

เนื้อหาการวิจัย

1. การทดลอง

1.1 ยางและสารเคมี

1. น้ำยางชั้นแอมโมเนียต่ำ (LA-Latex) บริษัท ปิดตานิอุตสาหกรรม จำกัด
2. Acetone (CH_3COCH_3) F.W. 58.08 g/mol ชนิด AR grade ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific ประเทศอังกฤษ
3. Acrylic acid ($\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_2$) F.W. 72.06 g/mol ชนิด AR grade ผลิตโดยบริษัท MERCK-Schuchardt ประเทศเยอรมันนี
4. Dichloromethane (CH_2Cl_2) F.W. 84.93 g/mol ชนิด AR grade ผลิตโดยบริษัท AnalaR[®] ประเทศอังกฤษ
5. Formic acid (CH_2O_2) F.W. 46.03 g/mol ชนิด AR grade ผลิตโดยบริษัท AnalaR[®] ประเทศอังกฤษ
6. Hydrogen peroxide (H_2O_2) F.W. 34.16 g/mol ชนิด AR grade ผลิตโดยบริษัท MERCK-Schuchardt ประเทศเยอรมันนี
7. Inhibitor remover replacement packing ผลิตโดยบริษัท Aldrich Chemical Company, Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา
8. Irgacure 184 ผลิตโดยบริษัท Ciba Giegi Chemicals
9. Methanol (CH_3OH) F.W. 32.04 g/mol ชนิด AR grade ผลิตโดยบริษัท Fisher Chemicals ประเทศ อังกฤษ ชนิด AR grade
10. Phenylhydrazine hydrochloride ($\text{C}_6\text{H}_5\text{N}_2\cdot\text{HCl}$) F.W. 144.06 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศเยอรมันนี
11. Sodium hydroxide (NaOH) F.W. 40 ชนิด Commercial grade ผลิตโดยบริษัท P.S. Science Chemical ประเทศไทย
12. Tetrahydrofuran ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$) F.W. 72.11 g/mol ผลิตโดยบริษัท Fisher Chemicals ประเทศ อังกฤษ
13. Toluene ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$) F.W. 92.14 g/mol ชนิด AR grade ผลิตโดยบริษัท MERCK-Schuchardt ประเทศเยอรมันนี
14. Teric N-30 ผลิตโดยบริษัท Huntmna Co., Ltd, Austria.
15. 1,6-Hexanediol diacrylate ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศเยอรมันนี

1.2 วัสดุและอุปกรณ์

1. เครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) รุ่น Fisher stirrer hotplate ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific ประเทศสหรัฐอเมริกา มีความเร็วรอบสูงสุด 1,300 รอบ/นาที และตั้งอุณหภูมิได้สูงสุด 250 °C
2. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง (Electronic balance) รุ่น LIBOR.AGE-220 ผลิตโดย บริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น น้ำหนักที่ชั่งได้สูงสุด 200.0000 กรัม
3. ตู้อบ (Oven) ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific ประเทศสหรัฐอเมริกา สามารถปรับอุณหภูมิได้ถึง 220°C
4. หลอดรังสีอัลตราไวโอเล็ต (UV lamp) Black light F10T8/BL ผลิตโดยบริษัท Hitachi, Ltd. ประเทศญี่ปุ่น กระแสไฟฟ้า 10 watt.
5. เครื่องวัดน้ำหนักโมเลกุล (Gel Permeable Chromatography) ผลิตโดยบริษัท Waters ส่วนประกอบของเครื่องที่ใช้มี Water 717 plus Autosampler , Water 1525 Binary HPLC Pump และ Water 2414 Refractive Index Detector
6. เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR) รุ่น MAGNA-IR 560 Spectrometer ผลิตโดยบริษัท Nicolet ประเทศสหรัฐอเมริกา
7. เครื่อง Fourier Transform NMR Spectrometer 500 MHz , Model UNITY INOVA , Varian ผลิตที่ประเทศเยอรมันนี

