารางที่ 4.12 และผลการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึงแสดงในตารางที่ 4.13

จากการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพเบื้องต้น พบว่าตัวอย่างที่ผสม MTHPA ในปริมาณ 30 pph นำจะเกิดการเชื่อมโยงโมเลกุล (crosslink) ไม่สมบูรณ์หรือไม่มากพอ เนื่องจากไม่แข็งตัวเป็นแผ่นทั้งชิ้นงาน มีลักษณะยุ่ยและมีผิวหน้าเหนียวเหนอะ เป็นเพราะมีการใส่สารเชื่อมโยงโมเลกุลน้อยเกินไป ส่วนตัวอย่างที่มีการเชื่อมโยงโมเลกุลมากเกินไป ได้แก่ตัวอย่างที่อบที่อุณหภูมิ 145°C และ 150°C ในตัวอย่างที่มี MTHPA 50 - 60 pph

ตารางที่ 4.12 ลักษณะทางกายภาพของแผ่นไบโอพลาสติคที่ได้จาก Vikoflex[®] 7170 หลังจากการอบด้วยเบ้าพิมพ์กระจกที่อุณหภูมิต่างกันเป็นเวลา 60 min มี MTHPA ในปริมาณต่างกัน

MTHPA (pph)	Curing temperature (°C)			
	135	140	145	150
30	*สีน้ำตาลแดง ผิวหน้าเหนียว ยุ่ยแกะยาก	*สีน้ำตาลแดง ผิวหน้าเหนียว แกะยาก	*สีน้ำตาลแดงเข้ม ผิวหน้าไม่เหนียว ยุ่ยแกะยาก	*สีน้ำตาลแดงเข้ม ผิวหน้าไม่เหนียว ยุ่ยแกะยาก
40	สีเหลืองใส หน้าไม่เหนียว แกะง่าย	สีเหลืองใส หน้าไม่เหนียว แกะง่าย	สีน้ำตาลแดง หน้าไม่เหนียว แกะง่าย	สีน้ำตาลแดง หน้าไม่เหนียว แกะง่าย
50	สีเหลืองใส หน้าไม่เหนียว แกะง่าย	สีเหลืองใส หน้าไม่เหนียว แกะง่าย	**สีเหลืองใส หน้าไม่เหนียว แกะง่าย	**สีน้ำตาลแดง หน้าไม่เหนียว แกะง่าย
60	สีเหลืองใส หน้าไม่เหนียว แกะง่าย	สีเหลืองใส หน้าไม่เหนียว แกะง่าย	**สีเหลืองใส ไม่เหนียว แกะง่าย	**สีน้ำตาลแดง ไม่เหนียว แกะง่าย

(* การเชื่อมโยงโมเลกุลไม่สมบูรณ์ ** ตัวอย่างเปราะมากเกินไป)

ผลการทดลองนับจากนี้ต่อไป มีการเติม 1-เมทิลอลิมิตาโซล ปริมาณ 1 pph เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเสมอ ถึงแม้ว่าจะไม่มีการระบุในผลการทดลองหรือในรูปภาพและตาราง

ตารางที่ 4.13 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จาก Vikoflex® 7170 หลังจากการอบด้วยเบ้าพิมพ์กระจกที่อุณหภูมิต่างกันเป็นเวลา 60 min มี MTHPA ในปริมาณต่างกัน

MTHPA (pph)	Temperature (°C)	E (MPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)
40	135	11.63 ± 1.92	1.56 ± 0.35	27.38 ± 4.41
	140	24.89 ± 1.99	2.70 ± 0.23	25.27 ± 3.67
	145	22.87 ± 1.1	2.51 ± 0.22	22.99 ± 2.27
	150	19.05 ± 1.40	2.31 ± 0.19	25.36 ± 1.05
50	135	25.53 ± 2.22	3.22 ± 0.15	35.19 ± 3.49
	140	44.11 ± 8.59	4.37 ± 0.66	29.15 ± 3.27
60	140	84.20 ± 4.62	4.62 ± 0.51	14.98 ± 4.84

จะเห็นได้ว่าแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จาก ESO100 นี้มีค่าสูงมากขึ้น ถ้าเลือกใช้สารเคมีและสภาวะการอบที่เหมาะสม สามารถนำไปพัฒนาเป็นแผ่นไบโอพลาสติกได้ เลือกตัวอย่างที่ผสม MTHPA ปริมาณ 60 pph อบที่ 140°C นี้ทดสอบสมบัติความต้านทานการฉีกขาด (tear resistance) ได้ค่าเท่ากับ 5.72 ± 1.11 N/mm ซึ่งนับว่าเป็นค่าที่สูงกว่าค่าที่ได้จากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ที่สังเคราะห์เอง ดังที่จะอธิบายในหัวข้อ 4.5 ต่อไป การเปรียบเทียบผลการทดสอบระหว่างน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ที่มีหมู่อีพอกไซด์ต่างกัน ไม่จำเป็นใช้สภาวะการอบเหมือนกันก็ได้ ให้พิจารณาจากสมบัติที่ได้เป็นเกณฑ์การตัดสินใจ

4.5 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกที่มีปริมาณอีพ็อกซิไดซ์ต่าง ๆ

4.5.1 อิทธิพลสภาวะการอบและแปรปริมาณ MTHPA³

เลือกใช้น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์บางตัวทำการผสมด้วย MTHPA และเติม 1-เมทิลอิมิดาโซล ปริมาณ 1 pph อบเป็นเวลาต่างกัน นำไปทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึง ค่าที่ทดสอบได้แสดงในตารางที่ 4.14

ตารางที่ 4.14 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จาก ESO ที่มีปริมาณอีพอกไซด์ต่างกัน อบด้วยเบ้าพิมพ์กระจกที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลาต่างกัน มี MTHPA ในปริมาณต่างกัน

Epoxide content (%)	MTHPA content (pph)	Cure time	E (MPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)
25	60	60 min	1.71 ± 0.08	1.34 ± 0.11	51 ± 4
		75 min	2.49 ± 0.08	1.79 ± 0.07	47 ± 2
		90 min	2.30 ± 0.07	1.46 ± 0.19	43 ± 4
31	70	60 min	2.23 ± 0.13	1.31 ± 0.18	44 ± 6
		75 min	3.68 ± 0.71	2.25 ± 0.64	44 ± 7
		90 min	3.44 ± 0.09	3.01 ± 0.30	58 ± 5
80	80	60 min	0.94 ± 0.12	0.78 ± 0.04	63 ± 8
		75 min	1.98 ± 0.03	0.99 ± 0.33	41 ± 9
35	50	60 min	2.98 ± 0.32	1.61 ± 0.25	36 ± 4
		75 min	3.52 ± 0.19	1.65 ± 0.18	43 ± 2

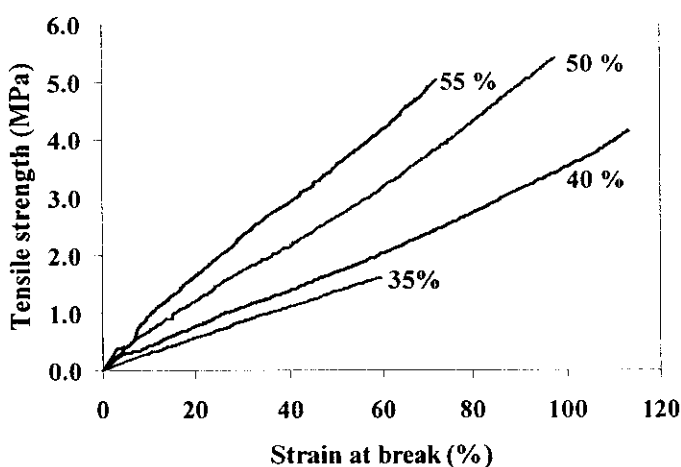
³ ผลการทดลองได้รับการตีพิมพ์ในวารสารวิจัยและพัฒนา มจร. ฉบับพิเศษ ปีที่ 30 ฉบับที่ 4 (ตุลาคม-ธันวาคม 2550) หน้า 583-590

4.5.2 อิทธิพลปริมาณอีพ็อกซิเคชัน⁴

นำน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ที่สังเคราะห์ได้ในชุดแรก (ก่อนเปลี่ยนเครื่องให้ความร้อน) ที่ทราบปริมาณอีพ็อกไซด์จากเครื่อง ¹H-NMR ทำการขึ้นรูปเป็นไบโอแผ่นไบโอพลาสติก โดยใช้สภาวะการอบที่ 150 °C 75 min ผลการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึงแสดงในตารางที่ 4.15 stress-strain curves ของแผ่นไบโอพลาสติกแสดงในรูปที่ 4.10 จากผลการทดลองจะเห็นว่า เมื่อปริมาณอีพ็อกไซด์เพิ่มขึ้น แผ่นไบโอพลาสติกมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น และมีระยะยืด ณ จุดขาด ลดลง เป็นที่น่าสังเกตว่าปริมาณอีพ็อกไซด์ 35% จะให้สมบัติความทนต่อแรงดึงต่ำมาก คิดว่าน่าจะเป็นเพราะมีปริมาณอีพ็อกไซด์ไม่เพียงพอ ดังนั้น โครงการวิจัยจึงเลือกใช้ ESO40 ดังที่ได้รายงานในหัวข้อ 4.3

ตารางที่ 4.15 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จาก ESO ที่มีปริมาณอีพ็อกไซด์ต่างกัน อบด้วยน้ำมันพีระจกที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 75 min มี MTHPA 60 pph และ 1-เมทิลลิมิตาโซล 1 pph

Epoxidation (%)	E (MPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)
35	2.93	1.65	56
40	4.19	4.23	115
50	6.50	5.45	99
55	8.89	4.78	69



รูปที่ 4.10 กราฟความเค้น-ความเครียดของแผ่นไบโอพลาสติก ESO ที่มีปริมาณอีพ็อกไซด์ต่างกัน

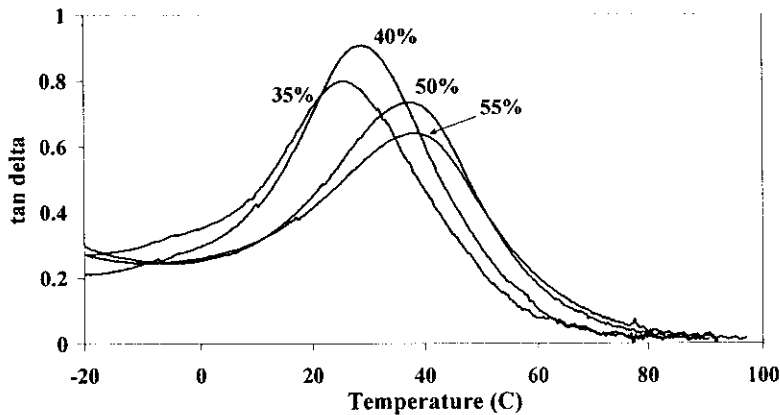
✶ ทำการเชื่อมโยงโมเลกุลด้วย MTHPA และ 1-เมทิลลิมิตาโซล

นำตัวอย่างแผ่นไบโอพลาสติกที่เตรียมได้ตรวจสอบลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค Dynamic mechanical thermal analysis (DMTA) ใช้สภาวะการทดสอบดังนี้ 1.0 Hz, 0.01 % strain, 2 °C/min, tension mode ผลการทดสอบแสดงกราฟของ $\tan \delta$ ของแผ่นไบโอพลาสติกทั้งสี่ชนิด ดังรูปที่ 4.11 ค่า $\tan \delta$ สูงสุดอยู่ระหว่างอุณหภูมิ 25.84 – 38.69 °C และมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณอีพ็อกไซด์ ซึ่งค่านี้เทียบเท่ากับ glass transition temperature

นำน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ที่สังเคราะห์ได้ในชุดแรก มาทำการทดลองขึ้นรูปอีกครั้งหนึ่ง ทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึงและความต้านทานต่อการฉีกขาด และทำการเปรียบเทียบกับ Vikoflex[®] 7170 ผลการทดลองแสดงใน

⁴ ผลการทดลองได้นำเสนอในงานประชุมวิชาการ PPC10 ประเทศญี่ปุ่น วันที่ 5 ธันวาคม 2550

ตารางที่ 4.16 สภาวะการอบมีความแตกต่างกันขึ้นอยู่กับปริมาณอีพอกไซด์ ตัวอย่างที่มีปริมาณอีพอกไซด์ตั้งแต่ 62% ขึ้นไป ทำการอบที่ 140°C เป็นเวลา 60 min ในขณะที่ตัวอย่างทั่วไปจะอบที่ 150°C เป็นเวลา 75 min



รูปที่ 4.11 กราฟ $\tan \delta$ - temperature ของแผ่นไบโอพลาสติก ที่มีปริมาณอีพอกไซด์ต่างกัน ทำการเชื่อมโยงโมเลกุลด้วย MTHPA และ 1-เมทิลอิมิดาโซล

ตารางที่ 4.16 สมบัติเชิงกลของแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จาก ESO ที่มีปริมาณอีพอกไซด์ต่างกัน อบด้วยบัวพิมพ์กระจก มี MTHPA 60 pph และ 1-เมทิลอิมิดาโซล 1 pph

Epoxide content (%)	E (MPa)	δ_b (MPa)	ϵ_b (%)	Tear strength (N/mm)
24	0.70 ± 0.04	0.38 ± 0.04	97.836 ± 10.96	0.87 ± 0.11
31	1.97 ± 0.11	0.80 ± 0.05	57.69 ± 3.85	2.30 ± 0.48
35	2.19 ± 0.22	1.00 ± 0.2	65.62 ± 10.85	2.85 ± 0.30
40	4.79 ± 0.40	1.88 ± 0.35	69.25 ± 12.8	3.56 ± 0.23
51	17.04 ± 2.07	3.35 ± 0.53	69.35 ± 8.8	7.98 ± 1.01
57	20.81 ± 2.15	3.75 ± 0.32	59.1 ± 5.6	9.58 ± 0.91
62*	5.63 ± 1.06	3.02 ± 0.38	72.99 ± 4.26	3.15 ± 0.44
88*	37.71 ± 7.7	5.75 ± 0.9	53.35 ± 8.1	4.48 ± 0.27
100* (Vikoflex [®] 7170)	84.20 ± 4.62	5.15 ± 0.51	21.99 ± 4.84	5.72 ± 1.11

(* ขึ้นรูปที่ 140°C เป็นเวลา 60 min)

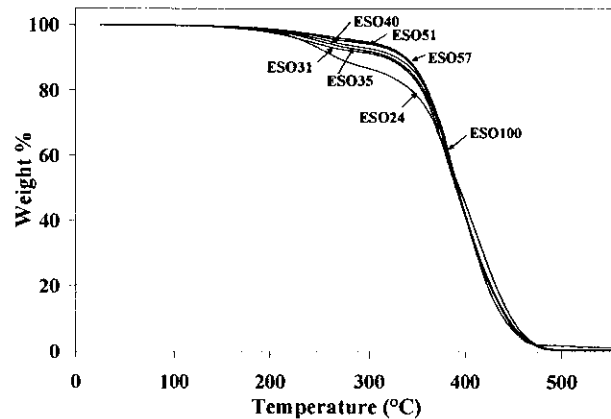
4.6 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของแผ่นไบโอพลาสติก

4.6.1 ผลการวิเคราะห์อุณหภูมิการเสื่อมสลายของแผ่นไบโอพลาสติกด้วยเทคนิค TGA

TGA thermograms ของแผ่นไบโอพลาสติกแสดงในรูปที่ 4.12 อุณหภูมิในการเสื่อมสลาย (degradation temperature) นิยามโดยอุณหภูมิที่ทำให้น้ำหนักตัวอย่างหายไปตามปริมาณที่กำหนด คือ น้ำหนักหายไป 5%, 10% และ 50% เรียกอุณหภูมิที่ตำแหน่งนั้นๆว่า T_5 , T_{10} และ T_{50} ตามลำดับ อุณหภูมิการเสื่อมสลายแสดงในตารางที่ 4.17 จะเห็นได้ว่าค่า T_5 และ T_{10} มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณอีพอกไซด์เพิ่มขึ้น ตัวอย่าง ESO57⁵ และ ESO100 มีค่าอยู่ในช่วง

⁵ การเรียกชื่อตัวอย่างแผ่นไบโอพลาสติกจะใช้ตัวเลขบ่งบอกปริมาณอีพอกไซด์

เดียวกัน ส่วนค่า T_{50} ของ ESO ทุกชนิดมีค่าใกล้เคียงกันมาก จัดได้ว่าอยู่ในช่วงเดียวกัน ที่เป็นเช่นนี้เพราะ ESO ทุกชนิดจะเริ่มมีน้ำหนักลดลงอย่างรวดเร็วที่ 350°C หรือเมื่อน้ำหนักหายไปตั้งแต่ 10% ขึ้นไป เนื่องจากแผ่นไบโอพลาสติกนี้เป็นสารอินทรีย์ประเภทไฮโดรคาร์บอน จึงทนความร้อนได้ไม่ดีและมีการสลายตัวที่อุณหภูมิค่อนข้างต่ำ ซึ่งเป็นธรรมชาติของสารจำพวกไฮโดรคาร์บอน



รูปที่ 4.12 TGA thermograms ของแผ่นไบโอพลาสติกเตรียมจาก ESO ที่มีปริมาณอีพ็อกไซด์ต่างกัน

ตารางที่ 4.17 อุณหภูมิการเสื่อมสลายของแผ่นไบโอพลาสติกที่เตรียมจาก ESO ที่มีปริมาณอีพ็อกไซด์ต่างกัน

Epoxy content (mol%)	T_5 ($^{\circ}\text{C}$)	T_{10} ($^{\circ}\text{C}$)	T_{50} ($^{\circ}\text{C}$)
24	234.78	267.97	393.78
31	239.26	317.08	389.93
35	251.04	321.89	390.79
40	260.44	328.16	390.77
51	279.22	336.34	391.31
57	295.88	337.91	391.19
100	291.39	335.81	392.12

4.6.2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณการเชื่อมโยงโมเลกุลของแผ่นไบโอพลาสติกด้วยเทคนิค DMTA

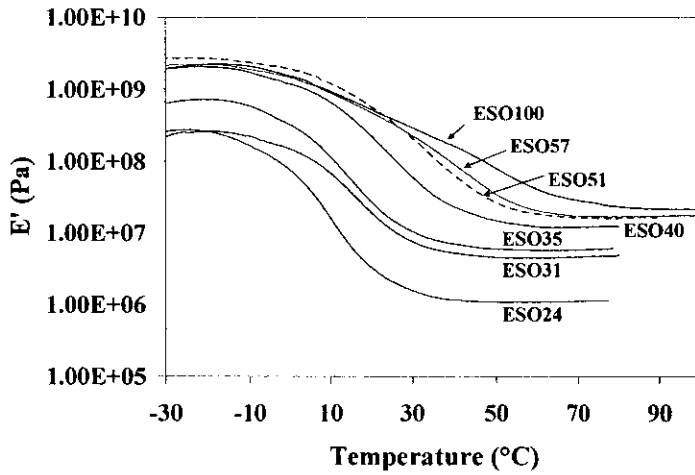
การวิเคราะห์แผ่นไบโอพลาสติกที่มีปริมาณอีพ็อกไซด์ต่างๆ ด้วยเทคนิค DMTA นี้ จะได้ข้อมูลที่สามารรถเปรียบเทียบปริมาณการเชื่อมโยงโมเลกุลได้ โดยการคำนวณค่า storage modulus (E') ในช่วง rubbery plateau ($\sim 80^{\circ}\text{C}$) ดังแสดงในรูปที่ 4.13 และใช้สมการต่อไปนี้คำนวณ

$$n = \frac{E}{3RT}$$

โดยที่ n บ่งบอกปริมาณการเชื่อมโยงโมเลกุล E คือค่ามอดุลัส (ในที่นี้คือ E') R และ T คือค่าคงที่ของก๊าซและอุณหภูมิตามลำดับ ตารางที่ 4.18 แสดงค่า n ที่ได้จากการคำนวณ จะเห็นว่าค่า n มีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณอีพ็อกไซด์จากทฤษฎีวิสโคอิลาสติซิตีของพอลิเมอร์ ในช่วงระนาบของยางจะมีค่ามอดุลัสคงที่ และค่ามอดุลัสในช่วงนี้ขึ้นอยู่กับปริมาณร่างแหภายในโครงสร้างโมเลกุล ถ้ามีโครงสร้างร่างแหหรือการเชื่อมโยงโมเลกุลมาก ค่ามอดุลัสจะสูงขึ้น

ผลการทดลองสอดคล้องกับทฤษฎี คือ ตัวอย่างมีความแข็งแรงมากขึ้นในช่วงนี้เป็นลำดับตามปริมาณอีพ็อกไซด์ เพราะการเชื่อมโยงโมเลกุลของ ESO ด้วย MTHPA นั้นจะเกิดจากหมู่อีพ็อกไซด์ในน้ำมัน รูปที่ 4.14 แสดงค่า \tan

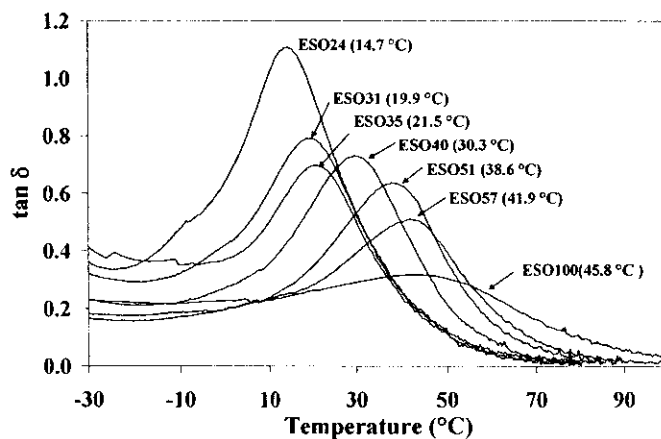
δ ที่อุณหภูมิต่างๆ ของ ESO แต่ละชนิด ตัวเลขในวงเล็บแสดงค่าอุณหภูมิที่ตำแหน่ง $\tan \delta$ สูงสุด ซึ่งเป็นอุณหภูมิเทียบเท่ากับ glass transition temperature อุณหภูมินี้มีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณอีพ็อกไซด์หรือตามปริมาณการเชื่อมโยงโมเลกุล โดยส่วนใหญ่มีค่าต่ำมาก ESO40 มีค่า T_g ใกล้เคียงกับอุณหภูมิห้อง



รูปที่ 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ storage modulus – temperature ของ ESO ชนิดต่างๆ

ตารางที่ 4.18 ปริมาณการเชื่อมโยงโมเลกุลของ ESO ชนิดต่างๆที่คำนวณได้จากการทดลองด้วยเทคนิค DMTA

Epoxide content (mol%)	Storage modulus (N/mm ²)	Temperature (°C)	Temperature (K)	$n = \frac{E}{3RT}$
24	1.15×10^6	80.24	353.24	130.59
31	6.08×10^6	80.35	353.05	551.04
35	4.85×10^6	80.05	353.35	690.20
40	1.24×10^7	80.20	353.20	1408.25
51	1.64×10^7	80.09	353.09	1863.10
57	1.69×10^7	80.23	353.23	1919.14
100	2.30×10^7	80.37	353.37	2610.81



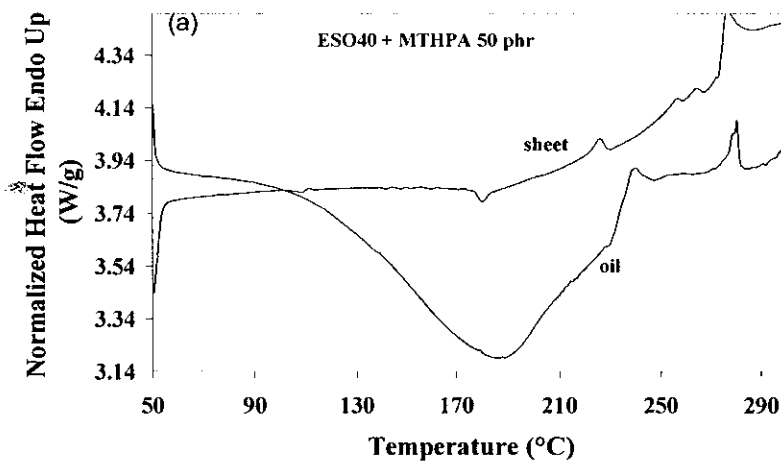
รูปที่ 4.14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ $\tan \delta$ – temperature ของ ESO ชนิดต่างๆ

4.6.3 ผลการตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาในแผ่นไบโอพลาสติกด้วยเทคนิค DSC

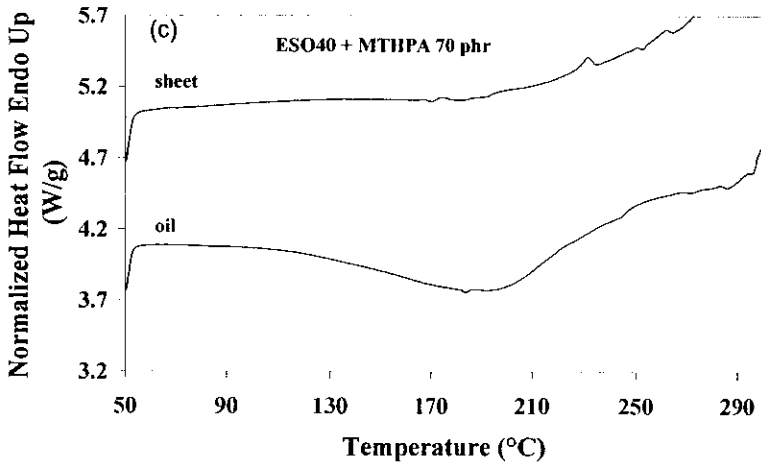
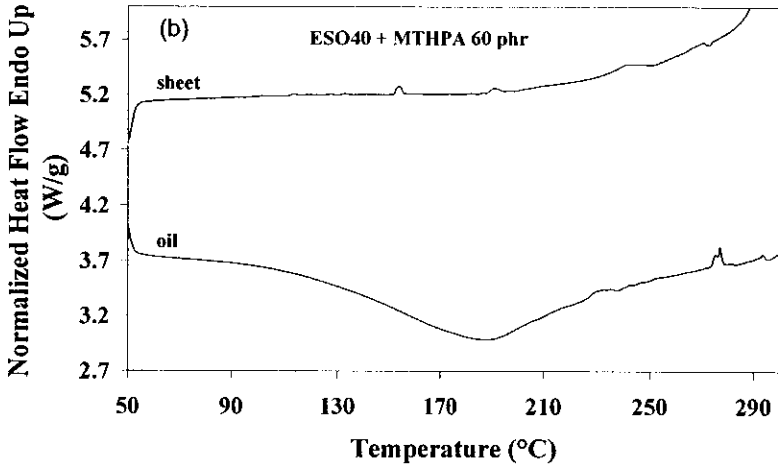
เนื่องจากแผ่นไบโอพลาสติกที่เตรียมมาจาก ESO ที่มีปริมาณหมู่ไฮดรอกซิลต่างกันและขึ้นรูปเป็นแผ่นไบโอพลาสติกด้วยสารเคมีในปริมาณเท่ากัน อาจทำให้มีการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุลไม่เท่ากันได้ ดังนั้น จึงทำการทดลองนำแผ่นไบโอพลาสติกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ซึ่งถ้ามีสารเคมีตกค้าง (ส่วนที่เหลือจากการเกิดปฏิกิริยา) หรือการมีหมู่ไฮดรอกซิลที่ยังไม่ได้ทำปฏิกิริยา สิ่งเหล่านี้จะทำให้ตัวอย่างแผ่นไบโอพลาสติกเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุลระหว่างการให้ความร้อนในเครื่อง DSC และจะปรากฏพีคคายความร้อน (exothermic peak) เพื่อให้สามารถคำนวณหาปริมาณการเกิดปฏิกิริยาจากพีคคายความร้อนนี้ได้ จะต้องทราบปริมาณการเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ (100%) โดยจะต้องทราบค่าความร้อนจากการเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์หรือพื้นที่ใต้พีคนั่นเอง ในกรณีสามารถหาได้จากการนำ ESO ชนิดต่างๆ ผสมกับสารเคมีเท่ากับปริมาณที่ใช้ในการเตรียมแผ่นไบโอพลาสติก แล้วทำการวิเคราะห์ในเครื่อง DSC ภายใต้อุณหภูมิเดียวกันกับที่วิเคราะห์แผ่นไบโอพลาสติก กำหนดให้พื้นที่ใต้พีคคายความร้อนของ ESO เท่ากับการเกิดปฏิกิริยา 100 % แล้วนำพื้นที่ใต้พีคที่ปรากฏในแผ่นไบโอพลาสติกคำนวณเปรียบเทียบกับสมการต่อไปนี้

$$X (\%) = \frac{\Delta H_s}{\Delta H_o} \times 100$$

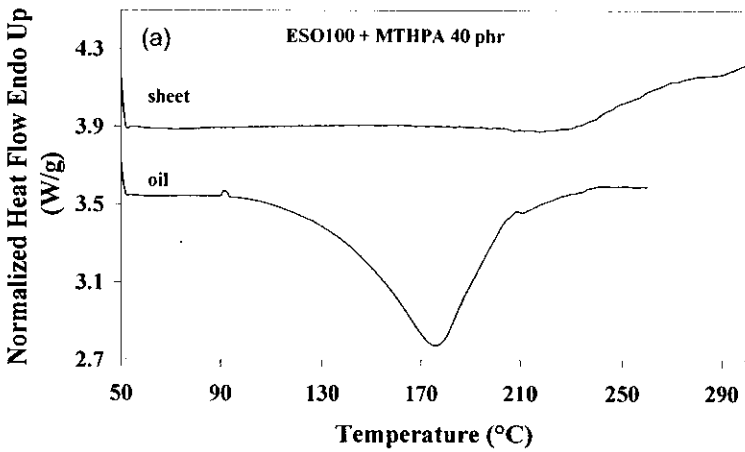
โดยที่ X คือปริมาณการเกิดปฏิกิริยา (extent of reaction) ในแผ่นไบโอพลาสติก ΔH_s และ ΔH_o คือ พื้นที่ใต้พีคคายความร้อนของแผ่นไบโอพลาสติกและของน้ำมัน ESO ตามลำดับ รูปที่ 4.15 แสดงภาพ DSC thermograms ของ ESO40 และแผ่นไบโอพลาสติกที่มีปริมาณหมู่ไฮดรอกซิล 40% และมีสารเชื่อมโยงโมเลกุลปริมาณต่างกัน รูปที่ 4.16 แสดงภาพ DSC thermograms ของ ESO100 และแผ่นไบโอพลาสติกที่มีปริมาณหมู่ไฮดรอกซิล 100% และมีสารเชื่อมโยงโมเลกุลปริมาณต่างกัน พื้นที่ใต้พีคและปริมาณการเกิดปฏิกิริยาที่คำนวณได้แสดงในตารางที่ 4.19 กำหนดเรียกอุณหภูมิที่คายความร้อนมากที่สุดว่า T_p อุณหภูมิที่เริ่มเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุล (T_i) สังเกตได้จากเส้นกราฟที่เริ่มเบี่ยงเบนออกจากเส้นฐาน (base line) สังเกตได้ว่าทุกตัวอย่างต้องใช้อุณหภูมิมากกว่า 100°C ในการทำให้เกิดปฏิกิริยาดังกล่าว ควรใช้อุณหภูมิในการอบในช่วงระหว่าง T_i - T_p การอบที่ T_p จะใช้เวลาอย่างน้อยที่สุดเพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยาได้สมบูรณ์



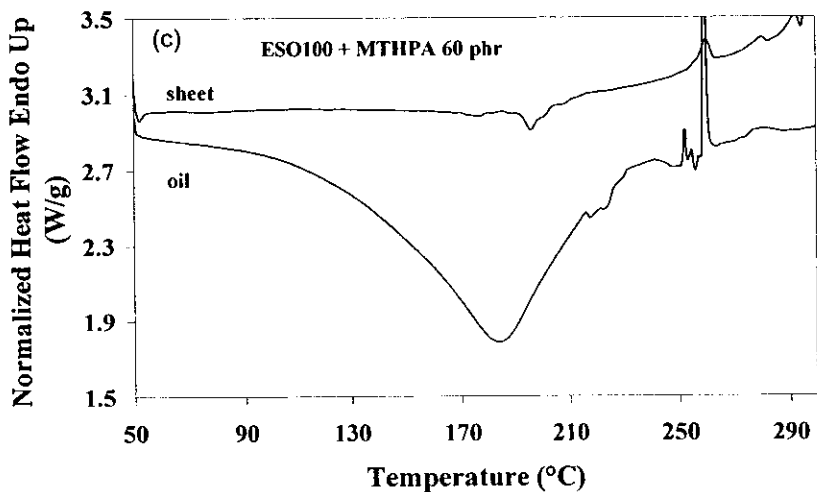
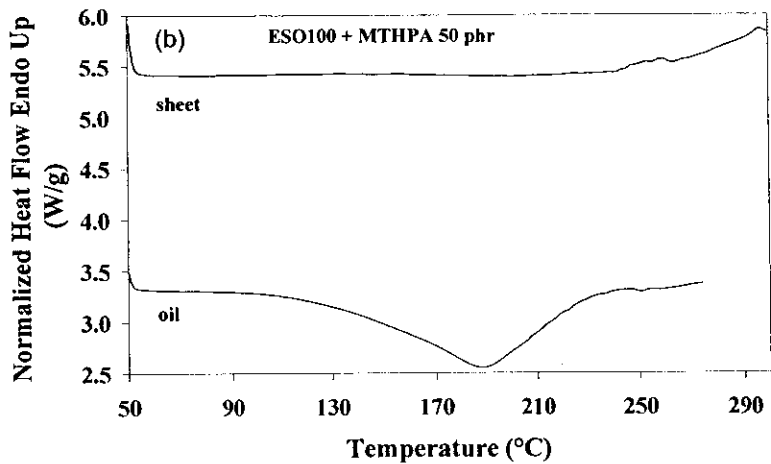
รูปที่ 4.15 a



รูปที่ 4.15 DSC thermograms ของ ESO40 และแผ่นไบโอพลาสติกที่มีปริมาณหนุมือฟ็อกไซด์ 40 % และมีสารเชื่อมโยงโมเลกุลปริมาณต่างกัน: (a) 50 pph, (b) 60 pph และ (c) 70 pph



รูปที่ 4.16 a



รูปที่ 4.16 DSC thermograms ของ ESO100 และแผ่นไบโอพลาสติกที่มีปริมาณหมู่อีพอกไซด์ 100 % และมีสารเชื่อมโยงโมเลกุลปริมาณต่างกัน: (a) 40 pph, (b) 50 pph และ (c) 60 pph

ตารางที่ 4.19 ปริมาณการเกิดปฏิกิริยาภายใน ESO และแผ่นไบโอพลาสติกระหว่างการให้ความร้อนในเครื่อง DSC

Sample		T_p	ΔH	X (%)
ESO40 + MTHPA 50 pph	oil	188.83	325.616	100
	sheet	-	-	0
ESO40 + MTHPA 60 pph	oil	188.50	348.424	100
	sheet	-	-	0
ESO40 + MTHPA 70 pph	oil	195.33	255.552	100
	sheet	182.33	3.265	1.28
ESO100 + MTHPA 40 pph	oil	176.00	234.505	100
	sheet	-	-	0
ESO100 + MTHPA 50 pph	oil	187.83	277.760	100
	sheet	-	-	0
ESO100 + MTHPA 60 pph	oil	183.50	358.708	100
	sheet	195.66	7.928	2.21

จากที่กล่าวมาแล้วว่า กำหนดให้การเกิดปฏิกิริยาใน ESO เท่ากับ 100% และใช้เปรียบเทียบกับปริมาณการเกิดปฏิกิริยาในแผ่นไบโอพลาสติก มีแผ่นไบโอพลาสติกบางตัวอย่างที่ปรากฏพิศคายความร้อนซึ่งมีปริมาณน้อยมากคือ 2.21% จัดได้ว่าไม่มีความสำคัญ เพราะอาจเป็น noise ของ base line ได้ ดังนั้น จึงสรุปได้ว่าการขึ้นรูปแผ่นไบโอพลาสติกไม่มีสารเชื่อมโยงโมเลกุลตกค้างภายในแผ่นซีทีที่เตรียมได้ แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิที่ใช้ออบ (140-150°C) และระยะเวลาที่ใช้ออบ (60-75 min) เพียงพอที่จะทำให้เกิดการเชื่อมโยงได้ตามปริมาณสารเคมีที่ใช้ ถึงแม้ว่าอุณหภูมิที่ใช้ออบจะต่ำกว่า T_p แต่ระยะเวลาที่อบนานเพียงพอต่อการเกิดปฏิกิริยา

4.6.4 การวัดความแข็งและความเหนียวแบบดึง

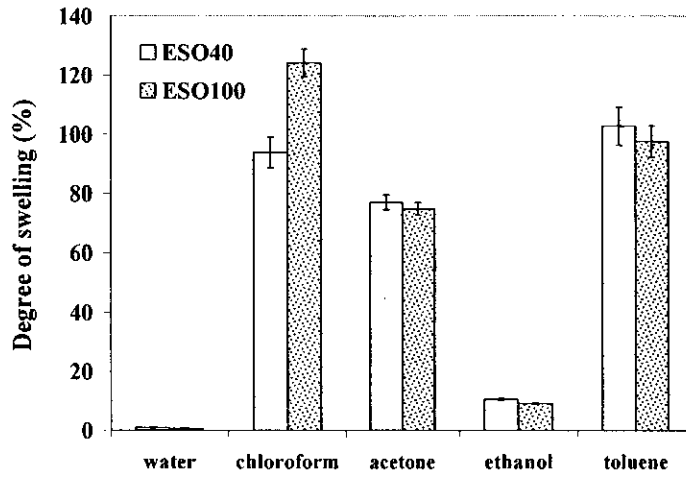
ค่าความแข็งและความเหนียวแบบดึงของ ESO ที่มีปริมาณอีพอกไซด์ 24-100 mol% แสดงในตารางที่ 4.20 เห็นว่าความแข็งมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณอีพอกไซด์ การเชื่อมโยงโมเลกุลมากขึ้นทำให้แผ่นไบโอพลาสติกแข็งมากขึ้น สอดคล้องกับค่ามอดูลัสที่รายงานไปแล้ว ค่าความเหนียวแบบดึงมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณอีพอกไซด์เช่นกัน แต่เมื่อปริมาณอีพอกไซด์เพิ่มเป็น 100 mol% ค่าความเหนียวแบบดึงมีค่าลดลง แสดงถึงลักษณะเปราะมากขึ้น สอดคล้องกับค่าระยะยืด ณ จุดขาด ดังที่รายงานไปแล้วเช่นกัน

ตารางที่ 4.20 ความแข็งและความเหนียวแบบดึงของแผ่นไบโอพลาสติกจาก ESO เกรดต่างๆ

Epoxide content (mol%)	Hardness (shore A)	Tensile toughness (MPa)
24	11 ± 1	0.17 ± 0.00
31	46 ± 1	0.29 ± 0.01
35	50 ± 3	0.52 ± 0.01
40	64 ± 1	0.89 ± 0.01
51	75 ± 1	1.34 ± 0.00
57	79 ± 1	1.08 ± 0.01
88	91 ± 0	1.94 ± 0.02
100	96 ± 1	0.42 ± 0.01

4.6.5 การบวมตัวในตัวทำละลายต่างๆ

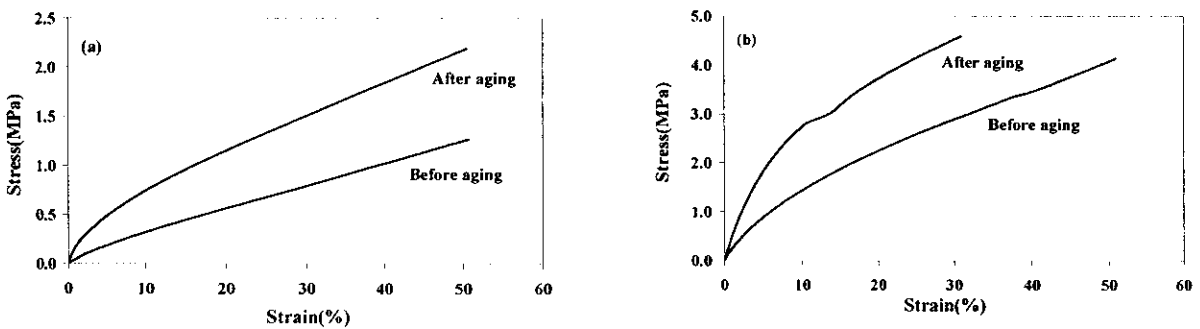
ทำการทดสอบการบวมตัวของแผ่นไบโอพลาสติกเตรียมจาก ESO40 และ ESO100 โดยการแช่ในสารต่อไปนี้ น้ำ คลอโรฟอร์ม อีซีโตน เอทานอล และโทลูอีน เนื่องจากความสามารถในการต้านทานสารเคมีต่างๆของ ESO มีค่าไม่เท่ากัน ดังนั้นระยะเวลาในการแช่จะแตกต่างกัน ได้ทำการตรวจสอบชิ้นงานเมื่อแช่เป็นระยะเวลาต่างๆ พบว่าชิ้นงานจะเกิดการแตกเมื่อแช่เป็นเวลานาน รายงานผลจากระยะเวลาที่ก่อนชิ้นงานแตก ซึ่งระยะเวลาดังกล่าวนี้ ตัวอย่างมีน้ำหนักคงที่แล้ว การทดสอบในอีซีโตนและเอทานอลใช้ค่าการบวมตัวที่ระยะเวลา 200 min การทดสอบด้วยเอทานอลใช้ค่าการบวมตัวที่ระยะเวลา 150 min และการทดสอบด้วยคลอโรฟอร์มใช้ค่าการบวมตัวที่ระยะเวลา 100 min การแช่ที่มีระยะเวลานานกว่านี้จะทำให้ตัวอย่างเกิดการแตก ส่วนการทดสอบด้วยน้ำจะใช้เวลา 4 วัน ตัวอย่างไม่เกิดการแตก รูปที่ 4.17 แสดงค่าปริมาณการบวมตัวของแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 และ ESO100 ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าแผ่นไบโอพลาสติกมีความต้านทานต่อน้ำดี แต่ความต้านทานต่อสารเคมีค่อนข้างต่ำมาก



รูปที่ 4.17 ปริมาณการบวมตัวของแผ่นไบโอพลาสติกจาก ESO40 และ ESO100 ในตัวทำละลายต่างๆ

4.6.6 การทดสอบการบวมด้วยความร้อน

การทดสอบความต้านทานต่อความร้อน สามารถพิจารณาได้จากการทดสอบความต้านทานต่อการบวมด้วยความร้อน โดยเปรียบเทียบสมบัติความทนต่อแรงดึงก่อนและหลังการบวม รูปที่ 4.18 และ 4.19 แสดงกราฟความเค้น-ความเครียด ของแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 และ ESO100 ก่อนและหลังการบวม จะเป็นว่าไบโอพลาสติกทั้งสองชนิดมีพฤติกรรมเหมือนกันคือ หลังการบวมด้วยความร้อน จะมีความแข็งแรงมากขึ้น ค่ามอดุลัสและความเค้น ณ จุดขาด มีค่าเพิ่มขึ้น และความเครียด ณ จุดขาด มีค่าลดลง ค่าปริมาณการเปลี่ยนแปลงสมบัติดังกล่าวนี้รายงานในตารางที่ 4.21



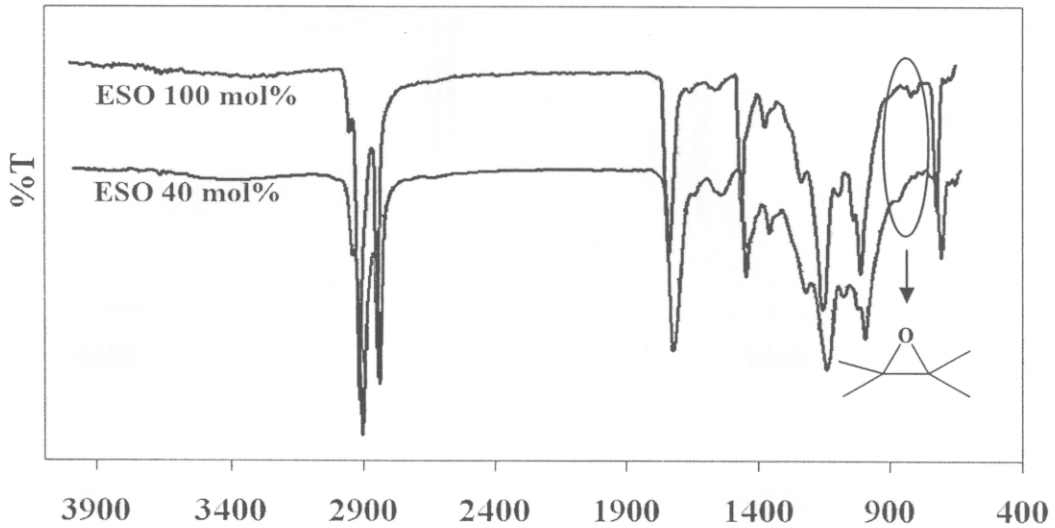
รูปที่ 4.18 กราฟความเค้น-ความเครียดของแผ่นไบโอพลาสติกก่อนและหลังบวมด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 h: (a) ESO40 และ (b) ESO100

ตารางที่ 4.21 ค่าการเปลี่ยนแปลงสมบัติความทนต่อการดึงหลังการบวมด้วยความร้อนของแผ่นไบโอพลาสติก

Sample	ΔE (%)	$\Delta\sigma_b$ (%)	$\Delta\varepsilon_b$ (%)
ESO40	393.28	84.09	-0.02
ESO100	79.67	107.81	-2.87

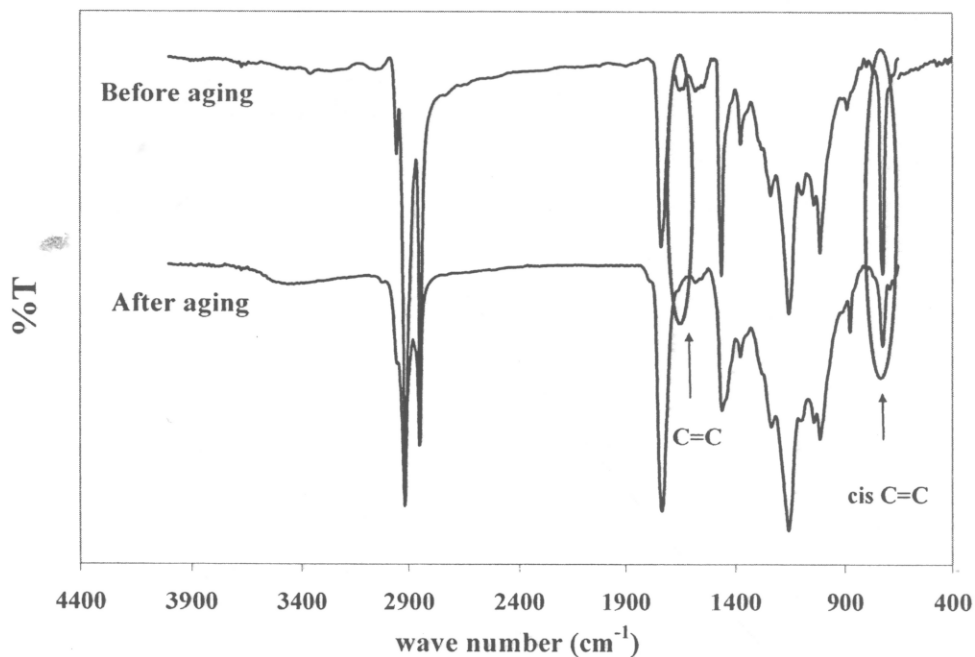
การที่แผ่นไบโอพลาสติก ESO มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นหลังการบวมด้วยความร้อน น่าจะเป็นเพราะมีการเชื่อมโยงโมเลกุลเพิ่มขึ้น ESO40 มีทั้งหมู่ฮิพอกซีและพันธะคู่ โดยที่มีพันธะคู่มากกว่า (พันธะคู่ถูกเปลี่ยนเป็นวงแหวนฮิพอกซีไป 40 mol%) ส่วน ESO100 ไม่มีพันธะคู่เหลืออยู่ ทำการวิเคราะห์แผ่นไบโอพลาสติก เพื่อตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันฮิพอกซีที่เหลืออยู่ภายหลังจากขึ้นรูปด้วยเทคนิค FTIR พบว่าแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 ไม่ปรากฏพีคของหมู่ฟังก์ชันฮิพอกไซด์ที่เลขคลื่น 824 และ 843 cm^{-1} (Park et al., 2004; Lin et al., 2008) เหลืออยู่ ดังแสดงในรูปที่ 4.19

อธิบายได้จากวงแหวนอีพ็อกไซด์จาก ESO40 ได้ถูกเปิดออกเพื่อใช้ในการเชื่อมขวางโมเลกุลขณะขึ้นรูปจนหมดเมื่อใช้สารเชื่อมขวางในปริมาณ 60 pphr แสดงว่าการใช้สารเชื่อมขวางในปริมาณดังกล่าวสามารถเกิดปฏิกิริยาอย่างน้อยที่พอดีกับหมู่อีพ็อกไซด์ปริมาณ 40 mol% ในขณะที่แผ่นไบโอพลาสติกจาก ESO100 ยังมีหมู่ฟังก์ชันอีพ็อกไซด์เหลืออยู่เนื่องมาจากการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมขวางได้ไม่หมด

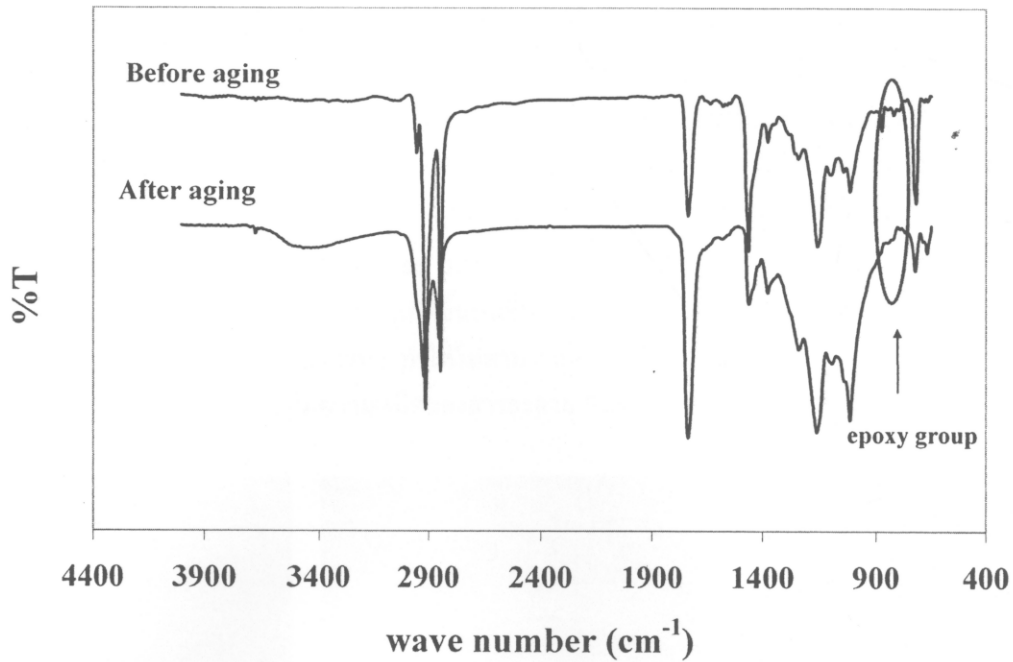


รูปที่ 4.19 สเปกตรัม FTIR ของแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 และ ESO100

นำแผ่นไบโอพลาสติกของ ESO40 และ ESO100 หลังทำการบ่มด้วยความร้อนวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR แล้วเปรียบเทียบกับสเปกตรัมก่อนทำการบ่มดังแสดงในรูปที่ 4.20 และ 4.21



รูปที่ 4.20 สเปกตรัม FTIR ของแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 ก่อนและหลังบ่มด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 h



รูปที่ 4.21 สเปกตรัม FTIR ของแผ่นไบโอพลาสติก ESO100 ก่อนและหลังบ่มด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 h

ผลการวิเคราะห์พบว่าหลังการบ่มด้วยความร้อน พันธะคู่ใน ESO40 มีปริมาณลดลง ส่วนหมู่อีพอกซีใน ESO100 มีปริมาณลดลงเช่นกัน สังเกตจากความสูงของพีคที่เกี่ยวข้องที่แสดงในรูปทั้งสองมีการลดลง แต่เป็นที่น่าเสียดายที่ไม่ได้ทำการตรวจสอบเชิงปริมาณอย่างแน่ชัด อย่างไรก็ตาม สเปกตรัมที่เปรียบเทียบกันนี้ สอดคล้องกับผลของการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึง การบ่มด้วยความร้อนน่าจะทำให้ ESO เกิดการเชื่อมโยงโมเลกุลระหว่างการให้ความร้อน ทำให้จำนวนพันธะคู่และหมู่อีพอกซีน้อยลง เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงดังกล่าว ดังนั้น แผ่นไบโอพลาสติก ESO จึงมีความแข็งแรงมากขึ้น

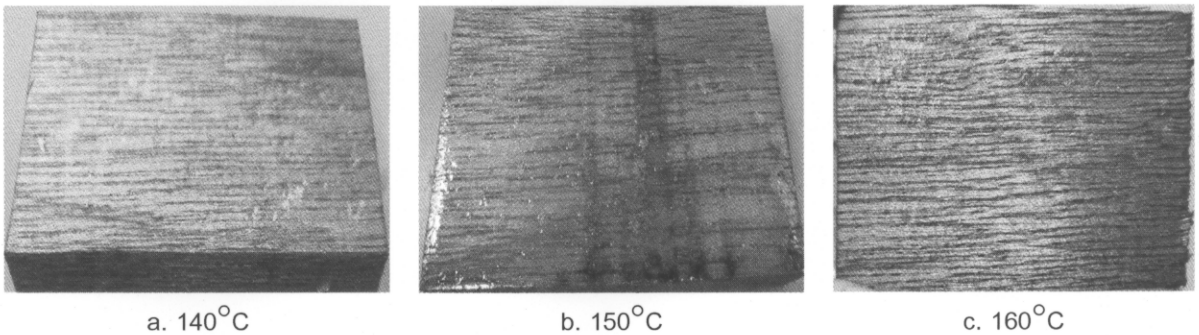
4.6.7 การทดสอบความต้านทานต่อโอโซน

การทดสอบความต้านทานต่อโอโซนมีปัญหาดังนี้ การทดลองครั้งแรกไม่สามารถดึงยึดชิ้นงานได้ เพราะการทดสอบจะต้องดึงชิ้นทดสอบ ในการทดลองใช้ระยะยึดของการดึงเพียง 3% strain เท่านั้น แต่ตัวอย่างขาดหลังการถูกดึงยึด จึงเปลี่ยนแปลงวิธีการทดสอบ ลดการดึงยึดเป็นการดึงขึ้นตัวอย่างเพียงเล็กน้อยหรือซึ่งให้ดึง นำไปอบในเครื่องทดสอบที่มีความเข้มข้นโอโซน 50 pphm ที่อุณหภูมิ 40°C พบว่าทั้ง ESO40 และ ESO100 ไม่ปรากฏรอยแตกตามที่สังเกตด้วยแว่นขยายเมื่อทำการอบเป็นเวลา 8 วัน หลังการทดสอบครั้งนี้ เครื่องทดสอบชำรุดจนถึงปัจจุบัน

4.7 การทดสอบการเคลือบผิว ESO100 บนไม้ยางพารา

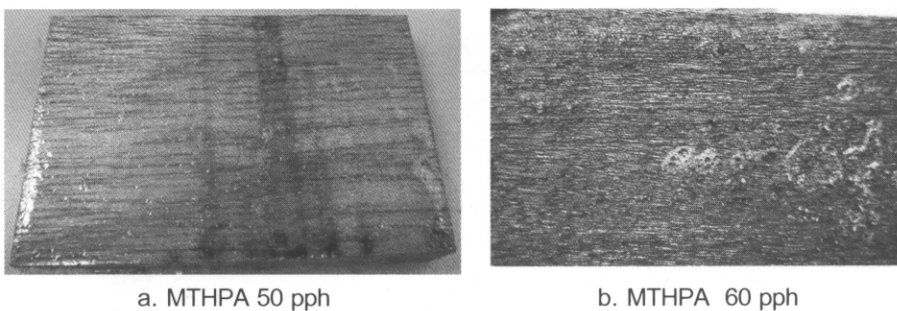
ทดลองเคลือบ ESO100 บนแผ่นอลูมิเนียม โดยผสม ESO100 กับ MTHPA 40 pph และ 1-เมทิลลิธียมิดาโซล 1 pph แล้วนำแผ่นอลูมิเนียมขนาด 4 cm x 5 cm (กว้าง x ยาว) หนา 1 mm จุ่มลงในสารละลาย ESO100 ประมาณ 1-2 min แล้วนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 135°C เป็นเวลา 1 h พบว่า ผิวชิ้นงานไม่เรียบเพราะ ESO100 เคลือบไม่ทั่วแผ่นอลูมิเนียม มี ESO100 ไหลไปรวมกันเป็นกลุ่มก้อน คาดว่าน่าจะเกี่ยวข้องกับแรงดึงผิวที่ไม่เหมาะสม จึงยุติการทดลองการเคลือบบนแผ่นอลูมิเนียม

ทำการทดลองเคลือบ ESO100 บนไม้ยางพาราขนาด 4 cm x 5 cm (กว้าง x ยาว) โดยเตรียมสารละลาย ESO100 ตามที่กล่าวมาแล้ว ใช้แปรงทาสีทาสารละลาย ESO ให้ทั่วชิ้นงาน ทำการทดลองทา 1-3 ครั้ง แล้วนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 135°C เป็นเวลา 1 h พบว่า ESO100 ไม่แห้งทั่วทั้งชิ้นไม้ และจำนวนครั้งของการทาไม่มีผลต่อลักษณะของ ESO100 ที่เคลือบบนผิวไม้ยางพารา คาดว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการอบน่าจะต่ำเกินไปหรือเวลาในการอบสั้นเกินไป ถึงแม้ว่าการเตรียมแผ่นไบโอพลาสติกจาก ESO100 จะมีการใช้สารเคมีทั้งสองในปริมาณดังกล่าวและถูกอบที่สภาวะดังกล่าวได้ดี แต่การใช้สภาวะการอบนี้กับชิ้นไม้ยางพาราที่หนา 1 cm ให้ความร้อนถูกใช้ไปกับเนื้อไม้ก่อน ดังนั้น จึงทดลองเพิ่มอุณหภูมิในการอบเป็น 140, 150 และ 160°C และใช้เวลาในการอบ 1 h เช่นเดิม ผลการทดลองพบว่า ESO100 แห้งสนิท แต่ผิวชิ้นงานไม่เรียบ มีฟองเกิดขึ้นบนชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 4.22 เนื่องจากสารละลาย ESO100 มีความหนืดค่อนข้างต่ำ ไม่เหมาะสมกับการทา ทำให้ไม่สามารถเคลือบทั่วชิ้นไม้ยางพารา เพราะมีการไหลออกจากชิ้นไม้ยางพารา จึงตั้งสมมติฐานว่า ควรเพิ่มความหนืดของสารละลาย ESO100 ด้วยการเพิ่มปริมาณ MTHPA



รูปที่ 4.22 ภาพไม้ยางพาราเคลือบด้วย ESO100 ที่ใช้ MTHPA 40 pph และ 1-เมทิลลิมิตาโซล 1 pph อบเป็นเวลา 1 h ที่อุณหภูมิต่างๆ

ทดลองเพิ่ม MTHPA และเวลาในการอบ โดยใช้ MTHPA 40, 50 และ 60 pph อบไม้ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 1, 2 และ 3 h ตามลำดับ และมี 1-เมทิลลิมิตาโซล 1 pph พบว่า ESO100 แห้งสนิท ลักษณะผิวหน้าของไม้ที่ได้จะไม่เรียบ มีฟองอากาศเกิดขึ้นบนผิวหน้าไม้และด้านข้าง ถึงแม้ว่าการเพิ่มปริมาณ MTHPA จะทำให้ความหนืดของสารละลาย ESO100 เพิ่มขึ้นจากการสังเกตเมื่อทำการทาด้วยแปรง เมื่อสังเกต MTHPA ด้วยตาเปล่า พบว่าที่ 60 pph จะมีความหนืดมากกว่าที่ 40 และ 50 pph แต่อย่างไรก็ตาม ความหนืดยังไม่เหมาะสมที่จะใช้เป็นสารเคลือบผิวด้วยการทา เพราะเมื่อทาลงไปบนไม้แล้วจะเกิดการไหลออกไป ทำให้ความหนาของสารเคลือบผิว ESO100 บนเนื้อไม้แต่ละที่ ไม่สม่ำเสมอ แต่ไม่สามารถแสดงในภาพถ่ายได้ รูปที่ 4.23 แสดงฟองอากาศในสารเคลือบผิว ESO100



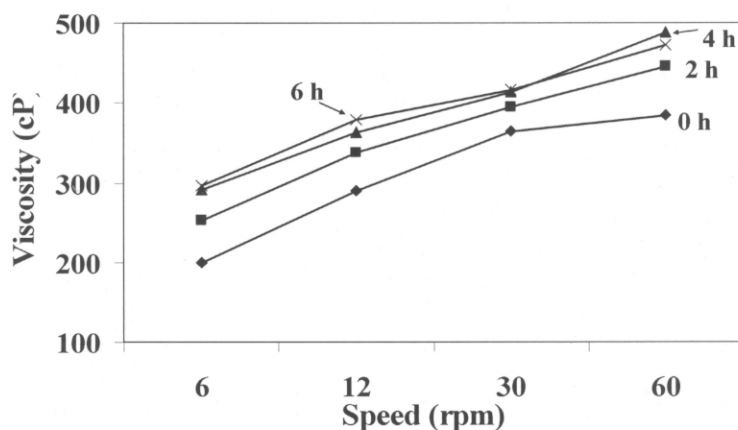
รูปที่ 4.23 ภาพไม้ยางพาราเคลือบด้วย ESO100 ที่ใช้ MTHPA 50-60 pph และ 1-เมทิลลิมิตาโซล 1 pph อบเป็นเวลา 1 h ที่ 150°C

จากการทดลองที่ผ่านมา พบว่า MTHPA 60 pph มีความหนืดมากที่สุด แต่ยังมีคุณสมบัติที่จะต้องเพิ่มความหนืดของสารละลาย ESO100 เพื่อให้เหมาะสมต่อการนำไปทาหรือจุ่ม ดังนั้น จึงทดลองเตรียมเป็นพรีพอลิเมอร์ (prepolymer) โดยการปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาระหว่าง ESO100 และ MTHPA ก่อนนำไปใช้งาน เตรียมสารละลาย ESO100 ที่มี 1-เมทิลอิมิดาโซล 1 pph และ MTHPA 60 pph วางทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1-3 h สังเกตเห็นว่า สารละลาย ESO100 มีความหนืดเพิ่มขึ้นตามเวลาที่เพิ่มขึ้น นำชิ้นงานไม้ยางพาราจุ่มลงในสารละลาย ESO100 (คาดว่า จะให้ความหนาสม่ำเสมอมากกว่าการทาด้วยแปรงทาสี) และนำไปอบที่ 150°C เป็นเวลา 1 h ปรากฏว่า ลักษณะผิวหน้าของไม้จะไม่เรียบ ฟิล์มหนาไม่สม่ำเสมอ ผิวบางส่วนยังเหนียวอยู่แต่ไม่เหนียวติดมือ และมีฟองอากาศดังแสดง ในรูปที่ 4.24



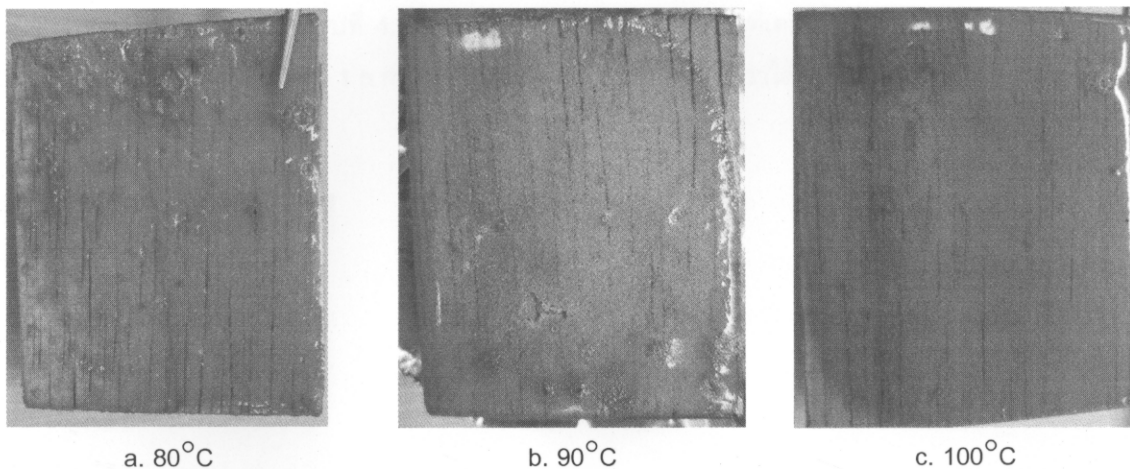
รูปที่ 4.24 ภาพไม้ยางพาราเคลือบด้วย ESO100 ที่มีการบ่มสารละลาย ESO100 ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1-3 h ก่อนนำไปเคลือบบนไม้ยางพารา อบชิ้นไม้ยางพาราที่ 150°C เป็นเวลา 1 h

ตรวจสอบความหนืดของสารละลาย ESO100 ที่วางทิ้งไว้เป็นเวลา 0, 2, 4, 6 และ 24 h ด้วยเครื่องวัดความหนืดแบบบรูคฟิลด์ พบว่าความหนืดจะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ ตามระยะเวลาที่วางสารละลาย ESO100 ทิ้งไว้ ดังแสดงในรูปที่ 4.25 ส่วนความหนืดของของสารละลาย ESO100 ที่วางทิ้งไว้เป็นเวลา 24 h ไม่สามารถวัดค่าได้ด้วยเครื่องทดสอบนี้ เนื่องจากมีค่าความหนืดสูงเกินกว่าที่เครื่องมือจะวัดได้ จะเห็นได้ว่าความหนืดมีค่าสูงขึ้นเมื่อเวลาผ่านไป แต่ไม่เพิ่มขึ้นมากนัก ส่วนการวางทิ้งไว้เป็นเวลา 24 h ไม่น่าจะเหมาะสมต่อการนำไปใช้ในภาคอุตสาหกรรม ความหนืดของสารละลาย ESO100 ในการทดลองชุดนี้ยังไม่สูงเพียงพอต่อการนำไปใช้งาน คาดว่าการให้ความร้อนแก่สารละลาย ESO100 ก่อนนำไปใช้ จะช่วยเร่งการเกิดปฏิกิริยามากขึ้น น่าจะทำให้ความหนืดสูงขึ้น



รูปที่ 4.25 ค่าความหนืดแบบบรูคฟิลด์ของสารละลาย ESO100 ที่วางทิ้งไว้เป็นเวลา 0-6 h ที่อุณหภูมิห้อง

เตรียมสารละลาย ESO100 ที่มี 1-เมทริลอิมิดาโซล 1 pph และ MTHPA 60 pph นำไปอบที่อุณหภูมิ 80, 90 และ 100°C เป็นเวลา 1, 2, 3, 4 และ 5 h ตามลำดับ พบว่าที่อุณหภูมิ 80 และ 90°C ในเวลา 4 และ 5 h สารละลาย ESO100 จะแห้งแข็งติดบีกเกอร์ ไม่สามารถนำมาใช้ได้ ที่อุณหภูมิ 100°C ต้องใช้เวลาในการอบ 1 h เท่านั้น ถ้าเวลาอบนานกว่านี้ สารละลาย ESO100 จะแห้งแข็งติดบีกเกอร์ ทำการจุ่มชิ้นไม้ยางพาราในสารละลาย ESO100 และนำไปอบที่ 150°C เป็นเวลา 1 h พบว่า ผิวหน้าและด้านข้างของไม้ยังมีฟองอากาศอยู่ มีสารละลาย ESO100 บางส่วนไหลลงไปตามด้านข้างของไม้ และที่อุณหภูมิ 100°C ผิวหน้าของไม้จะหนาและมีความสม่ำเสมอมากที่สุด รองลงมาคืออุณหภูมิ 90 และ 80°C ตามลำดับ ดังรูปที่ 4.26



รูปที่ 4.26 ภาพไม้ยางพาราเคลือบด้วย ESO100 ที่มีการบ่มสารละลาย ESO100 ที่อุณหภูมิ 80-100°C เป็นเวลา 1 h ก่อนนำไปเคลือบบนไม้ยางพาราด้วยวิธีจุ่ม อบชิ้นไม้ยางพาราที่ 150°C เป็นเวลา 1 h

จากการทดลองที่ผ่านมาทั้งการใช้แปรงทาสีและการจุ่ม ซึ่งพบว่า การจุ่มให้ชิ้นงานที่ดีกว่าการใช้แปรงทาสี แต่สิ่งที่สังเกตเห็นจากการจุ่มคือ การมีฟองอากาศที่ผิวหน้าชิ้นงานซึ่งเกิดขึ้นระหว่างการจุ่ม ดังนั้น จึงหาวิธีการที่จะลดหรือกำจัดฟองอากาศนี้ออกไป เลือกใช้ฟู่กันทาไม้ในการทาสารละลาย ESO100 เนื่องจากฟู่กันมีขนที่อ่อนนุ่มกว่าแปรงทาสี การทาน่าจะช่วยลดฟองอากาศที่เกิดบนผิวได้ การทดลองตอนนี้แบ่งเป็น 3 ชุด โดยใช้สารละลาย ESO100 ที่มี MTHPA 60 pph และ 1-เมทริลอิมิดาโซล 1 pph วิธีการเตรียมตัวอย่างและผลการทดลองแต่ละชุดมีดังนี้

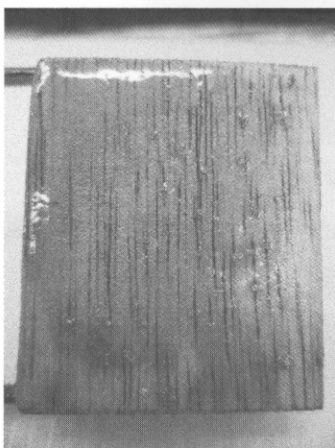
- ชุดที่หนึ่ง นำสารละลาย ESO100 ไปอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 1-3 h เมื่อครบเวลาที่กำหนดนำสารละลาย ESO100 ออกจากตู้อบ วางทิ้งไว้เป็นเวลา 1 h ที่อุณหภูมิห้อง ใช้ฟู่กันทาสารละลาย ESO100 ให้ทั่วชิ้นไม้ และนำไม้ไปอบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 1 h พบว่าสารละลาย ESO100 ที่อบเป็นเวลา 1 h จะมีผิวหน้าที่ไม่สม่ำเสมอ บางส่วนจะเคลือบไม่ติด และเมื่อเวลาที่ใช้ออบสารละลาย ESO100 นานขึ้น ความหนาของฟิล์ม ESO100 บนผิวหน้าของไม้ก็จะเพิ่มขึ้นตามลำดับ ถึงแม้ว่าจะได้แผ่นฟิล์ม ESO100 แห่งสนิทดี แต่สารละลาย ESO100 ยังคงไหลออกจากชิ้นไม้ระหว่างการทา

- ชุดที่สอง นำสารละลาย ESO100 ไปอบที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 1-3 h เมื่อครบเวลาที่กำหนดนำสารละลาย ESO100 ออกจากตู้อบ วางทิ้งไว้เป็นเวลา 1 h ที่อุณหภูมิห้อง ใช้ฟู่กันทาสารละลาย ESO100 ให้ทั่วชิ้นไม้ และนำไม้ไปอบที่อุณหภูมิ 150, 160 และ 170°C เป็นเวลา 30, 45 และ 60 min พบว่าการอบสารละลาย ESO100 นานขึ้น จะทำให้ได้แผ่นฟิล์ม ESO100 บนผิวไม้ยางพาราหนามากขึ้นเช่นเดียวกับผลการทดลองชุดที่หนึ่ง การอบไม้ที่เวลานานขึ้นจะทำให้ได้แผ่นฟิล์มดีขึ้นในทุกอุณหภูมิของการอบ นั่นคือ เวลาอบที่ 60 min ให้แผ่นฟิล์มที่มีความ

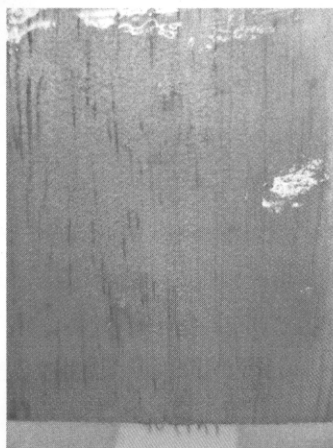
หนาสม่ำเสมอมากที่สุดและมีฟองอากาศน้อยที่สุด ส่วนผลการอบไม้ที่อุณหภูมิต่างกันพบว่า การอบไม้ที่ 170°C ให้แผ่นฟิล์มที่ดีที่สุด คือ มีฟองอากาศน้อยที่สุด

- ชุดที่สาม นำสารละลาย ESO100 ไปอบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 1 และ 1.30 h เมื่อครบเวลาที่กำหนดนำสารละลาย ESO100 ออกจากตู้อบ วางทิ้งไว้เป็นเวลา 1 h ที่อุณหภูมิห้อง ใช้ฟุ้งกันทาสารละลาย ESO100 ให้ทั่วชิ้นไม้และนำไปอบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 1 h พบว่า ESO เมื่ออบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 1 h จะมีผิวหน้าที่เรียบและหนาสม่ำเสมอมากกว่าอบที่ 1 h 30 min

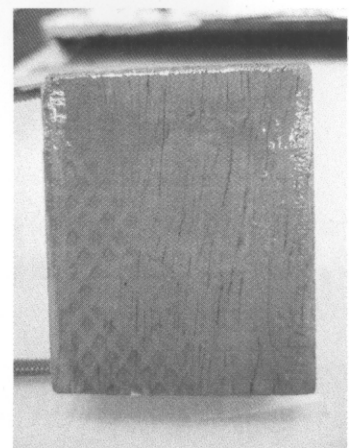
การอบสารละลาย ESO100 ที่อุณหภูมิสูง เช่น 80-100°C ในระยะเวลาหนึ่งๆ หรือที่เรียกว่า การบ่ม ช่วยทำให้ความหนืดของสารละลาย ESO100 สูงขึ้น การบ่มในบางสภาวะสามารถให้ความหนืดที่เหมาะสมต่อการนำไปใช้งาน เช่น การบ่มในชุดที่สองและสาม รูปที่ 4.27 แสดงภาพตัวอย่างไม้ยางพาราที่เคลือบด้วยสารละลาย ESO100 ที่บ่มหรืออบที่อุณหภูมิ 80-100°C เป็นเวลา 1 h ก่อนนำไปทาบนไม้ยางพารา จะเห็นว่าได้ผลที่ดี มีฟองอากาศน้อยมาก และได้ผิวเรียบสม่ำเสมอมากขึ้น



a. อบ ESO ที่ 80°C



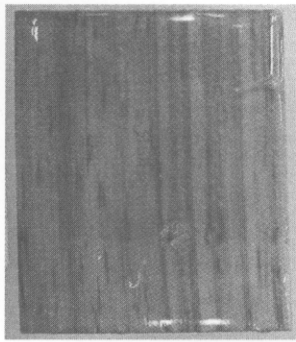
b. อบ ESO ที่ 90°C



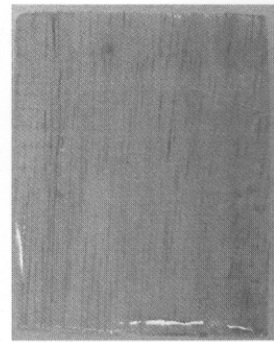
c. อบ ESO ที่ 100°C

รูปที่ 4.27 ภาพไม้ยางพาราเคลือบด้วย ESO100 ที่มีการบ่มสารละลาย ESO100 ที่อุณหภูมิ 80-100°C เป็นเวลา 1 h ก่อนนำไปเคลือบบนไม้ยางพาราด้วยวิธีการทาด้วยฟุ้งกัน อบชิ้นไม้ยางพาราที่ 150°C เป็นเวลา 1 h

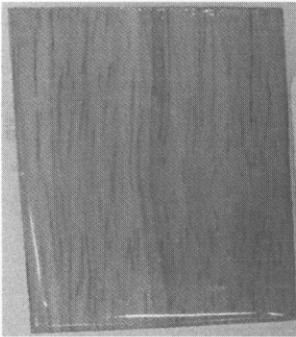
จากผลการทดลองที่มีการอบหรือการบ่มสารละลาย ESO100 ที่อุณหภูมิสูง ช่วยให้สารละลาย ESO100 สามารถนำไปใช้ทาบนไม้ยางพาราได้ แต่เนื่องจากการอบที่อุณหภูมิสูง ทำให้ไม่สามารถนำสารละลาย ESO100 มาใช้งานได้ทันที เพราะยังร้อนและความหนืดยังไม่สูงพอ ต้องวางทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องหลังจากนำออกมาจากตู้อบเป็นเวลา 1 h จึงจะสามารถนำมาใช้งานได้ เพราะมีความหนืดสูงพอ แสดงให้เห็นว่าน่าจะมีการหล่อเย็นสารละลาย ESO100 ทันทีที่นำออกมาจากตู้อบ จึงทำการทดลองเปรียบเทียบผลของการหล่อเย็นนี้ โดยเตรียมสารละลาย ESO100 ที่ผสมกับ 1-เมทธิลอิมีดาโซล 1 pph และ MTHPA 60 pph แบ่งสารละลาย ESO 100 เป็น 2 ชุด ดังนี้ ชุดแรกอบที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 1, 2, 2.30 และ 3 h ชุดที่สองอบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 30, 40, 50 และ 60 min ตามลำดับ หลังจากการอบนำไปแช่ในน้ำเย็นทันที รอให้สารละลาย ESO100 มีอุณหภูมิใกล้เคียงอุณหภูมิห้อง แล้วจึงนำไปทาไม้ ใช้เวลาช่วงนี้ประมาณ 2-3 min พบว่า ESO ที่นำไปอบที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 2 h 30 min จะมีลักษณะที่ผิวหน้าที่เรียบและสม่ำเสมอมากกว่าอุณหภูมิอื่นๆ และ ESO เมื่ออบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 30, 40, และ 50 min จะมีผิวหน้าที่สม่ำเสมอมากกว่าอบเป็นเวลา 60 min รูปที่ 4.28 แสดงภาพไม้ยางพาราที่ได้จากการทดลองชุดนี้



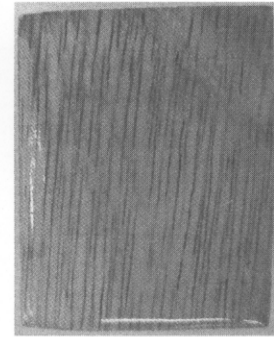
a. 90°C 2.30 h



b. 100°C 30 min



c. 100°C 40 min



d. 100°C 50 min

รูปที่ 4.28 ภาพไม้ยางพาราเคลือบด้วย ESO100 ที่มีการบ่มสารละลาย ESO100 ที่อุณหภูมิ 90-100°C เป็นเวลาต่างๆ และหล่อเย็นก่อนนำไปเคลือบบนไม้ยางพาราด้วยวิธีการทาด้วยพู่กัน อบชิ้นไม้ที่ 150°C เป็นเวลา 1 h

จากการทดลองนำสารละลาย ESO100 เป็นสารเคลือบผิวบนไม้ยางพารา สามารถแก้ปัญหาการควบคุมความชื้นได้ในระดับหนึ่ง แต่เนื่องจาก MTHPA หหมดและไม่สามารถจัดหาซื้อภายในประเทศได้ ต้องสั่งซื้อจากต่างประเทศ และต้องสั่งซื้อเป็นจำนวนมาก (1 ตัน) เพราะเป็นเกรดที่ใช้ในอุตสาหกรรม จึงยุติการทดลองการเคลือบผิว

4.8 ผลการตรวจสอบสมบัติของ ESO100-Bengel® 434 นาโนคอมโพสิต

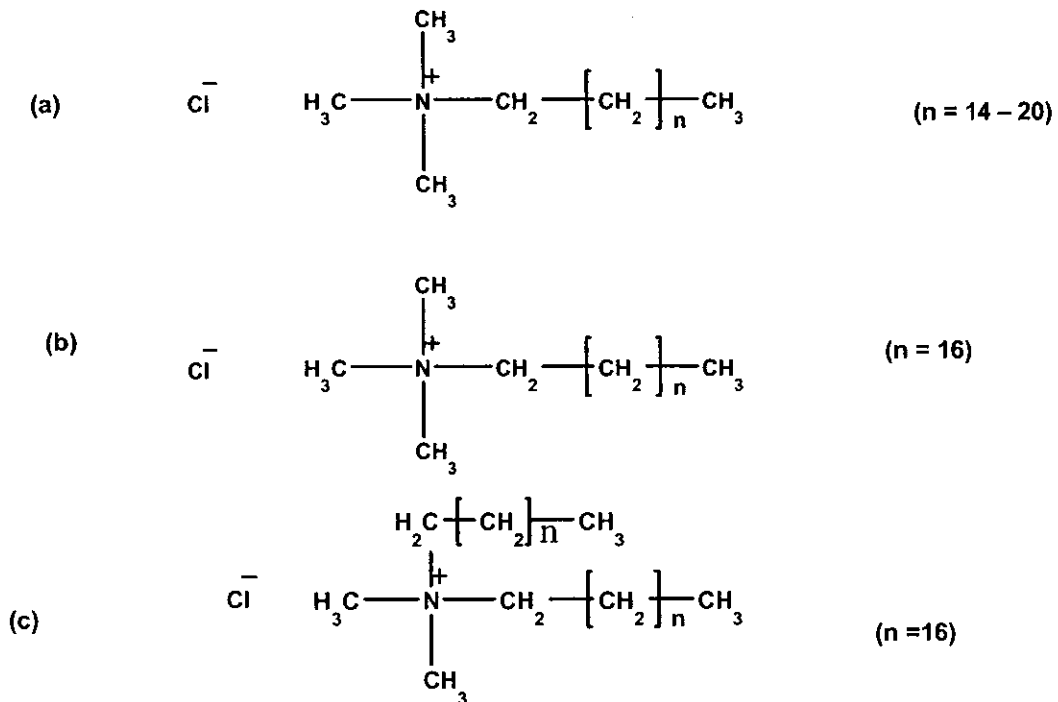
4.8.1 การกระจายตัวของ Bengal® 434 ในตัวทำละลายและ ESO

ดินเหนียวปรับสภาพที่กระจายตัวได้ดีที่สุดในน้ำมันถั่วเหลืองอิพ็อกซิไดซ์ชนิด ESO100 คือ Bengal® 434 จึงเลือกใช้ Bengal® 434 ในการเตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตใน ESO100 ต่อไป ส่วน ESO40 สามารถเข้ากันกับ OTAC ได้ดีที่สุด ดินเหนียวปรับสภาพกลุ่ม Bentone® บางตัวสามารถเข้ากันได้พอสมควรกับ ESO100 แต่ทุกตัวไม่เข้ากันกับ ESO40 ส่วน DTAC ไม่เข้ากัน ESO ทั้งสองชนิด ดังแสดงในตารางที่ 4.22 ดังนั้นจึงเลือกใช้ Bengal® 434 และ OTAC สำหรับ ESO100 และ ESO40 ตามลำดับ รูปที่ 4.29 แสดงโครงสร้างทางเคมีของสารลดแรงตึงผิวในดินเหนียวปรับชนิด Bengal® 434 OTAC และ DTAC ผลการทดสอบการกระจายตัวในตัวทำละลายพบว่า ดินเหนียวปรับสภาพทั้งหมดกระจายตัวได้ดีในคลอโรฟอร์มและกระจายตัวได้ไม่ดีในอะซิโตน

ตารางที่ 4.22 ผลการทดสอบการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพใน ESO100

ชนิดของดินเหนียวปรับสภาพ	ลักษณะการกระจายตัว			
	ไม่กระจายตัว	กระจายตัวเล็กน้อย	กระจายตัวได้ดี	กระจายตัวได้ดีที่สุด
Bentone® SD 1		√		
Bentone® SD 2			√	

Bentone [®] SD 3		√		
Bentone [®] 34			√	
Bentone [®] 38			√	
DTAC	√			
OTAC			√	
Bengel [®] 434				√



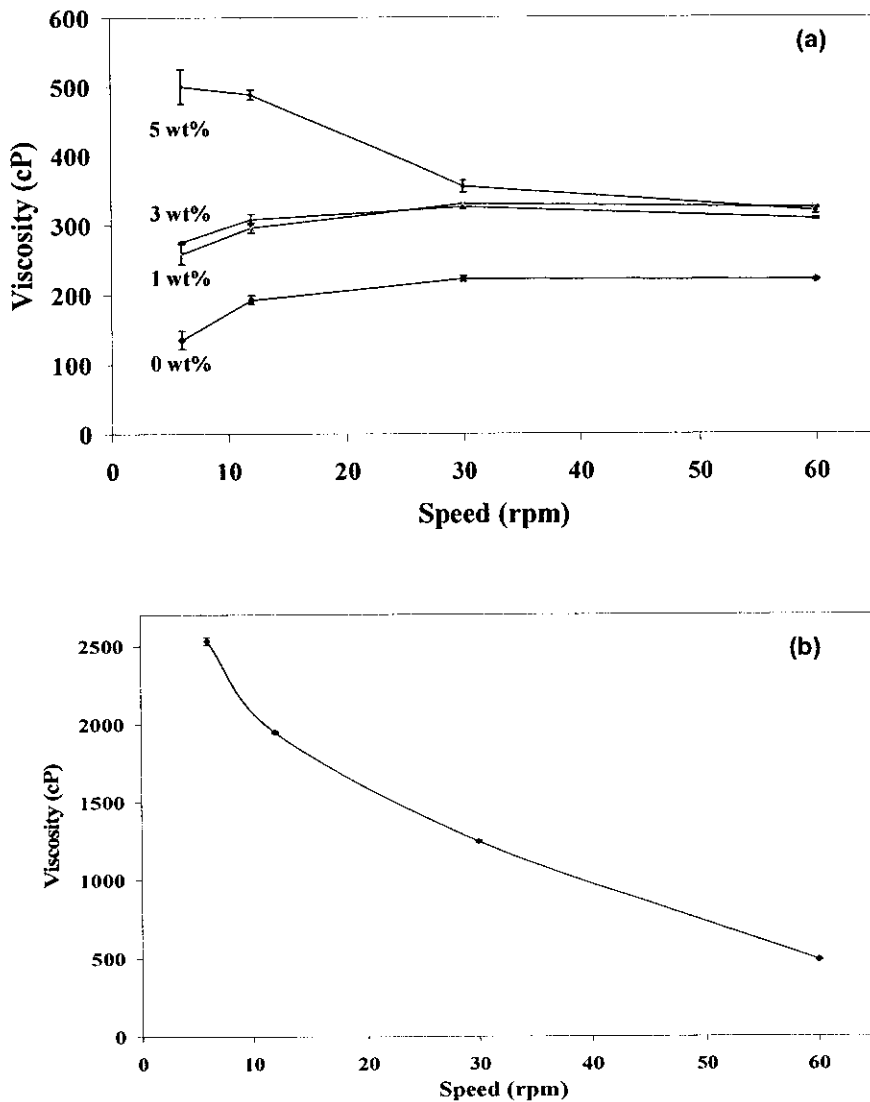
รูปที่ 4.29 โครงสร้างทางเคมีของสารลดแรงตึงผิวในดินเหนียวปรับสภาพ (a) Bengal[®] 434, (b) OTAC, (c) DTAC

4.8.2 ความหนืดของ ESO100 ผสม Bengal[®] 434

จากการศึกษาอิทธิพลของปริมาณดินเหนียวปรับสภาพ Bengal[®] 434 ที่มีต่อค่าความหนืดของ ESO100 พบว่าเมื่อปริมาณดินเหนียวปรับสภาพเพิ่มขึ้น ทำให้ค่าความหนืดสูงขึ้นตามลำดับ และเมื่อศึกษาการวัดความหนืดโดยใช้ความเร็วรอบในการวัดสูงขึ้น พบว่าค่าความหนืดมีแนวโน้มที่ลดลงเมื่อใช้ปริมาณดินเหนียวปรับสภาพตั้งแต่ 5 wt% ขึ้นไป และค่าความหนืดค่อนข้างคงที่เมื่อใช้ปริมาณดินเหนียวปรับสภาพไม่เกิน 1-3 wt% ตารางที่ 4.23 และรูปที่ 4.30 แสดงค่าความหนืดของสารละลายดังกล่าว

ตารางที่ 4.23 ค่าความหนืดของ ESO100 หลังจากผสมดินเหนียวปรับสภาพ Bengal[®] 434

Organoclay Content (wt%)	Viscosity (cP)			
	Speed 6	Speed 12	Speed 30	Speed 60
0	135.0 ± 68.4	192.5 ± 80.9	222.7 ± 86.2	220.8 ± 71.9
1	275.7 ± 8.1	308.3 ± 26.2	326.0 ± 35.3	308.3 ± 26.2
3	258.3 ± 14.4	295.8 ± 7.2	330.0 ± 1.2	324.2 ± 1.4
5	500.0 ± 28.8	408.3 ± 28.9	355.0 ± 25.8	320.0 ± 18.1
8	2533.3 ± 9.2	1950.0 ± 8.9	1246.7 ± 9.6	488.0 ± 9.1



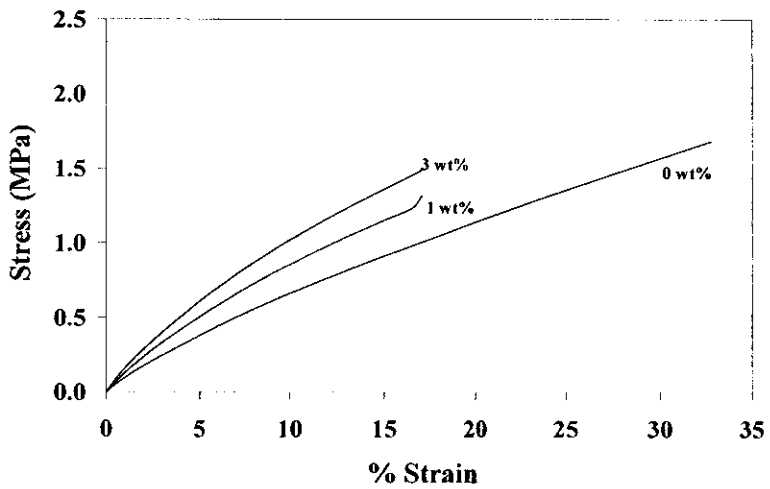
รูปที่ 4.30 ค่าความหนืดของ ESO100 ที่มีปริมาณ Bengal[®] 434 ต่างๆกัน: (a) 0-5 wt% และ (b) 8 wt%

4.8.3 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกนาโนคอมโพสิต (ESO100-Bengel[®] 434)

ทำการทดลองขึ้นรูปแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตเตรียมจาก ESO100 และ Bengal[®] 434 โดยใช้เบ้ากระจก มี MTHPA เป็นสารเชื่อมขวางโมเลกุล และ 1-เมทิลอลิมีตาโซล เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากการทดลองพบว่า หลังจากเติม Bengal[®] 434 แล้ว จำเป็นต้องลดปริมาณ MTHPA ลงเป็น 40 pph เพื่อให้แผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตไม่ฉีกขาดระหว่างทำการแกะออกจากเบ้ากระจก เพราะปริมาณ MTHPA ที่ 60 pph ทำให้แผ่นตัวอย่างมีลักษณะแข็งเปราะมากขึ้น เนื่องจาก ESO100 มีปริมาณอีพอกไซด์สูงมาก จึงทำการทดลองหาสภาวะการอบที่เหมาะสมที่สุด พบว่าการอบที่อุณหภูมิ 135 °C เป็นเวลา 60 min ให้ลักษณะทางกายภาพที่ดีที่สุด แต่ตัวอย่างที่มี Bengal[®] 434 ปริมาณมากกว่า 3 wt% จะได้แผ่นไบโอพลาสติกที่มีผิวหน้าไม่เรียบ เป็นคลื่นจนกระทั่งไม่สามารถตัดเป็นชิ้นทดสอบสมบัติเชิงกลได้ ดังนั้นทำการเตรียมพอลิเมอร์-ดินเหนียวปรับสภาพนาโนคอมโพสิต จาก ESO100 ที่มีส่วนผสม Bengal[®] 434 ปริมาณ 1 และ 3 wt% เท่านั้น ลักษณะทางกายภาพที่ดีของแผ่นไบโอพลาสติกที่เตรียมได้ คือ มีลักษณะใสทั้งชิ้นงาน ผิวหน้าเรียบ ไม่เหนียวเหนอะ แกะออกจากเบ้าได้ง่าย

รูปที่ 4.31 แสดง stress – strain curves จากการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึงของ ESO100 ผสม Bengal[®] 434 ในปริมาณ 0-3 wt% โดยใช้สารเชื่อมขวางโมเลกุล MTHPA 40 pph และตัวเร่งปฏิกิริยา 1-เมทิลอลิมีตาโซล 1 pph อบที่อุณหภูมิ 135 °C เป็นเวลา 60 min ตารางที่ 4.24 แสดงอิทธิพลของ Bengal[®] 434 ที่มีต่อสมบัติความ

ทนต่อแรงดึงและความต้านทานต่อการฉีกขาดของ ESO100 ค่าความทนต่อแรงดึงสูงขึ้นเมื่อเติมดินเหนียวปรับสภาพเพิ่มขึ้น แต่ค่าความเครียด ณ จุดขาดลดลงเมื่อมีปริมาณดินเหนียวปรับสภาพเพิ่มขึ้น ความต้านทานต่อแรงฉีกขาดดีที่สุดในเมื่อใช้ปริมาณดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 1 wt%



รูปที่ 4.31 กราฟความเค้น-ความเครียดของพลาสติกจาก ESO100 ผสมดินเหนียวปรับสภาพ Bengel® 434

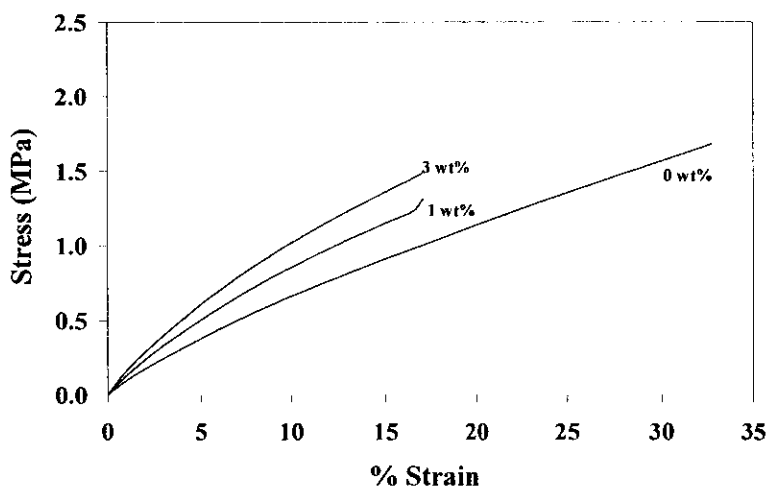
ตารางที่ 4.24 สมบัติเชิงกลของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตที่จาก ESO100 ผสม Bengel® 434

Clay content (%wt)	E (MPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	Tear strength (N/mm)
0	9.73 ± 1.97	1.68 ± 0.29	32.74 ± 1.85	3.73 ± 0.45
1	11.96 ± 1.92	2.14 ± 0.16	33.32 ± 2.82	6.05 ± 0.69
3	15.91 ± 1.22	1.73 ± 0.31	21.12 ± 4.48	4.08 ± 0.50

4.8.4 ผลการตรวจสอบโครงสร้างของ Bengel® 434 ในแผ่น ESO100 ด้วยเทคนิค XRD

ผลการตรวจสอบผลึกของ Bengel® 434 ในแผ่นไบโอคอมโพสิต ESO100 แสดงในรูปที่ 4.32 และตารางที่ 4.25 ได้ทำการตรวจสอบปริมาณผลึกในชั้นตัวอย่างที่มี Bengel® 434 ปริมาณ 5 และ 8 wt% ด้วยถึงแม้ว่าจะไม่สามารถทดสอบสมบัติเชิงกลได้ก็ตาม จะเห็นว่าระยะห่างระหว่างชั้นของ Bengel® 434 ขยายเพิ่มขึ้นเมื่อผสมใน ESO100 และมีระยะห่างใกล้เคียงกัน ยกเว้นตัวอย่างที่มี Bengel® 434 ปริมาณ 1 wt% ไม่พบพีคในช่วงการทดสอบการที่ชั้นของดินเหนียวปรับสภาพมีระยะห่างเพิ่มขึ้น หมายความว่าโมเลกุลของ ESO บางส่วนแทรกเข้าไปในชั้นของ Bengel® 434 ได้ นั่นคือลักษณะที่เรียกว่า intercalation ดังนั้น การทดลองนี้ประสบความสำเร็จที่สามารถเตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตจากการผสม ESO กับดินเหนียวปรับสภาพนี้ได้ ส่วนตัวอย่างที่ไม่ปรากฏพีคเลย (1 wt% Bengel® 434) นี้ ยังไม่สามารถสรุปได้ว่าเกิดลักษณะที่เรียกว่า exfoliation คือ ชั้นของดินเหนียวปรับสภาพแตกกระจายออกไป เนื่องจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD นี้ ยังมีข้อจำกัดในเรื่องค่า 2θ ในการวัดที่ไม่สามารถวิเคราะห์ได้ที่ 0° จำเป็นที่จะต้องตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

ทนต่อแรงดึงและความต้านทานต่อการฉีกขาดของ ESO100 ค่าความทนต่อแรงดึงสูงขึ้นเมื่อเติมดินเหนียวปรับสภาพเพิ่มขึ้น แต่ค่าความเครียด ณ จุดขาดลดลงเมื่อมีปริมาณดินเหนียวปรับสภาพเพิ่มขึ้น ความต้านทานต่อแรงฉีกขาดดีที่สุกเมื่อใช้ปริมาณดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 1 wt%



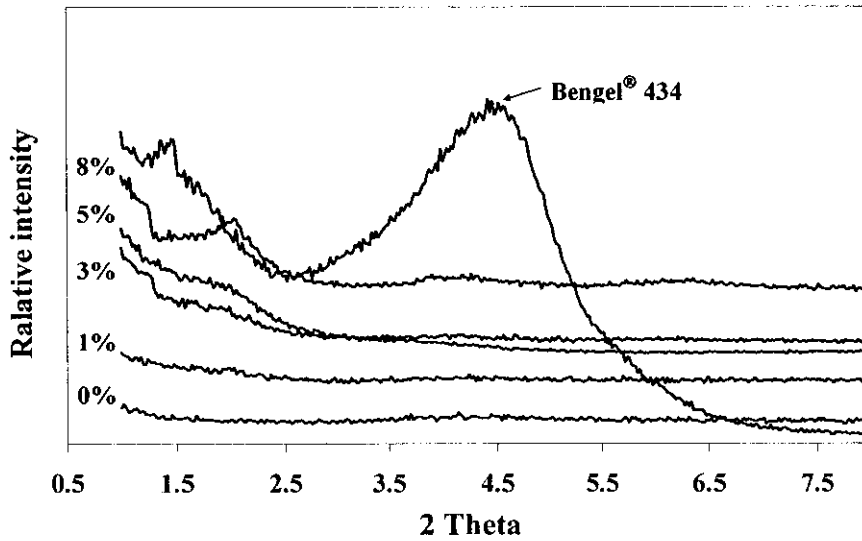
รูปที่ 4.31 กราฟความเค้น-ความเครียดของพลาสติกจาก ESO100 ผสมดินเหนียวปรับสภาพ Bengal[®] 434

ตารางที่ 4.24 สมบัติเชิงกลของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตที่จาก ESO100 ผสม Bengal[®] 434

Clay content (%wt)	E (MPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	Tear strength (N/mm)
0	9.73 ± 1.97	1.68 ± 0.29	32.74 ± 1.85	3.73 ± 0.45
1	11.96 ± 1.92	2.14 ± 0.16	33.32 ± 2.82	6.05 ± 0.69
3	15.91 ± 1.22	1.73 ± 0.31	21.12 ± 4.48	4.08 ± 0.50

4.8.4 ผลการตรวจสอบโครงสร้างของ Bengal[®] 434 ในแผ่น ESO100 ด้วยเทคนิค XRD

ผลการตรวจสอบผลึกของ Bengal[®] 434 ในแผ่นไบโอคอมโพสิต ESO100 แสดงในรูปที่ 4.32 และตารางที่ 4.25 ได้ทำการตรวจสอบปริมาณผลึกในชั้นตัวอย่างที่มี Bengal[®] 434 ปริมาณ 5 และ 8 wt% ด้วยถึงแม้ว่าจะไม่สามารถทดสอบสมบัติเชิงกลได้ก็ตาม จะเห็นวาระยะห่างระหว่างชั้นของ Bengal[®] 434 ขยายเพิ่มขึ้นเมื่อผสมใน ESO100 และมีระยะห่างใกล้เคียงกัน ยกเว้นตัวอย่างที่มี Bengal[®] 434 ปริมาณ 1 wt% ไม่พบพีคในช่วงการทดสอบ การที่ชั้นของดินเหนียวปรับสภาพมีระยะห่างเพิ่มขึ้น หมายความว่าโมเลกุลของ ESO บางส่วนแทรกเข้าไปในชั้นของ Bengal[®] 434 ได้ นั่นคือลักษณะที่เรียกว่า intercalation ดังนั้น การทดลองนี้ประสบความสำเร็จที่สามารถเตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตจากการผสม ESO กับดินเหนียวปรับสภาพนี้ได้ ส่วนตัวอย่างที่ไม่ปรากฏพีคเลย (1 wt% Bengal[®] 434) นี้ ยังไม่สามารถสรุปได้ว่าเกิดลักษณะที่เรียกว่า exfoliation คือ ชั้นของดินเหนียวปรับสภาพแตกกระจายออกไป เนื่องจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD นี้ ยังมีข้อจำกัดในเรื่องค่า 2θ ในการวัดที่ไม่สามารถวิเคราะห์ได้ที่ 0° จำเป็นที่จะต้องตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน



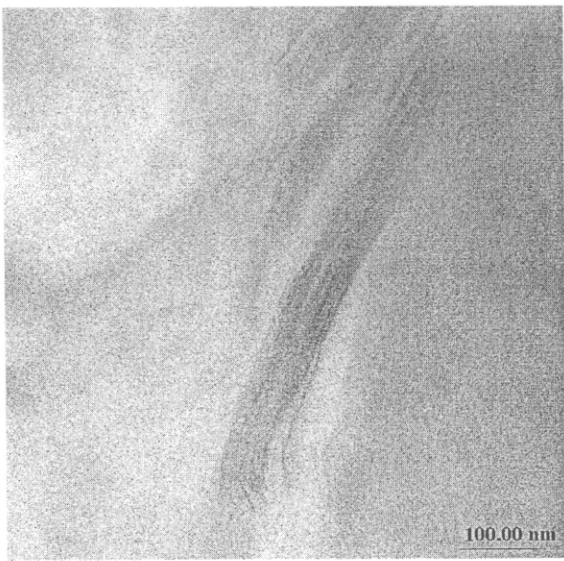
รูปที่ 4.32 XRD patterns ของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตเตรียมจาก ESO100 ผสมกับ Bengel® 434 ปริมาณต่างๆ

ตารางที่ 4.25 ค่าระยะห่างระหว่างชั้นของดินเหนียวปรับสภาพชนิด Bengel® 434 ในแผ่น ESO100

Sample	d-spacing at d_{001} (Å)
Bengel® 434	19.61
ESO100 + 1% Bengel® 434	-
ESO100 + 3% Bengel® 434	46.69
ESO100 + 5% Bengel® 434	46.69
ESO100 + 8% Bengel® 434	44.12

4.8.5 ผลการตรวจสอบโครงสร้างของ Bengel® 434 ในแผ่น ESO100 ด้วยเทคนิค TEM

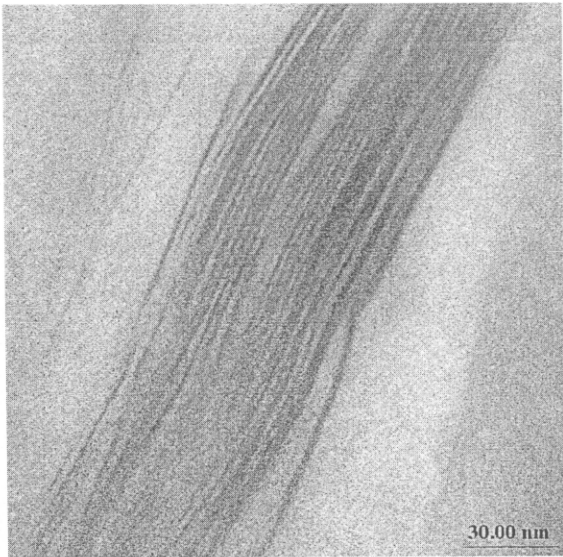
รูปที่ 4.33-4.36 แสดงภาพถ่าย TEM ของ Bengel® 434 ในแผ่น ESO100 ที่ปริมาณต่างๆ กัน พบว่าลักษณะวิทยาของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตทั้งหมดมีลักษณะเป็น intercalation มองเห็นชั้นแต่ละชั้นของ Bengel® 434 แยกห่างกันอย่างชัดเจนและเรียงขนานกันเป็นระเบียบ ในขณะที่บางส่วนมีการจัดเรียงตัวของชั้นผลึกไม่เป็นระเบียบด้วย กำลังขยายที่เหมาะสมต่อการพิจารณาลักษณะวิทยาควรเป็นกำลังขยายตั้งแต่ 100,000 เท่าขึ้นไป



(a)

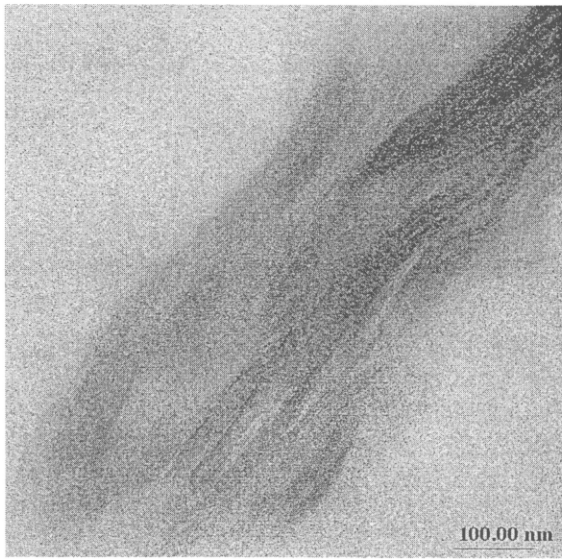


(b)

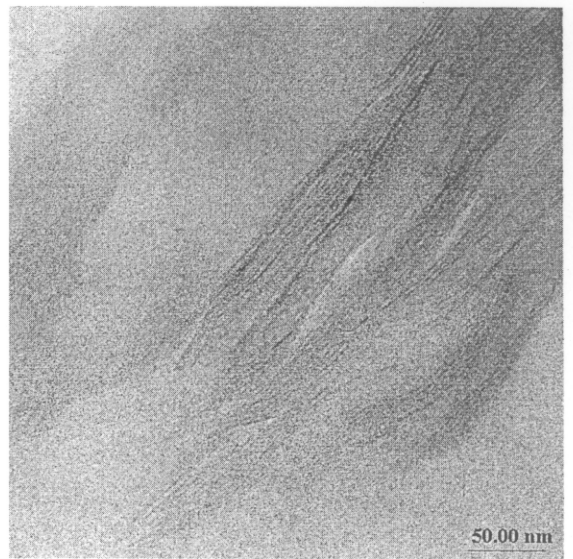


(c)

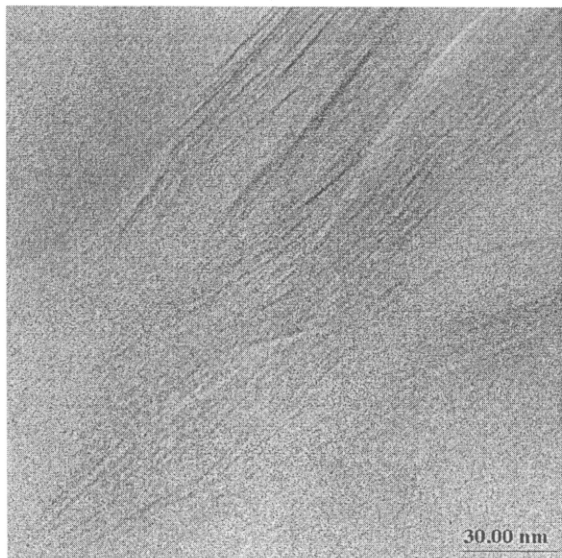
รูปที่ 4.33 ภาพถ่าย TEM ของ ESO100 ผสม Bengel[®] 434 ปริมาณ 1 wt% ที่กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า, (b) 50,000 เท่า และ (c) 100,000 เท่า



(a)

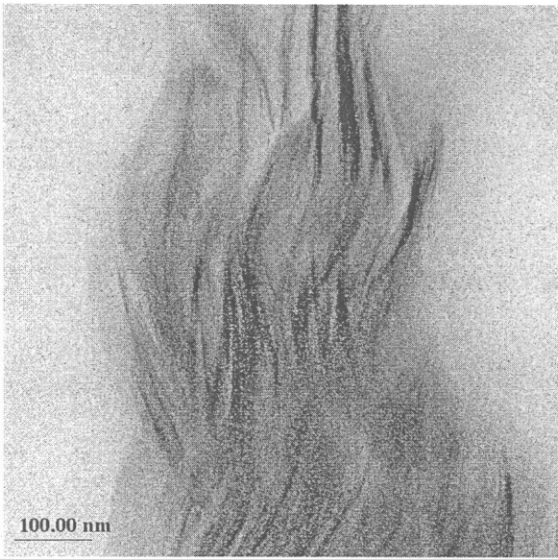


(b)

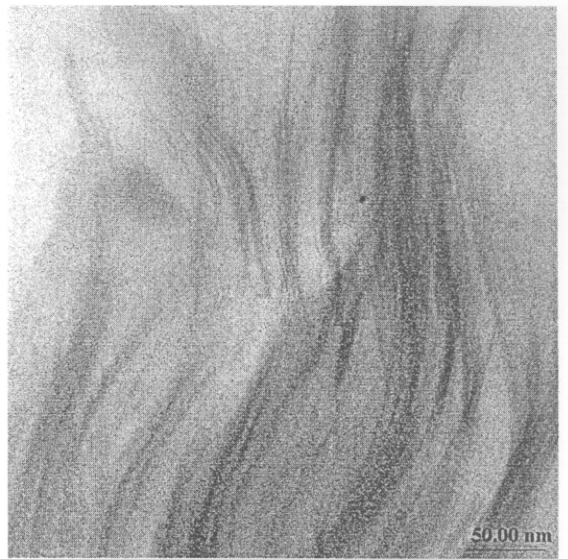


(c)

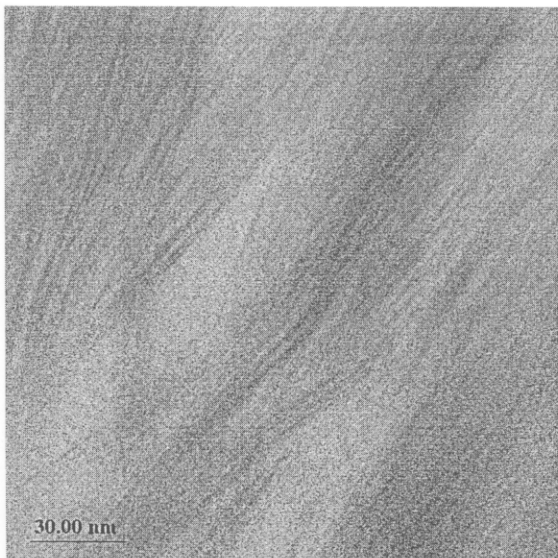
รูปที่ 4.34 ภาพถ่าย TEM ของ ESO100 ผสม Bengel[®] 434 ปริมาณ 3 wt% ที่กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า, (b) 50,000 เท่า และ (c) 100,000 เท่า



(a)

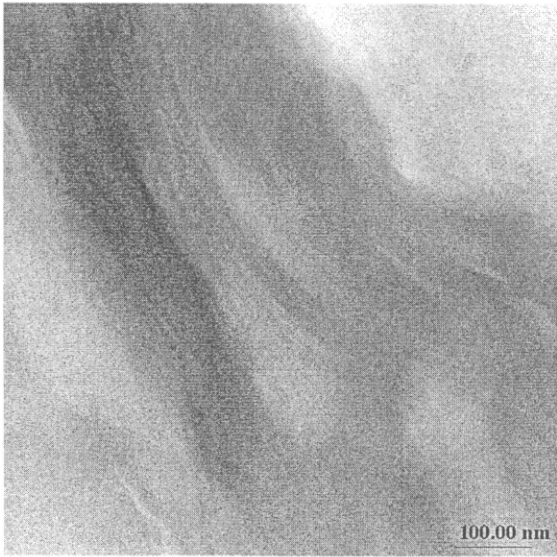


(b)

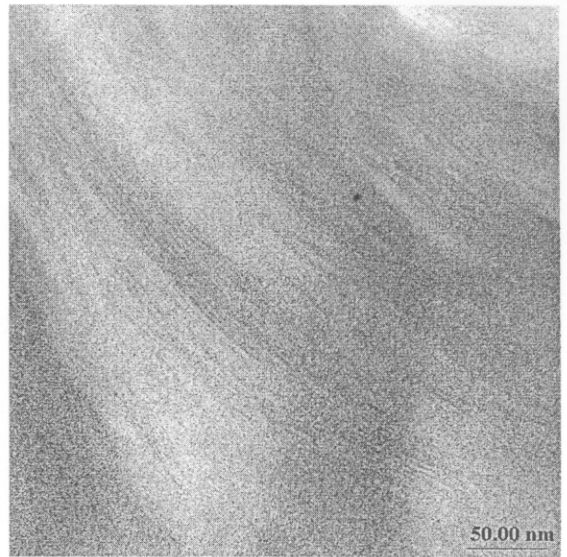


(c)

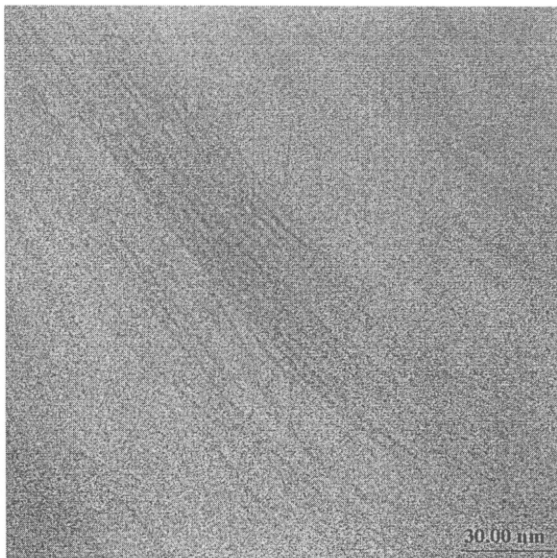
รูปที่ 4.35 ภาพถ่าย TEM ของ ESO100 ผสม Bengal[®] 434 ปริมาณ 5 wt% ที่กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า, (b) 50,000 เท่า และ (c) 100,000 เท่า



(a)



(b)



(c)

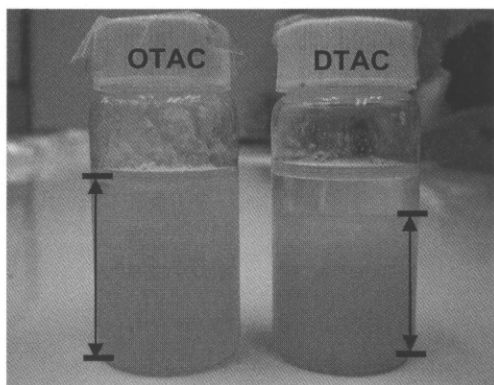
รูปที่ 4.36 ภาพถ่าย TEM ของ ESO100 ผสม Bengel[®] 434 ปริมาณ 8 wt% ที่กำลังขยายต่าง ๆ: (a) 25,000 เท่า, (b) 50,000 เท่า และ (c) 100,000 เท่า

4.9 ผลการตรวจสอบสมบัติของ ESO40-ดินเหนียวปรับสภาพนาโนคอมโพสิต

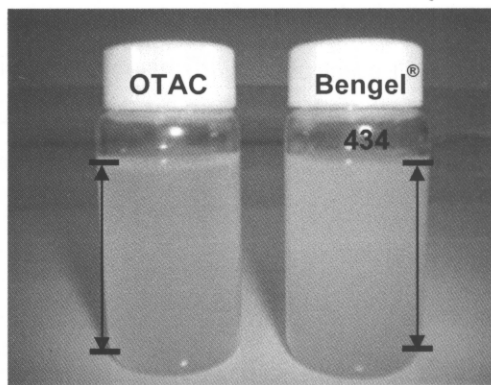
4.9.1 การกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลายและ ESO40

การทดสอบการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพ 3 ชนิด ได้แก่ OTAC DTAC และ Bengel[®] 434 ใน ESO40 หลังจากผ่านการสั่นสะเทือนด้วยคลื่นเสียงด้วยเครื่องโซนิเคชันเป็นเวลา 4 h แล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 12 h สังเกตการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพด้วยสายตา ดังแสดงในรูปที่ 4.37 พบว่าดินเหนียวปรับสภาพที่กระจายตัวได้ดีใน ESO40 คือ OTAC และ Bengel[®] 434 ส่วนดินเหนียวปรับสภาพชนิด DTAC มีความสามารถในการกระจายตัวใน ESO40 ได้ต่ำที่สุด ทั้ง OTAC และ Bengel[®] 434 สามารถกระจายตัวได้ดีในตัวทำละลายคลอโรฟอร์ม และไม่

สามารถกระจายตัวได้ในตัวทำละลายอะซีโตนดังแสดงในรูปที่ 4.38 สรุปผลการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพทั้งสามชนิดแสดงในตารางที่ 4.26 ดินเหนียวปรับสภาพตระกูล Bentone[®] กระจายตัวไม่ดีทั้งใน ESO40 และคลอโรฟอร์ม ดังนั้น ในที่นี้จะเลือกใช้ OTAC ในการเตรียมแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตจาก ESO40

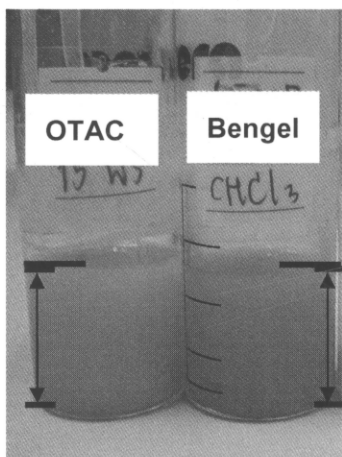


(a)

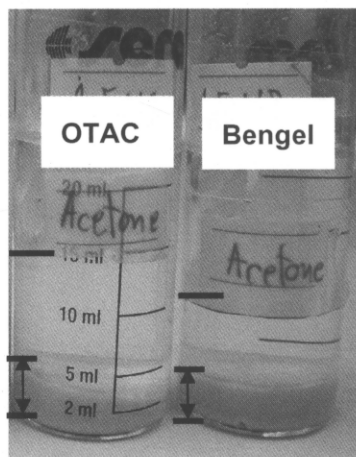


(b)

รูปที่ 4.37 การกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพ 3 ชนิดใน ESO40: (a) OTAC และ DTAC (b) OTAC และ Bengel[®] 434



(a)



(b)

รูปที่ 4.38 การกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC และ DTAC ในตัวทำละลาย (a) คลอโรฟอร์ม และ (b) อะซีโตน

ตารางที่ 4.26 ผลการทดสอบการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพใน ESO40

ชนิดดินเหนียวปรับสภาพ	ESO40	ตัวทำละลาย	
		Acetone	Chloroform
OTAC	√√	×	√√
DTAC	√	×	√
Bengel 434	√√	×	√√

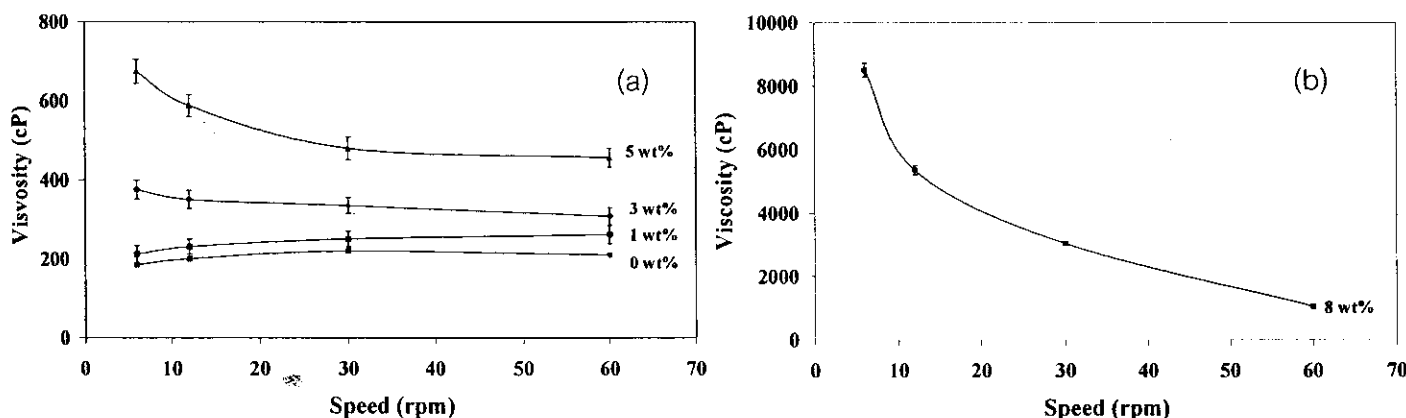
เมื่อ √√ หมายถึง กระจายตัวได้ดีมาก
 √ หมายถึง กระจายตัวได้ดี
 × หมายถึง กระจายตัวไม่ดี

4.9.2 ความหนืดของ ESO40 ผสมดินเหนียวปรับสภาพ

ทำการวัดความหนืดที่ความเร็วรอบต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 4.27 และรูปที่ 4.39 พบว่าค่าความหนืดจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ที่เติมลงไปและจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่อปริมาณดินเหนียวเพิ่มขึ้นจาก 5 wt% ไปเป็น 8 wt% ไม่ว่าจะใช้ความเร็วรอบสูงหรือต่ำก็ตาม ดินเหนียวปรับสภาพทำให้น้ำมันมีการเปลี่ยนแปลงสองทิศทาง คือ เมื่อมีดินเหนียวปรับสภาพเพียงเล็กน้อย จะทำให้มีความหนืดเพิ่มขึ้นแล้วคงที่ เมื่อมีการเติมดินเหนียวปรับสภาพมากขึ้นถึง 8 % พฤติกรรมความหนืดของ ESO ทั้งสองชนิดกลายเป็น pseudoplastic fluid คือ ความหนืดลดลงเมื่อความเร็วของการวัดเพิ่มขึ้น พฤติกรรมดังกล่าวนี้เป็นลักษณะปกติที่เกิดขึ้นในการใช้ดินเหนียวปรับสภาพเป็นสารลดความหนืดในน้ำมันต่างๆ เป็นที่น่าสังเกตว่า ความหนืดของ ESO100 มีค่าต่ำกว่าความหนืดของ ESO 40 แสดงว่าหมู่อิพอกไซด์ทำให้ความหนืดของน้ำมันถั่วเหลืองลดลง ค่าความหนืดที่เหมาะสมนั้น ขึ้นอยู่กับการใช้งาน ไม่สามารถระบุได้ว่าควรมีปริมาณเท่าไร

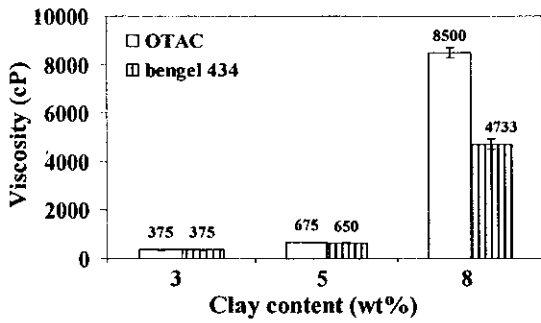
ตารางที่ 4.27 ค่าความหนืดของ ESO40 ผสมดินเหนียวปรับสภาพ OTAC

System	Viscosity (cP)			
	Speed 6	Speed 12	Speed 30	Speed 60
ESO40	185 ± 10	200 ± 16	220 ± 12	210 ± 15
ESO+1%wt clay	211 ± 21	230 ± 19	250 ± 20	261 ± 23
ESO+3%wt clay	375 ± 24	350 ± 23	335 ± 20	308 ± 22
ESO+5%wt clay	675 ± 30	588 ± 28	480 ± 29	456 ± 24
ESO+8%wt clay	8,500 ± 220	5,350 ± 144	3,040 ± 62	1,050 ± 20

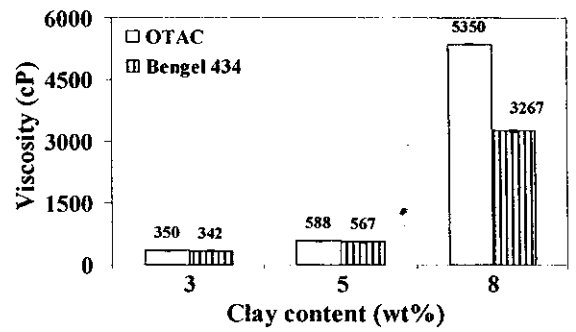


รูปที่ 4.39 ความหนืดของ ESO40 ผสมกับ OTAC ปริมาณต่างๆ: (a) 1-5 wt% และ (b) 8 wt%

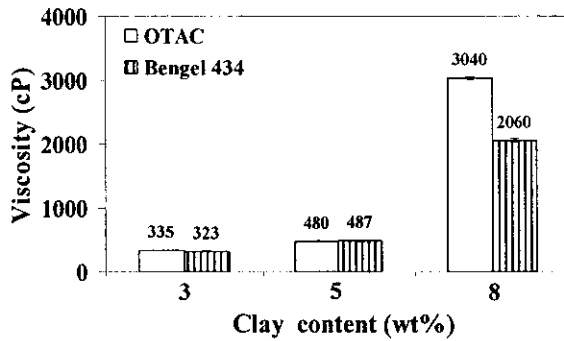
การใช้ดินเหนียวปรับสภาพชนิด Bengel® 434 กระจายตัวใน ESO40 ที่สภาวะการทดลองเดียวกันกับดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC ให้ค่าความหนืดในแนวโน้มเดียวกันและให้ค่าความหนืดค่อนข้างใกล้เคียงกับการใช้ดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC หากใช้ในปริมาณ 3 wt% และ 5 wt% ดังแสดงในรูปที่ 4.40 การใช้ดินเหนียวปรับสภาพชนิด Bengel® 434 ปริมาณ 8 wt% จะให้ค่าความหนืดต่ำกว่าชนิด OTAC แสดงว่าดินเหนียวปรับสภาพชนิด Bengel® 434 มีความสามารถในการกระจายตัวใน ESO40 ต่ำกว่าชนิด OTAC ดังนั้นจึงเลือกดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC มาใช้ในการเตรียมเป็นพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตเนื่องจากให้การกระจายตัวได้ดีใน ESO40



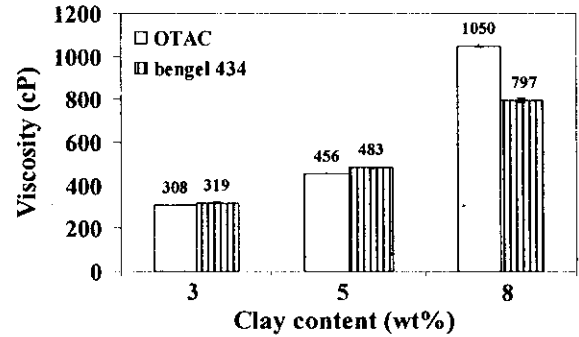
(a)



(b)



(c)



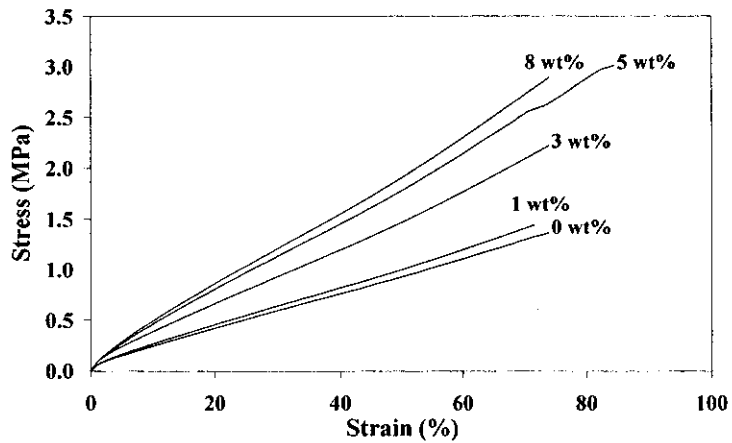
(d)

รูปที่ 4.40 ความหนืดของ ESO40 ผสมดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC และ Bengel[®] 434 ปริมาณ 3-8 wt% ใช้ความเร็วรอบในการวัดความหนืดต่างๆ : (a) 6 rpm (b) 12 rpm (c) 30 rpm และ (d) 60 rpm

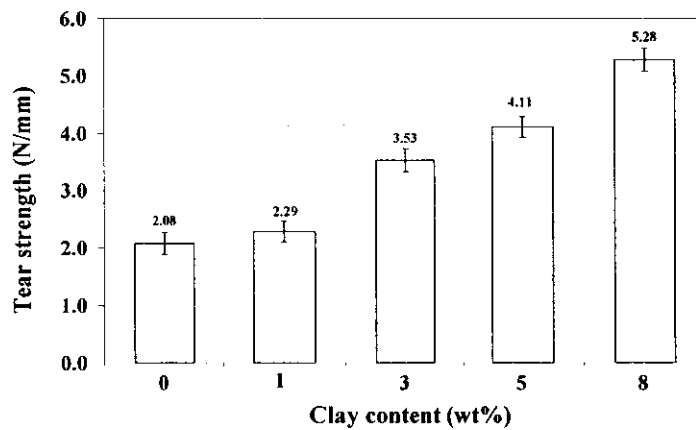
4.9.3 สมบัติความทนต่อแรงดึงของแผ่นไบโอพลาสติกนาโนคอมโพสิต (ESO40-OTAC)

เมื่อศึกษาสมบัติความทนต่อแรงดึงของพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตจาก ESO40 โดยใช้ปริมาณดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC แปรปริมาณดินเหนียวปรับสภาพ 0 wt%, 1 wt%, 3 wt%, 5 wt% และ 8 wt% ขึ้นรูปเป็นแผ่นโดยใช้สารเชื่อมขวางโมเลกุล MTHPA ปริมาณ 60 pph อบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 75 min ทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึงด้วยอัตรา 50 mm/min ได้ผลการทดลองแสดงในรูปที่ 4.41 พบว่าพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตแสดงพฤติกรรมความทนต่อแรงดึงแบบเปราะ ไม่มีจุดคราก มีลักษณะที่ยืดหยุ่นคล้ายยาง และคล้ายกับชิ้นงานที่ไม่มีการเติมดินเหนียวปรับสภาพ ค่ามอดูลัส (E) เพิ่มขึ้นจาก 2.74 MPa ถึง 9.73 MPa ตามปริมาณดินเหนียวปรับสภาพที่เพิ่มขึ้นเมื่อเติมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 0 wt% ถึง 5 wt% ดังแสดงในตารางที่ 10 และพบว่าให้ค่า E สูงกว่าการเตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตที่เตรียมจาก ESO100 ทางการค้าผสมกับดินเหนียวปรับสภาพชนิด Closite[®] 30B ขึ้นรูปโดยใช้สารเชื่อมขวางโมเลกุลชนิด TETA เมื่อเปรียบเทียบการใช้ปริมาณดินเหนียวปรับสภาพในสัดส่วนเท่ากันคือ 5 wt% ให้ค่า E เท่ากับ 2.61 MPa (Liu *et al.*, 2005) ส่วนค่า σ_b เพิ่มขึ้นจาก 1.33 MPa ไปเป็น 2.90 MPa เมื่อปริมาณดินเหนียวปรับสภาพเพิ่มขึ้นจาก 0 wt% ถึง 5 wt% ส่วนตัวอย่างที่มีปริมาณดินเหนียวปรับสภาพ 8 wt% จะให้ค่า E และค่า σ_b ลดลงเป็นผลมาจากการจับตัวเป็นกลุ่มก้อนบางส่วนของดินเหนียวปรับสภาพเมื่อใช้ในปริมาณที่มากขึ้น (Liu *et al.*, 2005) การเติมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 1, 3 และ 8 wt% ไม่มีผลในการปรับปรุงค่า ϵ_b แต่อย่างใด ตัวอย่างที่ใช้ปริมาณดินเหนียวปรับสภาพ 5 wt% จะให้สมบัติความทนต่อแรงดึงสูงสุด โดยมีค่า E, σ_b และค่า ϵ_b เท่ากับ 9.73 MPa, 2.90 MPa และ 80% ในขณะที่สมบัติการทนต่อแรงฉีกขาด ดังแสดงในรูปที่ 4.42 พบว่าค่าความทนต่อแรง

ฉีกขาดจะเพิ่มขึ้นจาก 2.08 MPa ถึง 5.28 MPa ตามปริมาณดินเหนียวปรับสภาพที่เพิ่มขึ้นจาก 0 wt% ถึง 8 wt% ดังแสดงในตารางที่ 4.28



รูปที่ 4.41 กราฟความเค้น-ความเครียดของแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ปริมาณ 1-8 wt%



รูปที่ 4.42 ค่าการทนต่อแรงฉีกขาดของแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จาก ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ปริมาณ 1-8 wt%

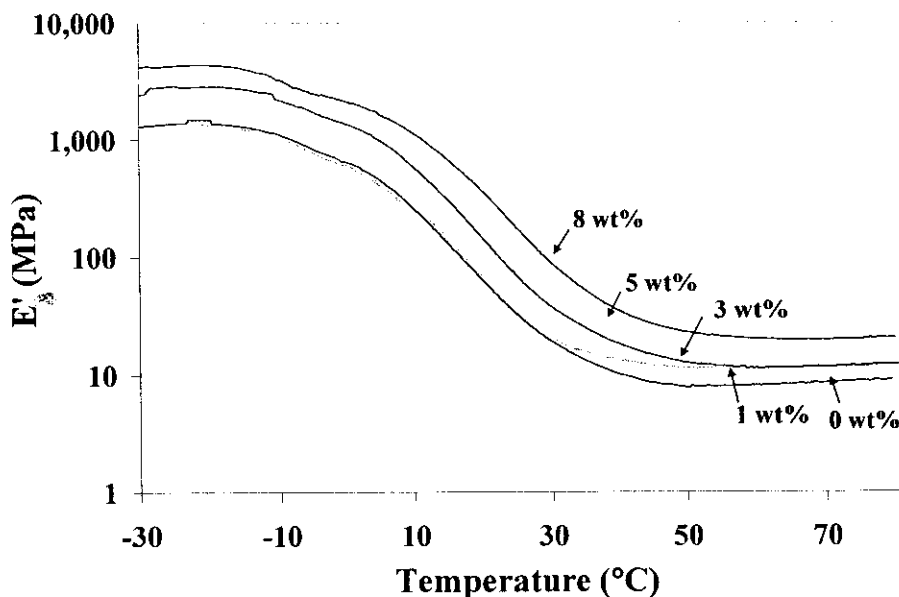
ตารางที่ 4.28 สมบัติเชิงกลของแผ่นไบโอพลาสติกที่ได้จาก ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC โดยมีปริมาณดินเหนียวตั้งแต่ 0-8 wt%

Clay content (%wt)	E (MPa)	δ_b (MPa)	ϵ_b (%)	Tear strength (N/mm)
0	2.74 ± 0.29	1.33 ± 0.14	78 ± 6	2.08 ± 0.19
1	3.22 ± 0.32	1.52 ± 0.15	71 ± 7	2.29 ± 0.18
3	4.83 ± 0.42	2.18 ± 0.19	74 ± 6	3.53 ± 0.20
5	9.73 ± 0.96	2.90 ± 0.32	80 ± 5	4.11 ± 0.18
8	8.30 ± 1.17	2.87 ± 0.33	76 ± 3	5.28 ± 0.20

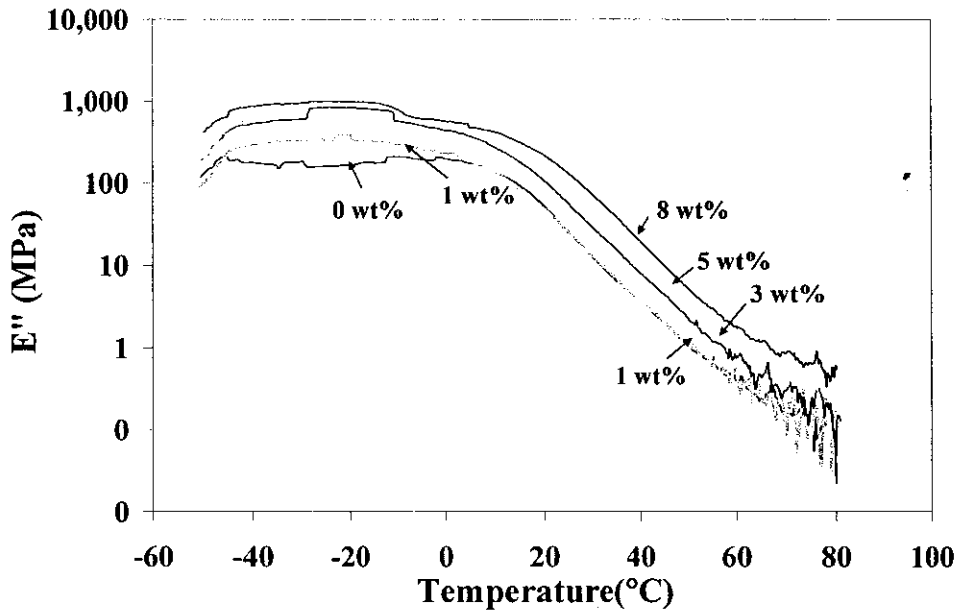
4.9.4 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DMTA ของแผ่น ESO40-OTAC นาโนคอมโพสิต

การวิเคราะห์ทางกลศาสตร์ความร้อนเชิงพลศาสตร์ของพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตจาก ESO40 โดยใช้ดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC แปรปริมาณดินเหนียวปรับสภาพ 0 wt%, 1 wt%, 3 wt%, 5 wt% และ 8 wt% มีผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 4.43 พบว่ามอดุลัสสะสม (E') ของพอลิเมอร์ก่อนและหลังเติมดินเหนียวปรับสภาพมีการเปลี่ยนแปลงสถานะระหว่างคล้ายแก้วและยางในลักษณะคล้ายกัน ค่ามอดุลัสสะสมทั้งในระนาบคล้ายแก้วและคล้ายยางจะมีค่าสูงขึ้นตามปริมาณดินเหนียวปรับสภาพที่เพิ่มขึ้นเช่นเดียวกับค่ายังสัมมอดุลัส (E'') ค่ามอดุลัสสูญเสีย (E'') มีแนวโน้มในลักษณะเดียวกับมอดุลัสสะสม ดังแสดงในรูปที่ 4.44 อุณหภูมิที่มีค่าแทนเจนต์สูญเสียสูงสุดจะเทียบเท่าอุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (T_g) แสดงในรูปที่ 4.45 พบว่าการเติมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 5 wt% และ 8 wt% ทำให้ค่า T_g ของพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตมีค่าเท่ากับ 27.3°C และ 29.4°C ตามลำดับ มีค่าสูงขึ้นเล็กน้อยเมื่อเทียบกับตัวอย่างที่ไม่ได้เติมดินเหนียวปรับสภาพที่มีค่า T_g เท่ากับ 24.3°C ส่วนการใช้ดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 1 wt% และ 3 wt% ไม่มีผลต่ออุณหภูมิ T_g อาจเนื่องมาจากการเติมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณน้อย และสาเหตุอีกประการดังในงานวิจัยเกี่ยวกับพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตของ Miyagawa และคณะ (2005) ที่ทำการผสมน้ำมันตัวเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ 100 mol% และดินเหนียวปรับสภาพทางการค้า Cloisite[®] 30B ในปริมาณ 5 wt% และพบว่าการเติมดินเหนียวปรับสภาพทำให้ค่า T_g มีแนวโน้มลดลง ได้ให้เหตุผลว่า การที่ค่า T_g ลดลงเป็นผลจากการเกิด พลาสติไซเซชัน (plasticization) ของแอมโมเนียมไอออนหรือสารลดแรงตึงผิวในดินเหนียวปรับสภาพ โดยสายโซ่เอมีนของสารลดแรงตึงผิวในดินเหนียวปรับสภาพได้แยกตัวออกมาในระหว่างการขึ้นรูปพลาสติก จึงทำให้ชั้นของดินเหนียวมีระยะห่างลดลงและเกาะกันเป็นกลุ่ม มีผลไปขัดขวางการเชื่อมขวางโมเลกุลระหว่างการขึ้นรูป เป็นผลให้ค่า T_g ลดลง

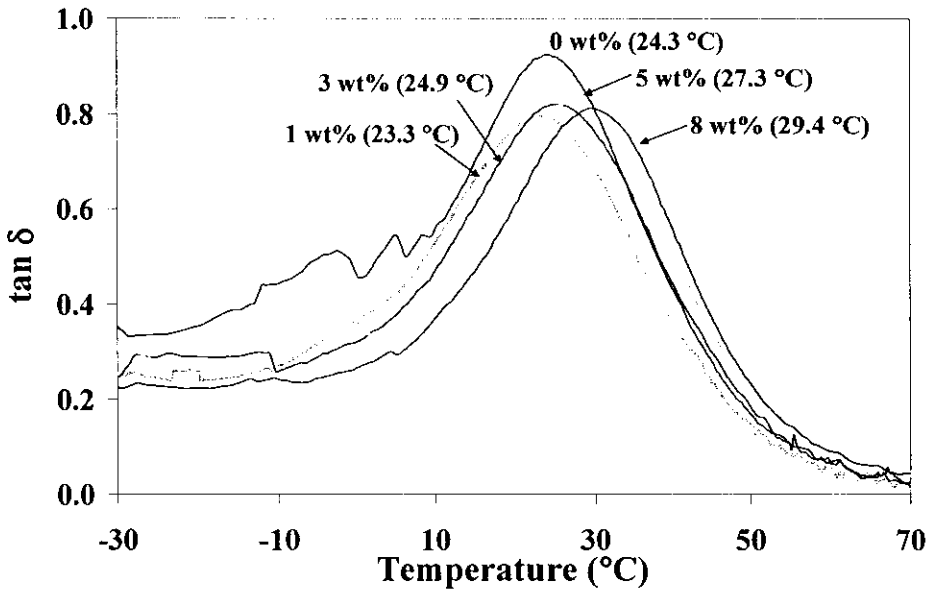
การใช้ดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC สามารถให้ค่า T_g สูงกว่าพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตที่เตรียมจาก ESO100 ทางการค้าผสมกับดินเหนียวปรับสภาพชนิด Cloisite[®] 30B ในปริมาณ 5 wt% และ 8 wt% ขึ้นรูปโดยใช้สารเชื่อมขวางโมเลกุลชนิด TETA ที่ให้ค่า T_g เท่ากับ 20.7°C และ 19.4°C ตามลำดับ (Liu *et al.*, 2005) เป็นผลมาจากการใช้ชนิดและปริมาณของสารเชื่อมขวางโมเลกุลเช่นเดียวกับตัวอย่างที่ไม่ได้ผสมดินเหนียวปรับสภาพดังที่กล่าวมาแล้ว



รูปที่ 4.43 กราฟมอดุลัสสะสม-อุณหภูมิของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตเตรียมจาก ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ในปริมาณ 1-8 wt%



รูปที่ 4.44 กราฟมอดูลัสสูญหาย-อุณหภูมิของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตเตรียมจาก ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ในปริมาณ 1-8 wt%

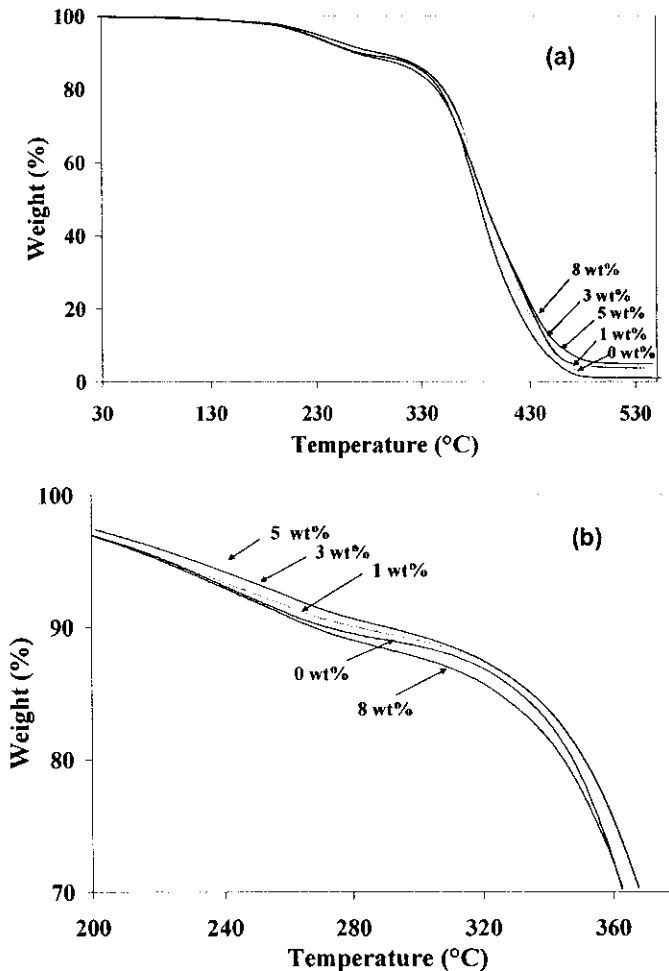


รูปที่ 4.45 กราฟ $\tan \delta$ - temperature ของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตเตรียมจาก ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ในปริมาณ 1-8 wt%

4.9.5 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA ของแผ่น ESO40-OTAC นาโนคอมโพสิต

ผลการวิเคราะห์การเสื่อมสลายทางความร้อนของพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตจาก ESO40 โดยใช้ดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC แปรปริมาณดินเหนียวปรับสภาพ 0 wt%, 1 wt%, 3 wt%, 5 wt% และ 8 wt% แสดงในรูปที่ 4.46 พบว่าพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตมีความเสถียรภาพทางความร้อนได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 180°C โดยอุณหภูมิ T_5 อยู่ในช่วง $220-242^{\circ}\text{C}$ อุณหภูมิ T_{10} อยู่ในช่วง $267-300^{\circ}\text{C}$ และอุณหภูมิ T_{50} เริ่มตั้งแต่อุณหภูมิ 380°C เป็นต้นไป ดังแสดงตารางที่ 4.29 อุณหภูมิ T_5 , T_{10} และ T_{50} หมายถึงอุณหภูมิที่ทำให้ตัวอย่างมีน้ำหนักหายไป 5%, 10% และ 50% ตามลำดับ พบว่าอุณหภูมิ T_5 และ T_{10} มีค่าสูงขึ้นหรือเกิดการเสื่อมสลายทางความร้อนได้ช้าลงเมื่อใช้ดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณสูงขึ้นจาก 0 wt% ถึง 5 wt% ส่วนอุณหภูมิที่มีการสูญหายไปของน้ำหนักปริมาณ 50% หรือค่า T_{50} นั้น

พบว่าจะมีค่าสูงขึ้นเมื่อเติมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 1-5 wt% หากชั้นซิลิเกตของดินเหนียวปรับสภาพสามารถกระจายตัวได้ดีในพอลิเมอร์และมีโครงสร้างเป็นเอกโฟลิเอชัน จะมีความสามารถในการป้องกันการซึมผ่านของก๊าซเพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ดีเมื่อได้รับความร้อนในอากาศ ในขณะที่โครงสร้างแบบอินเตอร์คาเลชันจะแสดงสมบัติทางความร้อนได้ต่ำกว่า (Liu *et al.*, 2005) แต่เนื่องจากการทดสอบการเสื่อมสลายทางความร้อนด้วย TGA ในงานวิจัยนี้ได้ทดสอบภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน (N_2) ดังนั้นจึงแสดงการปรับปรุงเสถียรภาพทางความร้อนได้ไม่มากนัก ส่วนการเติมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 8 wt% พบว่าไม่มีผลในการปรับปรุงเสถียรภาพทางความร้อน อาจเนื่องมาจากการใช้ปริมาณดินเหนียวปรับสภาพที่มากเกินไป จึงอาจเกาะกลุ่มกันเป็นก้อน



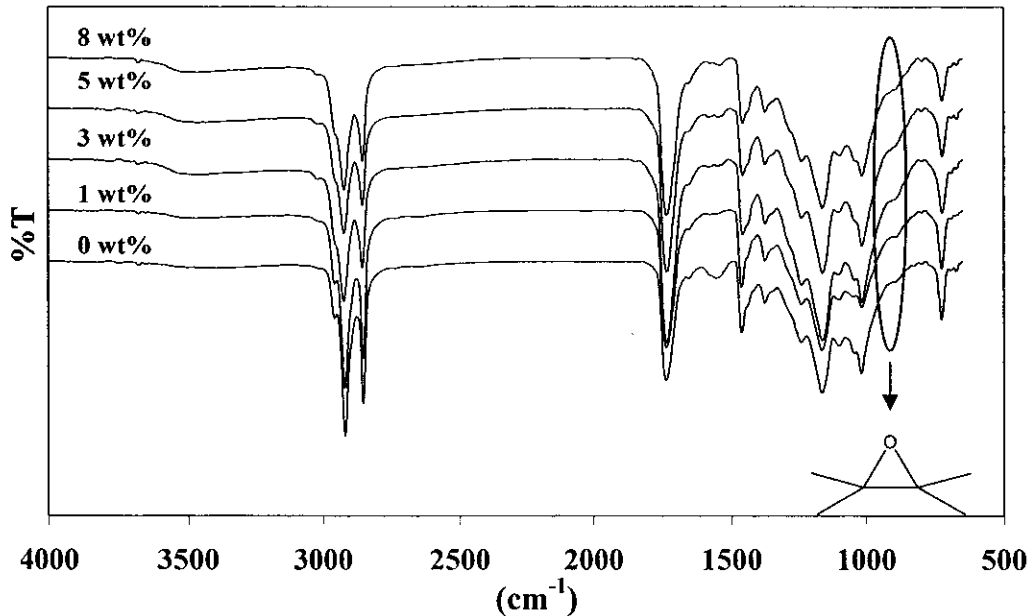
รูปที่ 4.46 TGA เทอร์โมแกรมของแผ่นไบโอพลาสติคคอมโพสิต ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ปริมาณ 0-8 wt%: (a) ช่วงอุณหภูมิ 30-550°C และ (b) ช่วงอุณหภูมิ 200-400°C

ตารางที่ 4.29 อุณหภูมิการเสื่อมสลายของแผ่นไบโอพลาสติค ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ในปริมาณ 0-8 wt%

clay content (wt%)	T_5 ($^{\circ}C$)	T_{10} ($^{\circ}C$)	T_{50} ($^{\circ}C$)
0	222.80	272.36	382.24
1	223.42	281.42	388.93
3	231.48	290.94	390.21
5	241.48	299.69	390.13
8	221.29	267.49	387.67

4.9.6 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR ของแผ่น ESO40-OTAC นาโนคอมโพสิต

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิตเตรียมจาก ESO40 ผสมกับ OTAC ปริมาณ 0-8 wt% แสดงในรูปที่ 4.47 ทุกตัวอย่างไม่แสดงพีคของหมู่ฟังก์ชันที่บริเวณเลขคลื่น 824, 843 cm^{-1} (Park *et al.*, 2004; Lin *et al.*, 2008) แสดงให้เห็นว่ามีการใช้หมู่ฟังก์ชันในการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุลจนหมด และดินเหนียวปรับสภาพที่กระจายตัวใน ESO40 ไม่มีผลกระทบต่อการศึกษาของหมู่ฟังก์ชัน



รูปที่ 4.47 สเปกตรัม FTIR ของแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 ผสมกับ OTAC ปริมาณ 1-8 wt%

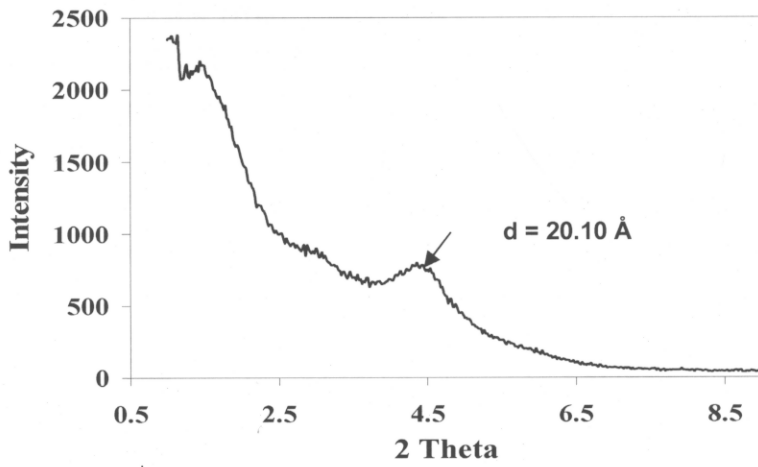
4.9.7 ผลการตรวจสอบโครงสร้างของ OTAC ในแผ่น ESO40 ด้วยเทคนิค XRD

ผลการตรวจสอบค่าระยะห่างระหว่างชั้นซิลิเกต (d-spacing) ของดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC ที่กระจายอยู่ในแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 ด้วยเครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ แสดงในรูปที่ 4.48 พบว่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อตกกระทบกับผลึกดินเหนียวปรับสภาพปรากฏพีคของมุม 2θ เท่ากับ 4.39° อยู่ในระนาบ (001) นำมุมการเลี้ยวเบนดังกล่าวมาคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างชั้นผลึกตามสมการที่ 3.8 พบว่าระยะห่างระหว่างชั้นของผลึกดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC มีค่าเท่ากับ 20.10 Å ใกล้เคียงกับดินเหนียวปรับสภาพทางการค้า Cloisite[®] 30B[®] ซึ่งมีระยะห่างระหว่างชั้นเท่ากับ 19.61 Å (Liu *et al.*, 2005) ส่วนดินเหนียวที่ไม่มีการปรับสภาพชนิดโซเดียมมอนโทโมริลโลไนท์จะมีระยะห่างระหว่างชั้นประมาณ 1.2 nm หรือ 12 Å (Kurose *et al.*, 2007)

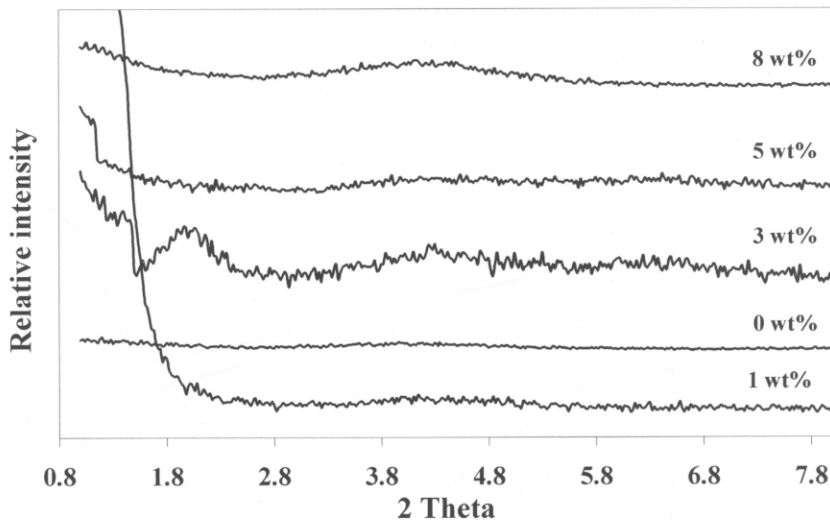
ผลการตรวจสอบระยะห่างระหว่างชั้นของดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ในแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิต จาก ESO40 แสดงในรูปที่ 4.49 พบพีคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่มุม 2θ เท่ากับ 1.98° ในตัวอย่างที่เติมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 3 wt% มีค่าระยะห่างระหว่างชั้นผลึกเท่ากับ 44.57 Å แสดงว่าโครงสร้างของดินเหนียวปรับสภาพกระจายตัวเป็นแบบอินเตอร์คาลชัน เนื่องจากระยะห่างระหว่างชั้นซิลิเกตมีค่าเพิ่มขึ้น ส่วนตัวอย่างที่เติมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณอื่นๆ ไม่พบพีคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จำเป็นที่จะต้องตรวจสอบด้วยเทคนิค TEM เช่นเดียวกับที่กล่าวมาแล้ว

เมื่อคุณลักษณะความโปร่งใสของชิ้นงานดังแสดงในรูปที่ 4.50 พบว่าชิ้นงานที่ไม่ใส่ดินเหนียวปรับสภาพจะให้สีเหลืองใสแบบน้ำมันถั่วเหลือง ส่วนชิ้นงานที่เติมดินเหนียวปรับสภาพจะมีสีเข้มขึ้นเล็กน้อยจากเดิม ความโปร่งใสจะลดลงเล็กน้อยตามปริมาณดินเหนียวปรับสภาพที่เติม หากวางชิ้นงานทาบลงบนตัวอักษรก็สามารถมองเห็นตัวอักษรได้

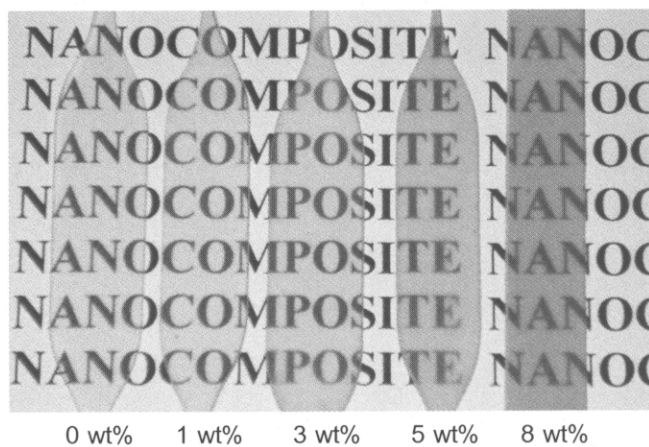
ชัดเจน แสดงถึงการกระจายตัวที่ดีของดินเหนียวปรับสภาพในน้ำมันถั่วเหลืองอิมพัลชันไดซ์ จึงต้องตรวจสอบโครงสร้างของดินเหนียวปรับสภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านอีกครั้งเพื่อยืนยันลักษณะสัณฐานวิทยาที่แท้จริง



รูปที่ 4.48 XRD สเปกตรัมของดินเหนียวปรับสภาพ OTAC



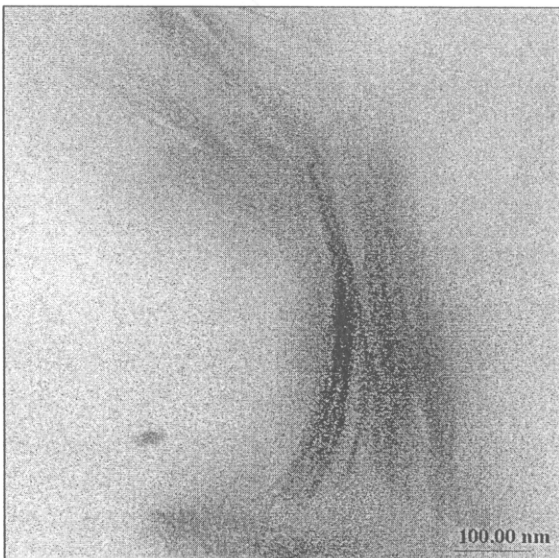
รูปที่ 4.49 XRD patterns ของแผ่นไบโอพลาสติกเตรียมจาก ESO40 ผสมกับ OTAC ปริมาณ 1-8 wt%



รูปที่ 4.50 แผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิต ESO40 ผสมกับดินเหนียวปรับสภาพ OTAC ปริมาณ 1-8 wt%

4.9.8 ผลการตรวจสอบโครงสร้างของ OTAC ในแผ่น ESO400 ด้วยเทคนิค TEM

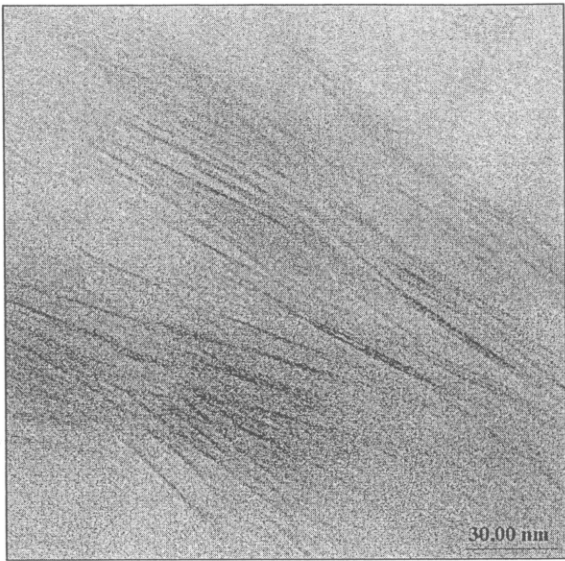
จากการตรวจสอบโครงสร้างของชั้นดินเหนียวปรับสภาพในพลาสติกจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน โดยใช้กำลังขยายต่างกัน คือ 25,000 เท่า, 50,000 เท่า และ 100,000 เท่า แปรปริมาณดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC 1 wt%, 3 wt%, 5 wt% และ 8 wt% พบว่าโครงสร้างดินเหนียวปรับสภาพที่เติมในน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ในปริมาณ 1 wt% ดังแสดงในรูปที่ 4.51 บางส่วนจับกันเป็นก้อนเมื่อ ตรวจสอบด้วยกำลังขยาย 25,000 เท่า แต่เมื่อดูด้วยกำลังขยายสูงขึ้นเป็น 50,000 เท่า และ 100,000 เท่า จะเห็นว่า บางส่วนของดินเหนียวปรับสภาพมีการกระจายตัวได้ดีและมีระยะห่างระหว่างชั้นเพิ่มขึ้นจาก 20.10 Å ไปเป็น 68.55-86.73 Å ซึ่งเป็นระยะห่างระหว่างชั้นดินเหนียวปรับสภาพที่ได้จากคำนวณเทียบมาตรฐานจากภาพถ่าย TEM ดัง ตารางที่ 4.30 เป็นการยืนยันได้ว่าลักษณะดินเหนียวปรับสภาพที่อยู่ในน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์นั้นมีโครงสร้างเป็น อินเตอร์คาเลชันและบางส่วนมีโครงสร้างแบบเอกโฟลิเอชัน สำหรับตัวอย่างพลาสติกที่มีดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 3 wt% ดังแสดงในรูปที่ 4.52 พบว่าเมื่อตรวจสอบโดยใช้กำลังขยาย 25,000 เท่า พบว่าดินเหนียวปรับสภาพมีลักษณะ จับตัวเป็นกลุ่มก้อน มีบางส่วนที่มีการกระจายตัวได้ดี เมื่อตรวจสอบโดยใช้กำลังขยายสูงขึ้นเป็น 100,000 เท่า และ ระยะห่างระหว่างชั้นเพิ่มขึ้นเป็น 33.05-39.79 Å แสดงโครงสร้างแบบอินเตอร์คาเลชันและเอกโฟลิเอชันเป็นบางส่วน เมื่อตรวจสอบตัวอย่างพลาสติกที่มีปริมาณดินเหนียวปรับสภาพ 5 wt% ดังแสดงในรูปที่ 4.53 พบว่าโครงสร้างของชั้นซิลิเกตยังคงเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนและมีระยะห่างระหว่างชั้นดินเหนียวในช่วง 42.00-81.76 Å แสดงลักษณะโครงสร้าง แบบอินเตอร์คาเลชัน ส่วนพลาสติกที่เติมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 8 wt% ดังแสดงในรูปที่ 4.54 เมื่อตรวจสอบ ด้วยกำลังขยาย 25,000 เท่า พบว่าชั้นดินเหนียวปรับสภาพมีการจับตัวเป็นกลุ่มก้อน เมื่อตรวจสอบโดยใช้กำลังขยาย สูงขึ้นเป็น 100,000 เท่า จะเห็นว่าชั้นซิลิเกตบางส่วนมีการกระจายตัวที่ดี เมื่อคำนวณระยะห่างระหว่างชั้นดินเหนียว พบว่าอยู่ในช่วง 13.26-32.44 Å แสดงว่าชั้นของดินเหนียวปรับสภาพมีลักษณะโครงสร้างแบบอินเตอร์คาเลชัน



รูปที่ 4.51 a



รูปที่ 4.51 b

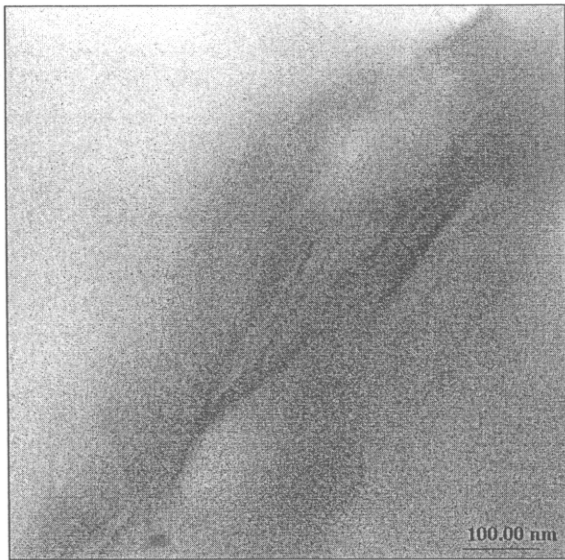


รูปที่ 4.51 c



รูปที่ 4.51 d

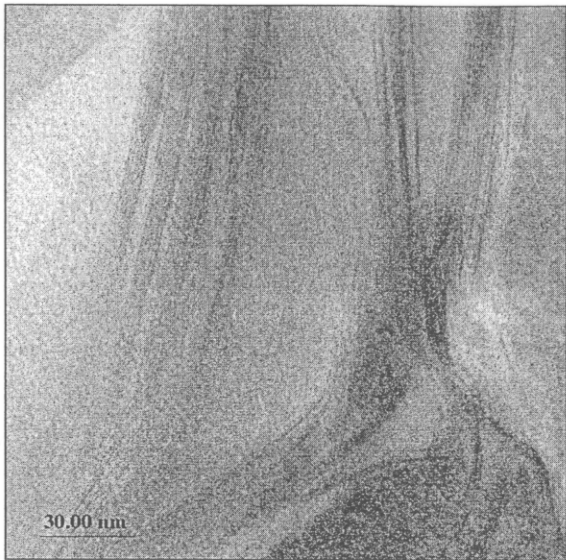
รูปที่ 4.51 ภาพถ่าย TEM ของ ESO40 ผสม OTAC ปริมาณ 1 wt% ทำลิ่งขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า (b) 50,000 เท่า และ (c-d) 100,000 เท่า



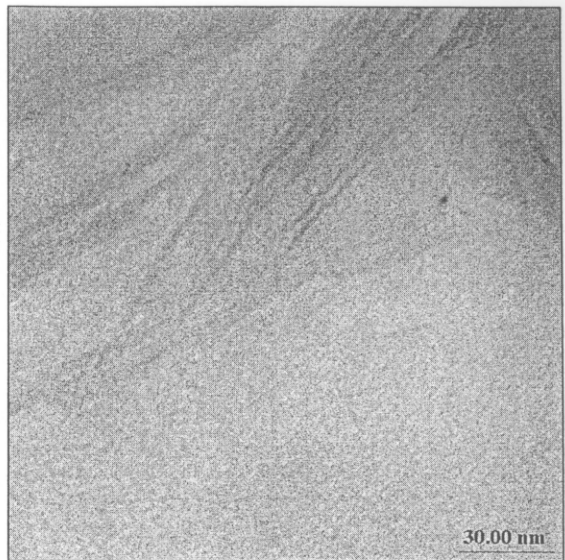
รูปที่ 4.52 a



รูปที่ 4.52 b



รูปที่ 4.52 c



รูปที่ 4.52 d

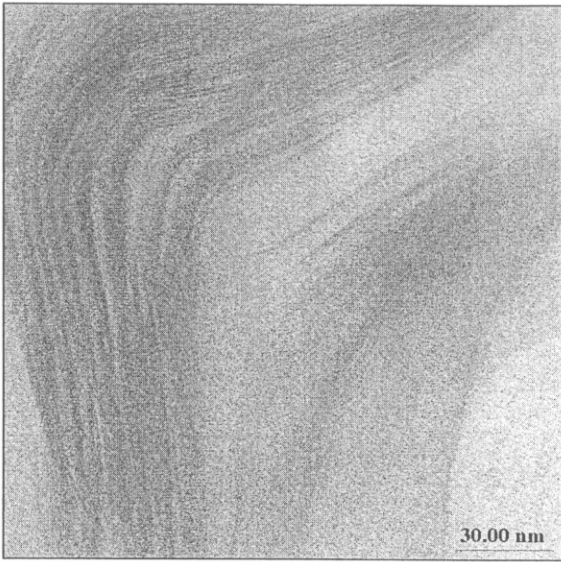
รูปที่ 4.52 ภาพถ่าย TEM ของ ESO40 ผสม OTAC ปริมาณ 3 wt% กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า (b) 50,000 เท่า และ (c-d) 100,000 เท่า



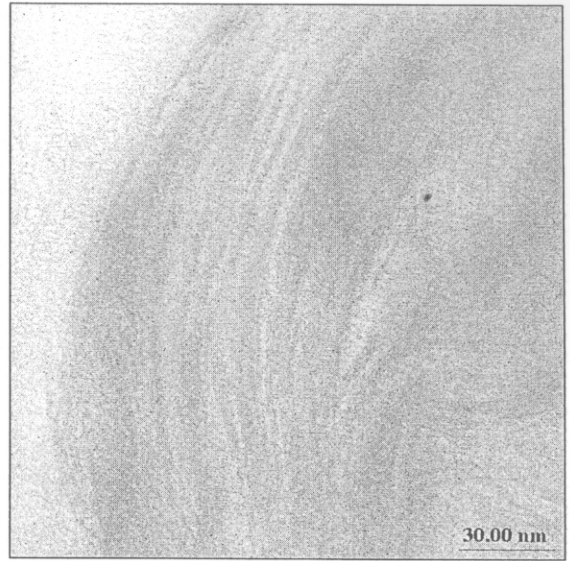
รูปที่ 4.53 a



รูปที่ 4.53 b

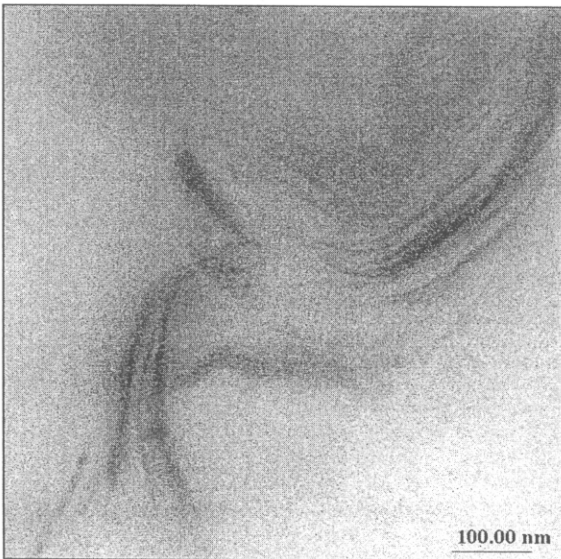


รูปที่ 4.53 c

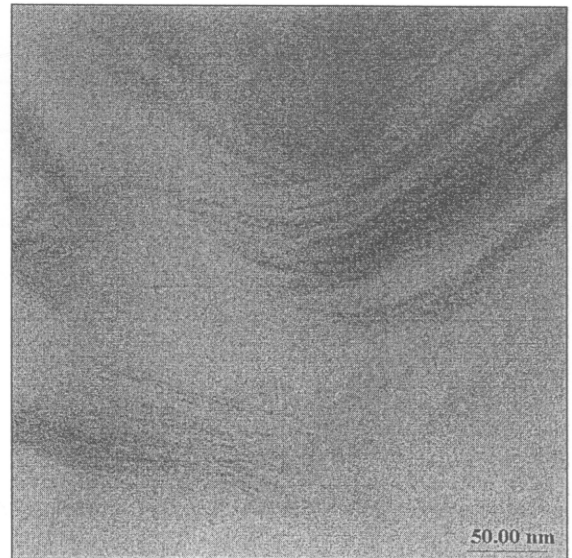


รูปที่ 4.53 d

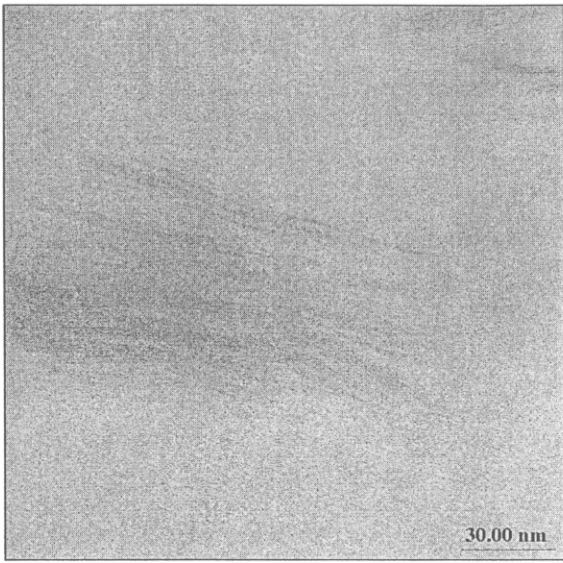
รูปที่ 4.53 ภาพถ่าย TEM ของ ESO40 ผสม OTAC ปริมาณ 5 wt% กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า (b) 50,000 เท่า และ (c-d) 100,000 เท่า



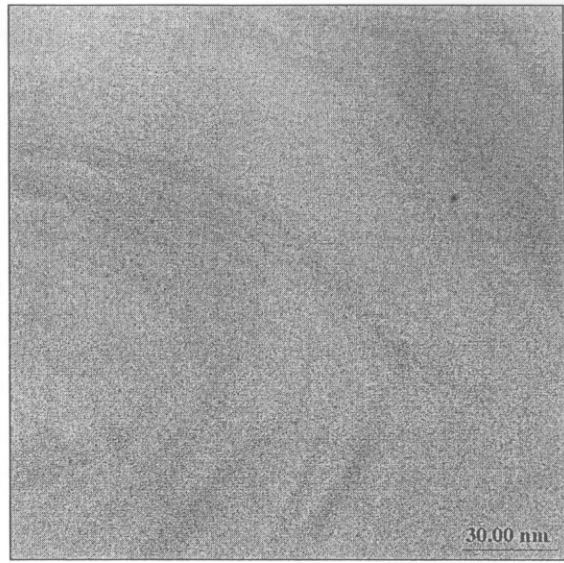
รูปที่ 4.54 a



รูปที่ 4.54 b



รูปที่ 4.54 c



รูปที่ 4.54 d

รูปที่ 4.54 ภาพถ่าย TEM ของ ESO40 ผสม OTAC ปริมาณ 5 wt% กำลังขยายต่างๆ: (a) 25,000 เท่า (b) 50,000 เท่า และ (c-d) 100,000 เท่า

ตารางที่ 4.30 ระยะห่างระหว่างชั้นของดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC ในแผ่นไบโอพลาสติกคอมโพสิต ESO40 ผสมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 1-8 wt% คำนวณระยะห่างจากภาพถ่าย TEM

Sample	d-spacing (Å)
OTAC	20.10
ESO40 + 1 wt% OTAC	68.55 - 86.73
ESO40 + 3 wt% OTAC	33.05 - 39.79
ESO40 + 5 wt% OTAC	42.00 - 81.76
ESO40 + 8 wt% OTAC	13.26 - 32.44

บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

สรุปผลการทดลอง

5.1 ผลการสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์

การวิเคราะห์ปริมาณหมู่อีพ็อกไซด์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ ของปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชันที่อุณหภูมิ 55°C เป็นเวลา 7 h ใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโดยโมลของน้ำมันถั่วเหลือง : กรดแอซิดิก : ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30% เท่ากับ 1 : 3 : 5 พบพิกัดสำคัญที่ตำแหน่ง δ 5.3-5.6 ppm เป็นของโปรตอนบนพันธะคู่ และ δ 3.0-3.2 ppm ซึ่งเป็นตำแหน่งของอีพ็อกไซด์โปรตอน เมื่อคำนวณหาปริมาณหมู่อีพ็อกไซด์ พบว่ามีค่า 40 % และสามารถยืนยันการเกิดวงแหวนอีพ็อกไซด์ด้วยเทคนิค $^{13}\text{C-NMR}$ ซึ่งแสดงตำแหน่งคาร์บอนของวงแหวนอีพ็อกไซด์ที่ δ 56.9-58.5 ppm สามารถควบคุมปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชันดังกล่าวได้ภายใต้สภาวะเดียวกัน เนื่องจากการสังเคราะห์ระบบปิดรวมทั้งอุณหภูมิในการสังเคราะห์คงที่

นอกจากนี้เมื่อศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อปริมาณหมู่อีพ็อกไซด์ของปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชันโดยใช้ Amberlite[®] IR-120 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่ อุณหภูมิ เวลา ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าการใช้อุณหภูมิ 60°C จะทำให้ปริมาณหมู่อีพ็อกไซด์สูงกว่าอุณหภูมิ 55°C และ 50°C การใช้เวลาในการสังเคราะห์นานขึ้นจะให้ปริมาณหมู่อีพ็อกไซด์สูงขึ้นด้วย และการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณมากขึ้นก็จะส่งผลให้ปริมาณหมู่อีพ็อกไซด์มีค่าสูงขึ้น

5.2 ผลการวิเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองก่อนและหลังปฏิกิริยาอีพ็อกซิเดชัน

การวิเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองก่อนนำมาใช้ในการสังเคราะห์เป็นน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี พบว่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของน้ำมันถั่วเหลืองมีค่าเท่ากับ 871.79 g/mol เปรียบเทียบสมบัติต่างๆ ของน้ำมันถั่วเหลืองกับ ESO40 พบว่า ค่าความตึงผิวเฉพาะที่อุณหภูมิ 25°C ของ ESO40 สูงขึ้นจาก 0.919 เป็น 0.972 ค่าความหนืดของ ESO40 เพิ่มขึ้นจาก 38-51 cP เป็น 211-261 cP ค่าไอโอดีนของ ESO40 ลดลงจาก 135.6 เป็น 29.2 gI₂/100g เมื่อเทียบกับน้ำมันถั่วเหลือง ส่วนค่าความเป็นกรดและค่าเปอร์เซ็นต์กรดมันอิสระของ ESO40 มีค่าใกล้เคียงกับน้ำมันถั่วเหลืองซึ่งมีค่าไม่เกิน 1 mgKOH/g และไม่เกิน 1% ตามลำดับ ค่าแรงตึงผิวของ ESO40 และ ESO100 มีค่าเท่ากับ 37 dyne/cm

ส่วนการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันอีพ็อกไซด์ด้วยเทคนิค FTIR พบพิกัดแสดงหมู่ฟังก์ชันอีพ็อกไซด์ที่เลขคลื่น 824 และ 843 cm^{-1} ส่วนน้ำมันถั่วเหลืองจะไม่พบพิกัดดังกล่าว ทำให้สามารถยืนยันการเกิดอีพ็อกซิเดชันได้

5.3 ผลการขึ้นรูปแผ่นไบโอพลาสติกจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์

การใช้ MTHPA 80 pph ในการเชื่อมขวางโมเลกุลของน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ โดยมี 1-เมทิลลิมิดาโซน 1 pph เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในเบ้าเทฟลอนขนาด 3 cm พบว่า ESO18 ไม่สามารถขึ้นรูปพลาสติกได้ที่อุณหภูมิ 150°C ถึงแม้ว่าจะใช้เวลา 2 h ในขณะที่ ESO29 และ ESO39 สามารถขึ้นรูปพลาสติกได้ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 20 min ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นของแข็งมีลักษณะนิ่ม หยุนตัวโค้งงอได้คล้ายยาง มีสีเหลืองใส

การใช้ MTHPA 80-100 pph ในการเชื่อมขวางโมเลกุลของ ESO32 โดยมี BDMA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในเบ้าเทฟลอนขนาด 3 cm ที่อุณหภูมิ 150°C พบว่า เมื่อใช้ปริมาณ BDMA 4 และ 8 pph อบเป็นเวลา 50 min และ 12 pph เป็นเวลา 45 min จะสามารถขึ้นรูปเป็นแผ่นไบโอพลาสติกได้เป็นของแข็งสีเหลืองใสคล้ายยาง ส่วนการใช้ DMP-30 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะไม่สามารถขึ้นรูปเป็นแผ่นพลาสติกได้

สรุปได้ว่าหากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์มีปริมาณอีพ็อกไซด์เหมาะสม จะสามารถขึ้นรูปเป็นแผ่นไบโอพลาสติกได้ที่อุณหภูมิ 150°C การใช้ 1-เมทิลลิมิดาโซนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยมี MTHPA เป็นสารเชื่อมขวางนั้นเหมาะสมที่สุด เนื่องจากสามารถใช้ในปริมาณเล็กน้อยเพียง 1 pph รวมทั้งใช้เวลาในการขึ้นรูปสั้นกว่าการใช้ BDMA

และจากการทดลองเลือกชนิดของเบ้าสำหรับขึ้นรูป พบว่าการใช้เบ้ากระจกเหมาะสมที่สุดในการขึ้นรูปพลาสติกจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ เนื่องจากสามารถนำชิ้นงานออกจากเบ้าได้ง่าย และชิ้นงานมีผิวหน้าด้านติดกระจกเรียบสวย

5.4 ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของแผ่นไบโอพลาสติกจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์

การศึกษาอิทธิพลของสภาวะการขึ้นรูปของพอลิเมอร์จาก ESO40 ด้วยสารเชื่อมขวาง MTHPA ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 1-เมทิลอิมิดาโซน 1 pph พบว่าการอบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 75 min ใช้ MTHPA ในปริมาณ 60 pph เป็นสภาวะการขึ้นรูปที่เหมาะสม เนื่องจากให้ค่า E และค่า σ_b สูงที่สุด เท่ากับ 4.08 และ 2.29 MPa ตามลำดับ ชิ้นงานจะแสดงพฤติกรรมการแตกหักแบบเปราะ

การศึกษาอิทธิพลของปริมาณหมู่อีพ็อกไซด์ 24-100 mol% ต่อสมบัติความทนต่อแรงดึง โดยที่ E, ค่า σ_b และค่าความต้านทานต่อแรงฉีกขาด จะเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อีพ็อกไซด์ที่เพิ่มขึ้น ส่วนค่า ϵ_b จะมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณหมู่อีพ็อกไซด์ที่เพิ่มขึ้น เป็นผลมาจากการเพิ่มขึ้นของการเกิดการเชื่อมขวางระหว่างโมเลกุล ESO100 จะมี E, σ_b และค่าความต้านทานต่อแรงฉีกขาดสูงที่สุด เท่ากับ 37.71, 5.75 และ 5.72 MPa ตามลำดับ แต่มีค่า ϵ_b ต่ำสุดคือ 15% ส่วน ESO40 จะให้ค่า E, σ_b และค่าความต้านทานต่อแรงฉีกขาด เท่ากับ 4.08, 2.29 และ 2.85 MPa ตามลำดับ และมีค่า ϵ_b สูงที่สุดเท่ากับ 91%

5.5 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะต่าง ๆ ของแผ่นไบโอพลาสติกจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์

อุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (T_g) ของพอลิเมอร์ที่ได้จากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ 24-100 mol% มีค่าตั้งแต่ 14.7-45.8°C ค่า E' จะเพิ่มขึ้นตามปริมาณอีพ็อกไซด์ที่เพิ่มขึ้น ความหนาแน่นของการเชื่อมขวางของ พอลิเมอร์จากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ 24-100 mol% จะอยู่ในช่วงตั้งแต่ 131-2,610 mol/m³ โดยปริมาณดังกล่าวจะเพิ่มขึ้นตามจำนวนของหมู่อีพ็อกไซด์ที่เพิ่มขึ้น

การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของพลาสติกที่มีอีพ็อกไซด์แตกต่างกันตั้งแต่ 24-100 mol% พบว่าเกิดการเสื่อมสภาพได้ช้าลงเมื่อมีปริมาณอีพ็อกไซด์เพิ่มขึ้น

การวิเคราะห์เพื่อตรวจสอบความสมบูรณ์ของปฏิกิริยาการเชื่อมขวางโมเลกุล ด้วยเครื่อง DSC ของแผ่นไบโอพลาสติกจาก ESO40 ด้วย MTHPA ในปริมาณ 60 pph ผ่านการขึ้นรูปพลาสติกที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 75 min พบว่าไม่ปรากฏพิกการเกิดปฏิกิริยาต่อหลังจากให้ความร้อนที่อุณหภูมิการเชื่อมขวาง และชิ้นงานดังกล่าวไม่สามารถตรวจพบพิกของหมู่ฟังก์ชันอีพ็อกซิเมื่อทดสอบด้วยเทคนิค FTIR ทำให้ยืนยันได้ว่าการขึ้นรูปนั้นสามารถเกิดการเชื่อมขวางได้สมบูรณ์ เนื่องจากปริมาณพอเหมาะกับการเกิดปฏิกิริยากับหมู่ฟังก์ชันอีพ็อกไซด์

แผ่นไบโอพลาสติกมีความแข็งและความเหนียวแบบดึงเพิ่มขึ้นเมื่อมีปริมาณอีพ็อกไซด์เพิ่มขึ้น แต่ถ้ามีปริมาณอีพ็อกไซด์มากเกินไป คือ ESO100 จะทำให้ความเหนียวแบบดึงมีค่าต่ำลง การบ่มตัวด้วยความร้อนทำให้แผ่นไบโอพลาสติกมีความแข็งแรงมากขึ้น เพราะเกิดการเชื่อมโยงโมเลกุลระหว่างการบ่ม ผลการทดสอบความต้านทานต่อไอโซนไม่สามารถรายงานได้ เพราะเครื่องมือชำรุด แผ่นไบโอพลาสติกมีความทนทานต่อน้ำดี แต่ความทนทานต่อสารเคมีขึ้นอยู่กับชนิดของตัวทำละลาย ในภาพรวมถือว่าความต้านทานไม่ดี

5.6 ผลการทดสอบการเคลือบผิว

การนำ ESO มาใช้เป็นสารเคลือบผิว จำเป็นต้องมีการปรับความหนืดให้เหมาะสมต่อการใช้งาน พบว่า การอบสารละลาย ESO (ESO ผสมกับ MTHPA และ 1-เมทิลอิมิดาโซน) จะช่วยให้มีความหนืดเพิ่มขึ้น และควรมีการหล่อเย็นสารละลาย ESO หลังการอบทันที การให้ความร้อนนี้ช่วยให้เกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุล จึงทำให้มีความหนืดเพิ่มขึ้น เทคนิคการเคลือบและทักษะของผู้เคลือบ มีผลต่อลักษณะที่ปรากฏของชิ้นงานเช่นกัน ผลการทดลองพบว่า

สามารถเคลือบบนผิวไม้ยางพาราได้ดี แต่เนื่องจากไม่มี MTHPA และไม่สามารถหาซื้อได้ภายในประเทศ จึงไม่สามารถทำการทดลองการเคลือบผิวต่อไปได้ ทั้งการปรับปรุงการเคลือบบนไม้ยางพาราและการเคลือบบนพีวีซี แต่อย่างไรก็ตาม การเคลือบบนผ้าอาจไม่เหมาะสม เพราะ ESO มีสีเหลือง ทำให้สีของพื้นวัสดุที่ถูกเคลือบเปลี่ยนไป ส่วนการทาบบนไม้ยางพารา ก็ให้สีเปลี่ยนไปเช่นกัน

5.7 ผลการตรวจสอบสมบัติของน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซีไคซ์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิต

การทดสอบการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพ 3 ชนิด ใน ESO40 พบว่าดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC และ Bengel[®] 434 ให้การกระจายตัวที่ดีใกล้เคียงกัน และดีกว่าชนิด DTAC เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า และพบว่า ESO40 ผสมดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC จะให้การกระจายตัวที่ดีกว่า Bengel[®] 434 เนื่องจากให้ค่าความหนืดสูงกว่าการใช้ดินเหนียวปรับสภาพชนิด Bengel[®] 434 จึงเลือกใช้ดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC ในการเตรียมเป็นพลาสติกคอมโพสิต

สมบัติความทนต่อแรงดึงของพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตจาก ESO40 ที่มีปริมาณดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC ตั้งแต่ 0-8 wt% พบว่าตัวอย่างที่ใช้ดินเหนียวปรับสภาพ 5 wt% จะให้สมบัติความทนต่อแรงดึงที่ดีที่สุดโดยมีค่า E เท่ากับ 9.73 MPa ค่า σ_b เท่ากับ 2.90 MPa และค่า ϵ_b เท่ากับ 80%

5.8 ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะต่าง ๆ ของพลาสติกเตรียมจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซีไคซ์ผสมดินเหนียวปรับสภาพนาโนคอมโพสิต

การเติมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 5 wt% และ 8 wt% สามารถปรับปรุงค่า T_g ของพอลิเมอร์ได้โดยมีค่าเท่ากับ 27.3°C และ 29.4°C ตามลำดับ ค่ามอดุลัสสะสม (E') ทั้งในระนาบคล้ายแก้วและคล้ายยางจะมีค่าสูงขึ้นตามปริมาณดินเหนียวปรับสภาพที่เพิ่มขึ้น

การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิต พบว่าเกิดการเสื่อมสลายทางความร้อนได้ช้าลงเมื่อใช้ดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 1 ถึง 5 wt% และพบว่าดินเหนียวปรับสภาพที่กระจายตัวใน ESO40 ไม่มีผลกระทบต่อ การเชื่อมขวางโมเลกุลของหมู่อีพ็อกซี เนื่องจากไม่มีหมู่ฟังก์ชันอีพ็อกซีเหลือภายอยู่หลังการเชื่อมขวางโมเลกุล เมื่อตรวจสอบด้วยเทคนิค FTIR

5.9 ผลการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของดินเหนียวปรับสภาพในน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซีไคซ์

เมื่อตรวจสอบระยะห่างระหว่างชั้นของดินเหนียวปรับสภาพของพลาสติกคอมโพสิตจาก ESO40 ผสมดินเหนียวปรับสภาพชนิด OTAC พบพิสัยการกระเจิงของรังสีเอกซ์ที่มุม 2θ เท่ากับ 1.98° ในตัวอย่างที่เติมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 3 wt% มีค่าระยะห่างระหว่างชั้นผลึกเท่ากับ 44.57 Å แสดงโครงสร้างแบบอินเตอร์คาเลชัน เนื่องจากระยะห่างระหว่างชั้นซิลิเกตมีค่าเพิ่มขึ้น ส่วนตัวอย่างที่เติมดินเหนียวปรับสภาพอื่นๆ ไม่พบพิสัยการกระเจิงของรังสีเอกซ์ จึงต้องตรวจสอบโครงสร้างของดินเหนียวปรับสภาพเพื่อยืนยันลักษณะสัณฐานวิทยาที่แท้จริงด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน พบว่าการเติมดินเหนียวปรับสภาพในปริมาณ 1-5 wt% แสดงโครงสร้างของนาโนคอมโพสิตแบบอินเตอร์คาเลชันเป็นส่วนใหญ่และเอกโฟลิเอชันเป็นบางส่วน ส่วนปริมาณดินเหนียว 8 wt% มีลักษณะโครงสร้างแบบอินเตอร์คาเลชัน ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า งานวิจัยนี้สามารถเตรียมพลาสติกนาโนคอมโพสิตจากน้ำมันถั่วเหลืองที่ตัดแปรเป็นน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซีไคซ์และผสมกับดินเหนียวปรับสภาพได้สำเร็จ สามารถนำไปพัฒนาต่อในงานด้านสารเคลือบผิวต่อไป

ข้อเสนอแนะ

ควรปรับปรุงความแข็งแรงของ ESO ด้วยการทำเป็นโคพอลิเมอร์กับพลาสติกที่มีความแข็งแรง

เอกสารอ้างอิง

- ไพบุลย์ วิวัฒน์วงศ์วนา. 2546. เคมีดิน. ห้างหุ้นส่วนจำกัดเชียงใหม่พิมพ์สวย.: เชียงใหม่.
- อรอุสา สรวารี. 2537. สารเคลือบผิว. คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.: กรุงเทพมหานคร.
- Adhvaryu, A., Erhan, S.Z. 2002. Epoxidized soybean oil as a potential source of high temperature lubricants. *Ind. Crops Prod.* 15: 247-254.
- Adhvaryu, A., Erhan, S.Z. 2005. Synthesis of novel alkoxyated triacylglycerols and their lubricant base oil properties. *Ind. Crops Prod.* 21: 113-119.
- Aursand M., Rainuzzo J.R. and Grasdalen H. 1993. Quantitative high-resolution ^{13}C and ^1H nuclear magnetic resonance of fatty acids from white muscle of atlantic salmon (*Salmo salar*). *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 70: 971-981.
- Campanella, A., Baltanás, M.A. 2004. Degradation of the oxirane ring of epoxidized vegetable oils with solvated acetic acid using cation-exchange resins. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 106: 524-530.
- Campanella, A., Baltanás, M.A. 2005. Degradation of the oxirane ring of epoxidized vegetable oils in liquid-liquid systems: II. Reactivity with solvated acetic and peracetic acids. *Lat. Am. Appl. Res.* 35: 211-216.
- Campanella, A., Fontanini, C., Baltanás, M.A. 2008. High yield epoxidation of fatty acid methyl esters with performic acid generated in situ. *Chem. Eng. J.* 144: 466-475.
- Doppers, L.M., Breen, C., Sammon, C. 2004. Diffusion of water and acetone into poly(vinyl alcohol)-clay nanocomposites using ATR-FTIR. *Vib. Spectrosc.* 35: 27-32.
- Eckwert, K., 1987. Process for the epoxidation of olefinically unsaturated hydrocarbon compounds with peracetic acid. US Patent. 4,647,678.
- Ellis, B., 1993. Chemistry and technology of epoxy resins. Chapman and Hall. London.
- Espinoza, P.J.D., Wiesenborn, D.P., Tostenson, K., Haagenon, D.M., Ulven, C.A., Tatlari, M. Gustafson, C.R. 2007. An ASABE Section Meeting Presentation. 12 October 2007.
- Güner, F.S., Yagci, Y., Erciyas, A. T. 2006. Polymers from triglyceride oils. *Prog. Polym. Sci.* 31: 633-670.
- Hilker, I., Bothe, D., Prüss, J., Warnecke, H.J. 2001. Chemo-enzymatic epoxidation of unsaturated plant oils. *Chem. Eng. Sci.* 56: 427-432.
- Holser, R.A. 2008. Transesterification of epoxidized soybean oil to prepare epoxy methyl esters. *Ind. Crops Prod.* 27: 130-132.
- Hwang, H.S., Erhan, S.E., 2006. Synthetic lubricant basestocks from epoxidized soybean oil and Guerbet alcohols. *Ind. Crops Prod.* 23: 311-317.
- Jin, F.L., Park, S.J. 2008. Impact-strength improvement of epoxy resins reinforced with a biodegradable polymer. *Mater. Sci. Eng., A.* 478: 402-405.
- Kurose, T., Yudin, V.E., Otaigbe, J.U., Svetlichnyi, V.M. 2007. Compatibilized polyimide (R-BAPS)/BAPS-modified clay nanocomposites with improved dispersion and properties. *Polymer* 48: 7130-7138.
- Lathi, P.S., Mattiasson, B. 2007. Green approach for the preparation of biodegradable lubricant base stock from epoxidized vegetable oil. *Appl. Catal., B.* 69: 207-212.
- Li, F., Larock, R.C. 2001. New soybean oil-styrene-divinylbenzene thermosetting copolymers. I. Synthesis and characterization. *J. Appl. Polym. Sci.* 80: 658-670.

- Lin, B., Yang, L., Dai, H., Yi, A. 2008. Kinetic studies on oxirane cleavage of epoxidized soybean oil by methanol and characterization of polyols. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 85: 113-117.
- Liu, Z.S, Erhan, S.Z., 2008. Green composites and nanocomposites from soybean oil. *Mater. Sci. Eng., A*. 483-484: 708-711.
- Liu, Z.S., Erhan, S.Z., Calvert, P.D., 2007. Solid freeform fabrication of epoxidized soybean oil/epoxy composite with bis or polyalkyleneamine curing agents. *Composites Part A*. 38: 87–93.
- Liu, Z.S., Erhan, S.Z., Xus, J., 2005. Preparation, characterization and mechanical properties of epoxidized soybean oil/clay nanocomposites. *Polymer* 46: 10119-10127.
- Lu, J., Knot, S.N., Wool, R.P., 2005. New sheet molding compound resins from soybean oil: I. Synthesis and characterization. *Polymer* 46: 71-80.
- Meffert, A., Kluth, H. 1989. Process for the preparation of modified triglycerides. U.S. Patent. 4,886,893.
- Miyagawa, H., Misra, M., Drzal, L.T., Mohanty, A.K. 2005. Novel biobased nanocomposites from functionalized vegetable oil and organically-modified layered silicate clay. *Polymer* 46: 445-453.
- Mohamed, H.A., Badran, B.M., Aglan, H.A. 2001. Waterborne methylamine adduct as corrosion inhibitor for surface coatings. *J. Appl. Polym. Sci.* 80: 286-296.
- Orellana-Coca, C., Camocho, S., Adlercreutz, D., Mahhiasson, B., Hatti-Kaul, R. 2005. Chemo-enzymatic epoxidation of linoleic acid: parameters influencing the reaction. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 107: 864-870.
- Park, S.J., Jin, F.L., Lee, J.R., 2004. Thermal and mechanical properties of tetrafunctional epoxy resin toughened with epoxidized soybean oil. *Mater. Sci. Eng., Part A*. 374: 109-114.
- Park, S.J., Jin, F.L., Lee, J.R., 2004. Synthesis and thermal properties of epoxidized vegetable oil. *Macromol. Rapid Commun.* 25: 724-727.
- Parreira, T.F., Parreira, M.M.C., Sales, H.J.S. 2002. Quantitative determination of epoxidized soybean oil using near-infrared spectroscopy and multivariate calibration, *Appl. Spectrosc.* 56(12): 1607-1614.
- Pelletier, H., Belgacem, N., Gandini, A. 2006. Acrylated vegetable oils as photocrosslinkable materials. *J. Appl. Polym. Sci.* 99: 3218-3221.
- Raghavachar, R., Sarnecki, G., Baghdachi, J. 2000. Cationic, thermal cured coatings using epoxidized soybean oil. *J. Coat. Technol.* 72(909): 125-133.
- Ray, S.S, Okamoto, M. 2003. Polymer/layered silicate nanocomposites: a review from preparation to processing. *Prog. Polym. Sci.* 28: 1539-1641.
- Rüschgen, K.M., Warwel, S. 1999. Complete and partial epoxidation of plant oils by lipase-catalyzed perhydrolysis. *Ind. Crops Prod.* 9: 125-132.
- Saunders, K.J. 1973. *Organic Polymer Chemistry*. 2nd ed. Chapman and Hall. London.
- Uyama, H., Kuwabara, M., Tsujimoto, T., Nakano, M., Usuki, A., Kobayashi, S. 2004. Organic-inorganic hybrids from renewable plant oils and clay. *Macromol. Biosci.* 4: 354-360.
- Xu, J., Liu, Z., Erhan, S.Z., Carriere, C.J. 2004. Cross-linkers control the viscoelastic properties of soybean oil-based biomaterials. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 81: 813-816.
- Zhu, J., Chandrashekhara, K., Flanigan, V., Kapila, S. 2004. Curing and mechanical characterization of a soy-based epoxy resin system. *J. Appl. Polym. Sci.* 91: 3513-3518.
- Zhu, L., Wool, R.P. 2006. Nanoclay reinforced bio-based elastomers: Synthesis and characterization. *Polymer* 47: 8106-8115.

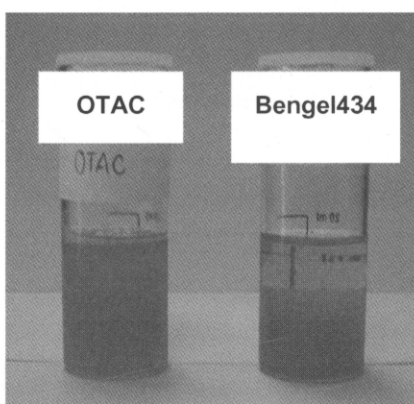
ภาคผนวก

1. การตรวจสอบการตกค้างของ MTHPA ในแผ่นไบโอพลาสติก ESO40

ผลการตรวจสอบด้วยเทคนิค DSC ในหัวข้อ 4.6.3 แสดงให้เห็นว่าไม่มีสารตกค้างในแผ่นไบโอพลาสติก

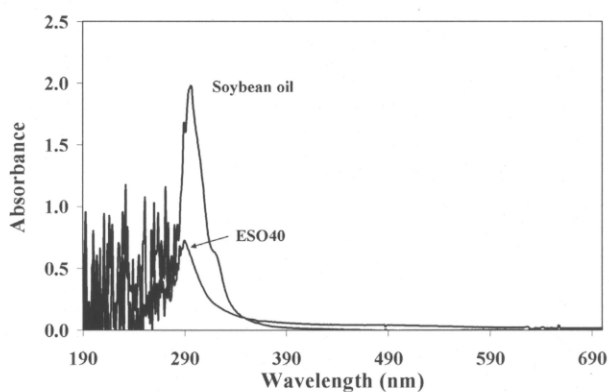
2. การตรวจสอบการดูดซับ MTHPA โดยดินเหนียวปรับสภาพ

นำดินเหนียวปรับสภาพ (OTAC และ Bengel[®] 434) ผสมใน MTHPA โดยมีความเข้มข้นของดินเหนียวปรับสภาพ 5 wt% ทำการเขย่าด้วยวิธีโซนิเคชันที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 4 h วางตั้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 h สังเกตการณ์กระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพใน MTHPA ตั้งสมมติฐานว่า ถ้ามีการดินเหนียวปรับสภาพมีการดูดซับ MTHPA ได้ดี ก็จะมีการกระจายตัวได้ดี ผลการทดลองพบว่าดินเหนียวปรับสภาพทั้งสองชนิดมีการกระจายตัวได้ใน MTHPA และ OTAC มีการกระจายตัวได้ดีมากกว่า Bengel[®] 434 ดังแสดงในภาพถ่าย แสดงว่าดินเหนียวปรับสภาพทั้งสองชนิดมีการดูดซับ MTHPA ได้ดี



3. การตรวจสอบพันธะคู่ของแผ่นไบโอพลาสติก ESO40

ผลการทดสอบด้วย FTIR ในรูปที่ 4.20 แสดงให้เห็นว่าแผ่นไบโอพลาสติก ESO40 ยังปรากฏพันธะคู่ก่อนทำการบ่มด้วยความร้อน และมีปริมาณลดลงเมื่อบ่มด้วยความร้อน แต่ไม่สามารถคำนวณปริมาณพันธะคู่ในแผ่นไบโอพลาสติกนี้ได้ ทดลองวิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV spectrophotometer เพื่อต้องการวิเคราะห์พันธะคู่ เทคนิคนี้สามารถวิเคราะห์ได้เฉพาะตัวอย่างที่เป็นของเหลวเท่านั้น ดังรูปสเปกตรัมของน้ำมันถั่วเหลืองและน้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์ 40 mol% ดังแสดงข้างล่างนี้ แต่เมื่อนำตัวอย่างแผ่นไบโอพลาสติกมาวิเคราะห์ ค่าดูดกลืนแสงมีค่าสูงมาก ไม่ปรากฏเป็นพีค มีลักษณะเป็นแถบกว้างมาก

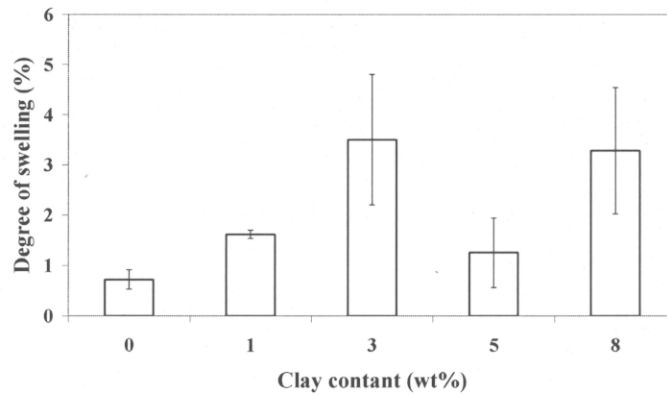


4. การเคลือบผ้าด้วย ESO

ไม่สามารถดำเนินการทดลองได้ เพราะไม่มี MTHPA และไม่สามารถหาซื้อได้ภายในประเทศ

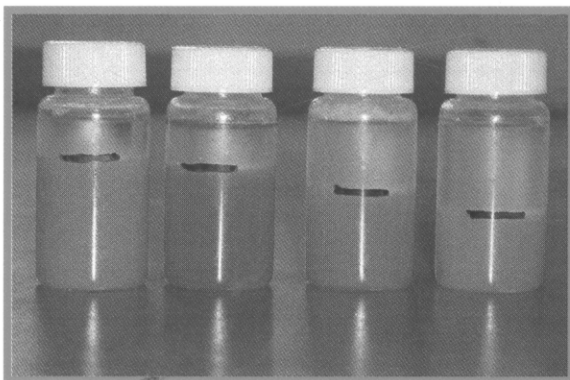
5. การดูดซับน้ำและแรงดึงผิว

ผลการทดลองการบวมตัวในน้ำของแผ่นไบโอพลาสติก ESO100 และ ESO40 แสดงในรูปที่ 4.17 ส่วนการบวมตัวในน้ำของแผ่นไบโอพลาสติกนาโนคอมโพสิต (ESO40-OTAC) แสดงในรูปต่อไปนี้จะพบว่าการเติมดินเหนียวปรับสภาพทำให้มีการชอบน้ำเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ซึ่งเป็นลักษณะปกติของดินเหนียว ที่เป็นสารชอบน้ำ ผลการทดลองมีค่าเบี่ยงเบนค่อนข้างสูง สังเกตได้ว่าที่ปริมาณ 5% OTAC แสดงค่าการบวมตัวในน้ำน้อยที่สุด สอดคล้องกับสมบัติเชิงกล ผลการวัดแรงดึงผิวแสดงในตารางที่ 4.6

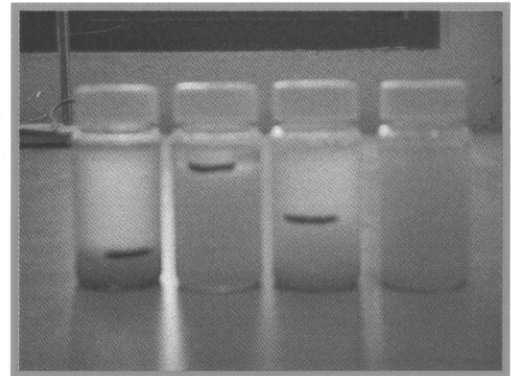


6. การกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพชนิดต่างๆ ใน ESO100

ภาพแสดงการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพชนิดต่างๆ ใน ESO100 การทดลองเช่นเดียวกันกับที่อธิบายในหัวข้อการตรวจสอบการดูดซับ MTHPA โดยดินเหนียวปรับสภาพ



(a)



(b)

ภาพ (a) จากซ้ายมือ : Bentone[®] SD2, Bentone[®] 34, Bentone[®] 38 และ Bentone[®] SD1

ภาพ (b) จากซ้ายมือ : DTAC, Bentone[®] 27, Bentone[®] SD3 และ Bengel[®] 434

ผลลัพธ์จากงานวิจัย

ผลลัพธ์	หน่วย นับ	ปีที่ 1				ปีที่ 2			
		Q1	Q2	Q3	Q4	Q1	Q2	Q3	Q4
RDE									
1. องค์ความรู้ (ระบุชื่อเรื่อง)	2 เรื่อง				✓				✓
• การเตรียมพอลิเมอร์จากน้ำมันถั่วเหลือง					✓				
• การเตรียมพอลิเมอร์-ดินเหนียวนาโนคอมโพสิตจากน้ำมันถั่วเหลือง									✓
2. บทความทางวิชาการ	9 เรื่อง								
• ผลงานตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ	1								✓
• ผลงานตีพิมพ์ในวารสารในประเทศ	1				✓				
• เอกสารประกอบการประชุม/สัมมนา ระดับนานาชาติ	2				✓				✓
• เอกสารประกอบการประชุม/สัมมนา ในประเทศ	2				✓				✓
• สื่อวิทยุ/โทรทัศน์/การแสดงผลงาน	3				✓				✓
3. รายงานฉบับสมบูรณ์	1 เรื่อง								✓
HRD									
4. การผลิตบุคลากร	6 คน								
• ปริญญาโท	1								✓
• ปริญญาตรี	5				✓				✓
5. พัฒนาความสามารถของบุคลากรร่วมวิจัย	7 คน								
• นักศึกษาร่วมโครงการ	6				1				2
• นักวิจัยร่วมโครงการ	1								1
TT									
6. งานวิจัยสู่สาธารณประโยชน์	1 รายการ								✓

บทความวิชาการ

- พิมพ์ชนก ไส้ไทย, สุนันท์ จรเจนเกียรติ, วัชนิดา ชินผา และ วราภรณ์ ตันรัตนกุล. 2550. การสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์. วารสารวิจัยและพัฒนา มจร. 30, 4(ตุลาคม-ธันวาคม): 583-589.
- Varaporn Tanrattanakul and Pimchanok Saithai, Effect of epoxide content and organoclay on tensile properties of epoxidized soybean oil-based bioplastics, *J. App. Polym. Sci.* 114, 3057-3067 (2009).
- "การสังเคราะห์น้ำมันถั่วเหลืองอีพ็อกซิไดซ์", การประชุมเชิงวิชาการด้านพลังงาน สิ่งแวดล้อมและวัสดุ ครั้งที่ 1 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, โรงแรมเดอะทวิน ทาวเวอร์ กรุงเทพฯ, 31 สิงหาคม 2550
- "Bioplastics from epoxidized soybean oil", the 10th Pacific Polymer Conference (PPC10), Kobe, Japan, December 4 – 7, 2007.
- "Bioplastic-organoclay nanocomposites from epoxidized soybean oil containing 40 mol% epoxidation via *in situ* intercalation polymerization", European Polymer Congress 2009 (EPF09), Graz, Austria, July 12-17, 2009.
- โปสเตอร์และเอกสารวิชาการแสดงผลงานวิชาการในงาน "ม.อ.วิชาการ" ระหว่างวันที่ 16-18 สิงหาคม 2551 และ วันที่ 16-18 สิงหาคม 2552

7. ให้สัมภาษณ์รายการ “รอบรู้ ม.อ. วันอาทิตย์” ในเดือนธันวาคม 2552 วิทยุสถานี FM88 - มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

การผลิตบุคลากร

1. นักศึกษาปริญญาโท : นางสาวพิมพ์ชนก ไส้ไทย
2. นักศึกษาปริญญาตรี : นางสาวสุนันท์ จรเจนเกียรติ นางสาวดวงฤทัย ศรีนุ่น นางสาวเพ็ญศรี พรหมรัตน์ นางสาวมนต์จิรา ดอกบัวแก้ว และนางสาวจิรัฐติ ชุมภักดี