1.3 วิธีการทดลอง

1.3.1 การเตรียมยางธรรมชาติเหลวจากน้ำยางธรรมชาติ

นำน้ำยางข้น 60% DRC 150 มิลลิลิตร มาเจือจางด้วยน้ำกลั่น 150 มิลลิลิตร ได้น้ำยางธรรมชาติ 30% DRC ในบีกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร เติม Teric N-30 3 phr แล้วนำไปใส่ลงใน reaction kettle ที่ต่ออยู่กับคอนเดนเซอร์ ไบคอน กรวยหยดและท่อนำก๊าซออกซิเจน ซึ่งแช่อยู่ในอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิ 60 °C และกวนประมาณ 30 นาที เติม Phenylhydrazine hydrochloride 6×10^{-4} mol / g rubber ที่ละลายโดยผ่านกรวยหยดและให้ออกซิเจนผ่านลงในสารผสม ทำการกวนปฏิกิริยาเป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากสิ้นสุดปฏิกิริยา แบ่งยางธรรมชาติเหลว(LNR) มา 30 มิลลิลิตร จับตัวด้วยเมทานอลแล้วนำยางธรรมชาติเหลวที่ได้มาทำให้บริสุทธิ์โดยใช้โทลูอีน และนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 40 °C ในตู้อบสุญญากาศ นำยางธรรมชาติเหลวที่เตรียมได้ไปหาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของยางธรรมชาติเหลวโดยใช้เครื่อง Gel Permeable Chromatography (GPC) และพิสูจน์โครงสร้างของยางธรรมชาติเหลวที่เตรียมได้โดยใช้เครื่อง FT-IR

1.3.2 การหาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยใช้ Gel Permeable Chromatography

1.3.2.1 เตรียมสารละลายยางก่อนทำการทดลองอย่างน้อย 1 วัน โดยเตรียมสารละลายยางให้มีความเข้มข้น 1 กรัม/เดซิลิตร ซึ่งใช้ยางที่ตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ 500 มิลลิกรัม ละลายในตัวทำละลายโทลูอีน 40 มิลลิตร ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิตร ที่จุ่มอย่างน้อย 1 คืน แล้วปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิตร

1.3.2.2 นำสารละลายที่เตรียมได้นำไปกรองเอาสารปนเปื้อนออกเพื่อป้องกันการอุดตันของเครื่อง Gel Permeable Chromatography แบ่งสารที่กรองได้นำไปฉีดเข้าเครื่อง แล้ววิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์

1.3.3 การเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์เหลวจากยางธรรมชาติเหลว

นำยางธรรมชาติเหลว 270 มิลลิตร ทำให้เป็นกลางด้วย 20% NaOH โดยสารผสมทั้งหมดอยู่ใน Reaction kettle ขนาด 500 มิลลิตร ซึ่งต่ออยู่กับ คอนเดนเซอร์ ไบคอน และกรวยหยด ซึ่งเชื่อมต่อในอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิ 50 °C เติม 99% กรดฟอร์มิก 11.06 กรัม ที่ละลายผ่านกรวยหยดและกวนสารผสมนาน 15 นาที เติม 30% ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 40.50 กรัม ที่ละลายโดยผ่านกรวยหยดและกวนสารผสมนาน 24 ชั่วโมง หลังจากสิ้นสุดปฏิกิริยานำยางธรรมชาติ อีพอกไซด์เหลว (ELNR) มาจับตัวเมธานอล ทำให้บริสุทธิ์โดยใช้โทลูอีนและนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 40 °C ในตู้อบสูญญากาศ นำยางธรรมชาติเหลวอีพอกไซด์ที่เตรียมได้ ศึกษาและพิสูจน์โครงสร้างของยางธรรมชาติอีพอกไซด์เหลวด้วยเครื่อง FT-IR, ¹H-NMR และ คำนวณ % Epoxidation

1.3.4 การเตรียมยางธรรมชาติเหลวอะคริเลท

เตรียมยางธรรมชาติเหลวอะคริเลทโดยเตรียมจากปฏิกิริยาระหว่างยางธรรมชาติ อีพอกไซด์เหลวกับกรดอะคริลิกโดยนำยางอีพอกไซด์เหลว 5 กรัม ละลายในโทลูอีนที่อุณหภูมิ 60 °C กวนสารผสมยางธรรมชาติอีพอกไซด์เหลวละลาย เติมกรดอะคริลิก 10 กรัม กวนสารผสมเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ทุก ๆ 3 ชั่วโมง นำสารผสมออกมาจับตัวด้วยอะซิโตน ทำยางให้บริสุทธิ์โดยใช้โทลูอีน และนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 40 °C ในตู้อบสูญญากาศและนำยางธรรมชาติอีพอกไซด์เหลวอะคริเลทที่ได้มาพิสูจน์โครงสร้างด้วยเครื่อง FT-IR, ¹H-NMR, คำนวณหา % Acrylation ของปฏิกิริยา, ความสัมพันธ์ระหว่าง % Acrylation กับเวลาในการเกิดปฏิกิริยา และสร้างกราฟความสัมพันธ์ IR absorption bands ต่าง ๆ ของ ELNR กับเวลาในการเกิดปฏิกิริยาอะคริเลชัน

1.3.5 การเตรียมสารเคลือบผิว

นำยางธรรมชาติอีพอกไซด์เหลวอะคริเลท 100 กรัม เติม 1,6-Hexanediol diacrylate (HDDA) 40 , 50 หรือ 60 กรัม และเติม Irgacure 184 ปริมาณ 5 กรัม ผสมให้เข้ากันดี (ตารางที่ 1.1) นำสารที่เตรียมได้ไปเคลือบลงบนแผ่นกระจกที่สะอาด จากนั้นนำไปฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตที่เวลาต่าง ๆ ทุก ๆ 1 นาที นำ

ขางที่ผ่านการฉายแสงอัลตราไวโอเลตไปทดสอบการเกิดโครงสร้างตาข่ายโดยทดสอบการละลายในโทลูอีน บันทึกเวลาที่เริ่มเกิดโครงสร้างตาข่ายสมบูรณ์

ตารางที่ 1.1 : ปริมาณของสารต่างๆ ในการทำปฏิกิริยา Photocrosslinking

Sample Codes	ELNR (g)	HDDA (g)	Irgacure 184 (g)
ALNR 403	100	40	5
ALNR 503	100	50	5
ALNR 603	100	60	5
ALNR 406	100	40	5
ALNR 506	100	50	5
ALNR 606	100	60	5
ALNR 409	100	40	5
ALNR 509	100	50	5
ALNR 609	100	60	5
ALNR 412	100	40	5
ALNR 512	100	50	5
ALNR 612	100	60	5

1.3.6 การทดสอบความทนทานของสารเคลือบผิว

นำสารเคลือบผิวที่เคลือบอยู่บนแผ่นกระจกทดสอบสูตรต่างๆ ที่ผ่านการฉายแสงอัลตราไวโอเลตตามเวลาที่เหมาะสม นำไปแช่ลงในสารละลายในสภาวะต่างๆ ประกอบด้วย สารละลาย กรดซัลฟิวริก ความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยปริมาตร สารละลายแอมโมเนียความเข้มข้น ร้อยละ 2 โดยปริมาตรและน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้อง

ทดสอบความทนทานของสารเคลือบผิวต่อสารละลายต่างๆ ตามมาตรฐาน ASTM D1647-89 นำสารเคลือบผิวที่เคลือบบนแผ่นกระจก แช่ลงในสารละลายในสภาวะกรด เบสและกลาง ประกอบด้วย สารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยปริมาตร สารละลายแอมโมเนียความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยปริมาตรและน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้องภายในระยะเวลาที่กำหนด เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนดทำการตรวจสอบพื้นผิวแผ่นกระจกทดสอบเพื่อตรวจสอบร่องหรือข้อบกพร่องอื่น ๆ ถ้าสารเคลือบผิวมีความทนทานต่อสารละลายได้ดี สารเคลือบผิวนั้นต้องมีสภาพเหมือนเดิม ไม่มีข้อบกพร่องใดๆ เกิดขึ้น การรายงานผลแบ่งออกได้เป็น 4 ระดับ คือ

1. ภายในระยะเวลา 20 นาที หลังการจุ่ม สารเคลือบผิวเกิดเป็นฝ้าสีขาวหรือเกิดการพองหรือเกิดข้อบกพร่องอื่น ๆ
2. เมื่อระยะเวลาผ่านไป 20 นาที ยังไม่เกิดข้อบกพร่อง แต่ภายในระยะเวลา 2 ชั่วโมง เกิดข้อบกพร่องของสารเคลือบผิวตามข้อ 1.
3. เมื่อระยะเวลาผ่านไป 2 ชั่วโมง ยังไม่เกิดข้อบกพร่อง แต่ภายในระยะเวลา 24 ชั่วโมง เกิดข้อบกพร่องของสารเคลือบผิวตามข้อ 1.
4. เมื่อเวลาผ่านไปครบ 24 ชั่วโมง สารเคลือบผิวไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง