

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 วัตถุสืบและสารเคมี

- 3.1.1 ขวดเพทชนิดใสที่ใช้แล้ว (ขวดน้ำดื่ม และน้ำอัดลม)
- 3.1.2 โซเดียมไฮดรอกไซด์ เกรดห้องปฏิบัติการ
- 3.1.3 เอทิลีนไกลคอล เกรดทางการค้า จากบริษัททุนเท็กซ์ (ประเทศไทย) จำกัด (มหาชน)
- 3.1.4 พอลิเอทิลีนไกลคอล น้ำหนักโมเลกุล 4,600 เกรดทางการค้า จากบริษัทยูเนี่ยนคาร์ไบด์ ไทยแลนด์ จำกัด
- 3.1.5 น้ำมันละหุ่ง เกรดทางการค้า จากบริษัทสยามเคมีคอลอินดัสตรี จำกัด
- 3.1.6 อะซิโตน เกรดห้องปฏิบัติการ
- 3.1.7 พอลิยูรีเทนที่ตัดแปรด้วยน้ำมันลินสีด เกรดทางการค้า จากบริษัทสยามเคมีคอลอินดัสตรี จำกัด
- 3.1.8 ไดบิวทิลทินไดลอเรต (dibutyltin dilaurate) เกรดทางการค้า จากบริษัทสยามเคมีคอลอินดัสตรี จำกัด
- 3.1.9 โทลูอินไดไอโซไซยานาต เกรดทางการค้า จากบริษัทสยามเคมีคอลอินดัสตรี จำกัด
- 3.1.10 เมทิลเมทาคริเลต เกรดทางการค้า จากบริษัทเลนโซ่ เอเชีย จำกัด
- 3.1.11 กรดอะคริลิก เกรดทางการค้า จากบริษัทเลนโซ่ เอเชีย จำกัด
- 3.1.12 บิวทิลอะคริเลต เกรดทางการค้า จากบริษัทเลนโซ่ เอเชีย จำกัด
- 3.1.13 โฟแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต เกรดห้องปฏิบัติการ
- 3.1.14 เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ เกรดห้องปฏิบัติการ

3.2 เครื่องทดสอบ

3.2.1 ฟิวรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FT- IR, Nicolet- รุ่น Impact 400D) ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.2 แก๊สโครมาโทกราฟี (GC, Shimadzu รุ่น GC-7AG) ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.3 เครื่องวัดแรงตึงผิว (surface tension, KRUSS รุ่น K8) ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.4 เทอร์โมกราวิเมตริกอะนาไลเซอร์ (TGA, Perkin-Elmer รุ่น TGA7) ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.5 ดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์ (DSC, Mettler Toledo รุ่น DSC822e) บริษัทเทอร์มัลอะนาไลซิส จำกัด

3.3 ขอบเขตการทดลอง

แนวทางการทดลองแบ่งเป็น 3 ส่วน คือ

3.3.1 เตรียมเอทิลีนไกลคอลจากขวดเพทที่ใช้แล้วด้วยกระบวนการอัลคาไลน์ดีคอมโพสิชัน

3.3.1 เตรียมสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนจากเอทิลีนไกลคอล

3.3.3 สังเคราะห์สารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำจากสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทน

3.4 การเตรียมเอทิลีนไกลคอลจากขวดเพทที่ใช้แล้ว

ขั้นตอนการเตรียมเอทิลีนไกลคอลจากขวดเพทที่ใช้แล้วมีดังนี้

3.4.1 นำขวดเพทที่ไม่มีฝาและฉลากมาล้างทำความสะอาด แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.4.2 นำขวดเพทที่อบแห้งแล้วไปตัดให้เป็นชิ้นขนาดเล็กแล้วบดด้วยเครื่องบดหยาบและทำการคัดขนาดด้วยตะแกรงให้มีขนาดประมาณ 2.5×2.5 มิลลิเมตร

3.4.3 นำเศษขวดเพทมาผ่านการย่อยสลายด้วยกระบวนการอัลคาไลไนต์คอมโพสิชัน¹² โดยมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

(1) ชั่งเศษขวดเพท 38.4 กรัม โซเดียมไฮดรอกไซด์ 16.8 กรัม และเอทิลีนไกลคอล 200 มิลลิลิตร ใส่ในขวดแก้วกันกลม 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร พร้อมแท่งกวนแบบกลเครื่องควมแน่น และท่อ นำแก๊สไนโตรเจน นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจนพร้อมทั้งกวนของผสมด้วยอัตราเร็วสม่ำเสมอตลอดเวลา หลังจากนั้นจึงตั้งทิ้งไว้ให้ผลิตภัณฑ์เย็นลงมาที่อุณหภูมิห้อง

(2) กรองแยกตะกอนที่ได้ออกด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ

(3) นำสารละลายที่ได้มากลับแยกเอทิลีนไกลคอลที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส

3.4.4 นำน้ำหนักของเศษขวดเพทที่เหลือจากปฏิริยามาคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การย่อยสลาย ตามสมการ 3.1

$$\text{เปอร์เซ็นต์การย่อยสลายเพท} = [(PET_i - PET_f) / PET_i] \times 100 \quad \text{..... (3.1)}$$

เมื่อ PET_i = น้ำหนักเศษขวดเพทก่อนทำปฏิริยา (กรัม)

PET_f = น้ำหนักเศษขวดเพทที่เหลือจากปฏิริยา (กรัม)

3.4.5 นำเอทิลีนไกลคอลที่ได้ไปตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง FT-IR สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เพื่อเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของเอทิลีนไกลคอลมาตรฐาน

3.4.6 นำเอทิลีนไกลคอลที่ได้ไปหาเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ด้วยเครื่อง GC ที่ใช้คอลัมน์แบบ PQ ยาว 2 เมตร โดยให้อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 50 มิลลิลิตร/นาที ทำการฉีดสารตัวอย่างที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส จากนั้นนำค่าพื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากเครื่อง GC ไปแทนค่าในสมการที่ 3.2 ซึ่งเตรียมได้จากเอทิลีนไกลคอลมาตรฐานที่มีความบริสุทธิ์สูง และรู้ค่าความบริสุทธิ์แล้ว (ที่มาของสมการแสดงในภาคผนวก ข.)

$$\text{ความเข้มข้น (โดยปริมาตร)} = \frac{\text{พื้นที่ใต้กราฟที่ได้}}{352152} \quad \text{..... (3.2)}$$

นำความเข้มข้นที่ได้มาคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์จากสมการที่ 3.3

$$\text{เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์} = \frac{2 \times [\text{ความเข้มข้นที่คำนวณได้}] \times 100}{[\text{ความเข้มข้นที่เตรียมได้}]} \quad \text{..... (3.3)}$$

3.5 การเตรียมสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทน

นำเอทิลีนไกลคอลที่เตรียมได้มาใช้เตรียมสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทน¹⁶ โดยแบ่งขั้นตอนการเตรียมออกเป็น 2 ส่วนดังนี้

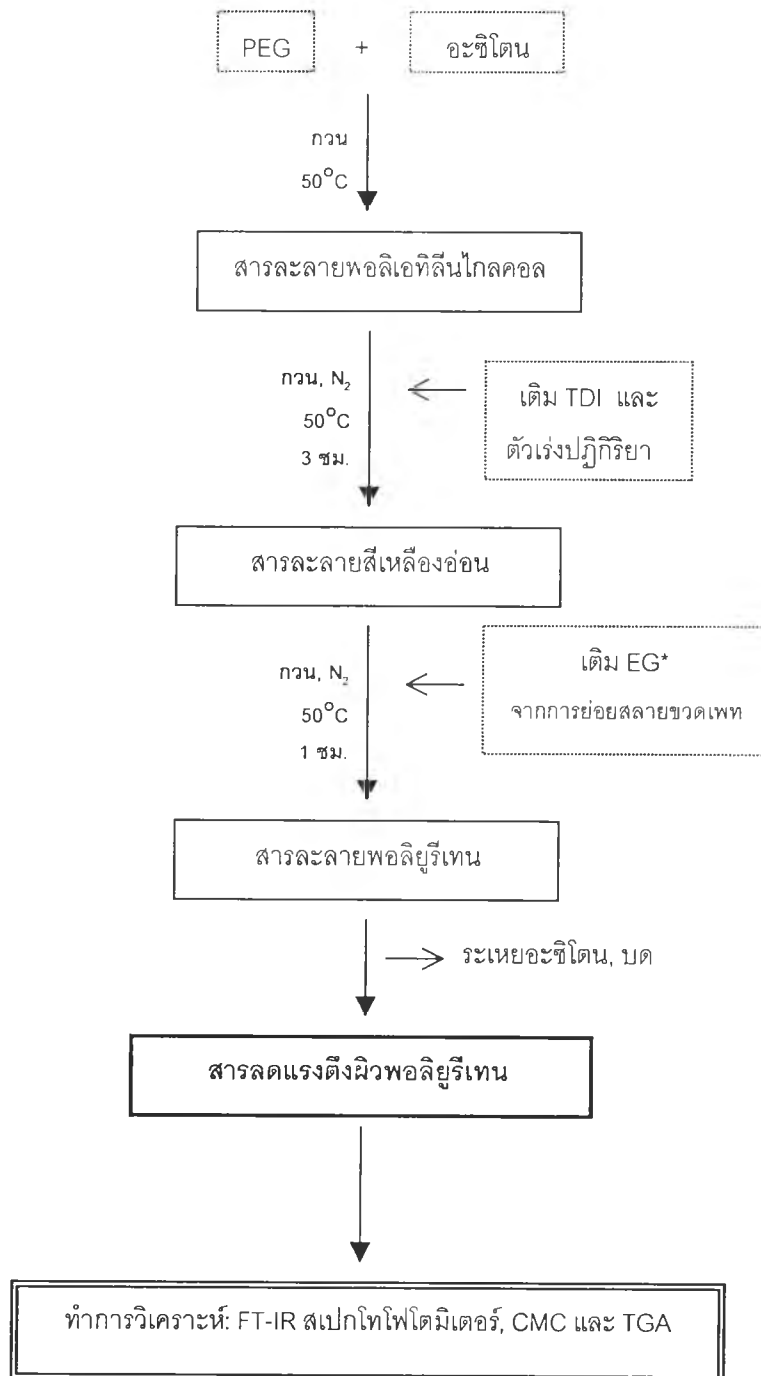
- การเตรียมสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ
- การเตรียมสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

3.5.1 การเตรียมสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

อัตราส่วนผสมตามสูตรที่ 1 และ 2 ในตารางที่ 3.1 และขั้นตอนการเตรียมแสดงไว้ในรูปที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนผสมโดยโมลและโดยน้ำหนัก (กรัม) ของสารที่ใช้เตรียมสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทน

สูตร	PEG (MW = 4600)		TDI (MW = 174)		น้ำมันละหุ่ง (MW = 298)		EG ที่ได้จากการย่อยสลายขวดเพท (MW = 62)			
							ก่อนกลั่น		หลังกลั่น	
	โมล	กรัม	โมล	กรัม	โมล	กรัม	โมล	กรัม	โมล	กรัม
S1	2	92	3	5.22	-	-	2	1.24	-	-
S2	2	92	3	5.22	-	-	-	-	2	1.24
S3	1	46	3	5.22	1	2.98	2	1.24	-	-
S4	1	46	3	5.22	1	2.98	-	-	2	1.24



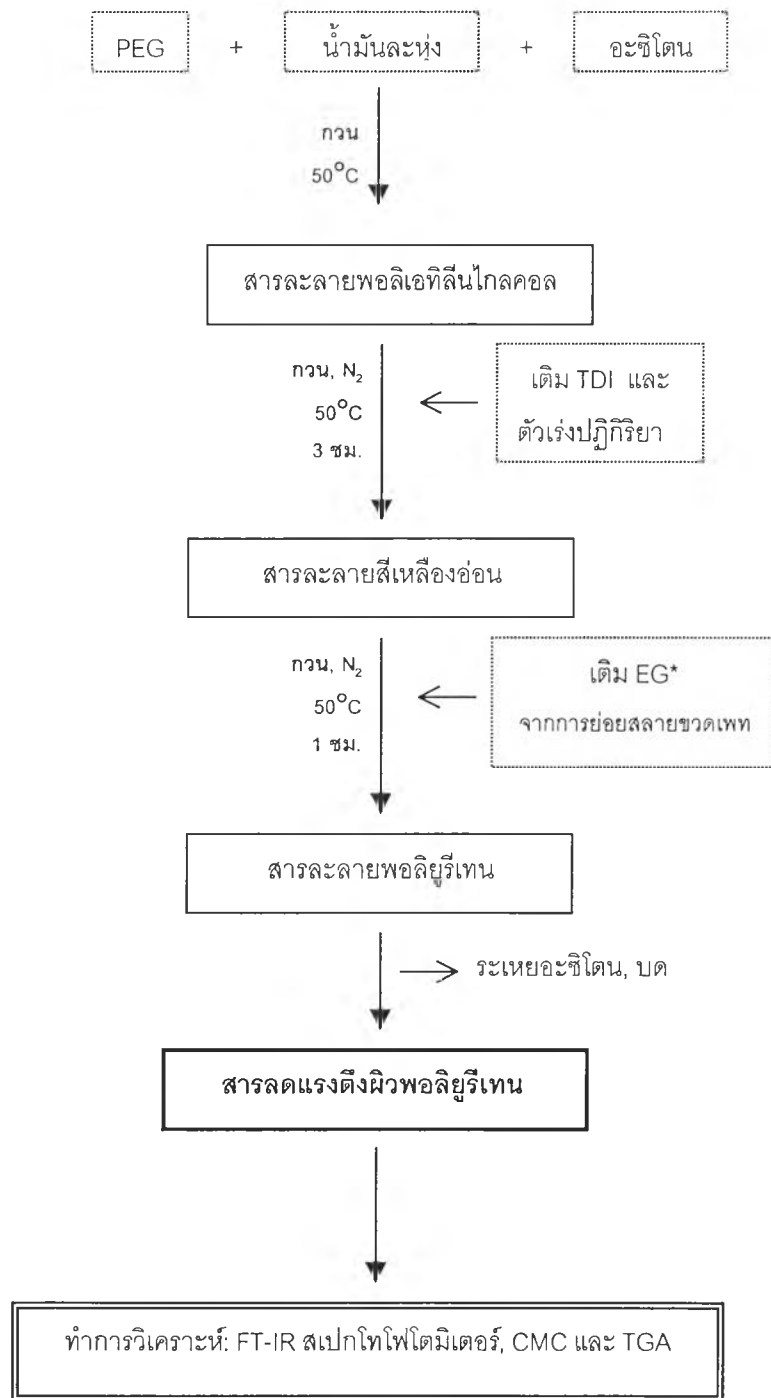
* EG ที่ได้จากการย่อยสลายขวดเพท แบ่งออกเป็น 2 สูตร คือ

สูตร 1 ใช้ EG ก่อนทำการกลั่น

สูตร 2 ใช้ EG ภายหลังจากทำการกลั่นแล้ว

รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์สารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

- (1) ชั่งพอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) 92 กรัม ใส่ในขวดแก้วก้นกลม 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร พร้อมแท่งกวนแบบกล เครื่องควบแน่น และท่อ นำแก๊สไนโตรเจน
- (2) เติมตัวทำละลายอะซิโตนลงไปประมาณ 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร และนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งกวนของผสมด้วยอัตราเร็วสม่ำเสมอตลอดการทดลอง จนกระทั่งพอลิเอทิลีนไกลคอลละลายหมด
- (3) จากนั้นให้เติมโพลีอินไดไฮโดรไซยาเนต (TDI) 5.22 กรัม และตัวเร่งปฏิกิริยา (ไดบิวทิลทินไดออกไซด์) 0.001 กรัม ลงไปแล้วปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน
- (4) เติมเอทิลีนไกลคอล (EG) 1.24 กรัม (สูตรที่ 1) แล้วให้ปฏิกิริยาดำเนินไปที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วจึงนำสารละลายที่ได้ไประเหยอะซิโตนออกจนหมดด้วยตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และทำการบดด้วยโกร่ง เพื่อนำไปใช้เป็นสารลดแรงตึงผิวต่อไป
- (5) ทำการทดลองตามขั้นตอนที่ 1 – 4 แต่เปลี่ยนเอทิลีนไกลคอลจากก่อนทำการกลั่นเป็นหลังทำการกลั่น (สูตรที่ 2)
- (6) นำสารลดแรงตึงผิวที่ได้จากสูตรที่ 1 และ 2 ไปตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของพอลิยูรีเทนด้วยเครื่อง FT-IR สเปกโทรโฟโตมิเตอร์
- (7) นำสารลดแรงตึงผิวที่ได้ไปทดสอบหาค่า critical micelle concentration (CMC) ด้วยเครื่องวัดแรงตึงผิว
- (8) นำสารลดแรงตึงผิวที่ได้ไปศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง TGA โดยให้ความร้อนถึงอุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน มีอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 60 มิลลิลิตร/นาที และให้ความร้อนด้วยอัตราการคงที่ 10 องศาเซลเซียส/นาที



* EG ที่ได้จากการย่อยสลายขวดเพท แบ่งออกเป็น 2 สูตร คือ

สูตร 3 ใช้ EG ก่อนทำการกลั่น

สูตร 4 ใช้ EG ภายหลังจากทำการกลั่นแล้ว

รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์สารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

3.5.2 การเตรียมสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

อัตราส่วนผสมเป็นไปตามสูตรที่ 3 และ 4 ในตารางที่ 3.1 และขั้นตอนการเตรียมแสดงไว้ในรูปที่ 3.2

(1) ชั่งพอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) 46 กรัมและน้ำมันละหุ่ง 2.98 กรัม ใส่ในขวดแก้วก้นกลม 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร พร้อมแท่งกวนแบบกล เครื่องควบแน่น และท่อ นำแก๊สไนโตรเจน

(2) เติมตัวทำละลายอะซิโตนลงไปประมาณ 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร และนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งกวนของผสมด้วยอัตราเร็วสม่ำเสมอตลอดการทดลอง จนกระทั่งพอลิเอทิลีนไกลคอลละลายหมด

(3) จากนั้นให้เติมโพลีไอโซไซยานาต (TDI) 5.22 กรัม และตัวเร่งปฏิกิริยา (ไดบิวทิลทินไดโลเรต) 0.001 กรัม ลงไปแล้วปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน

(4) เติมเอทิลีนไกลคอล (EG) 1.24 กรัม (สูตรที่ 3) แล้วให้ปฏิกิริยาดำเนินไปภายใต้ความร้อนที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วจึงนำสารละลายที่ได้ไประเหยอะซิโตนออกจนหมดด้วยตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และทำการบดด้วยโกร่ง เพื่อนำไปใช้เป็นสารลดแรงตึงผิวต่อไป

(5) ทำการทดลองตามขั้นตอนที่ 1 – 4 แต่เปลี่ยนเอทิลีนไกลคอลจากก่อนทำการกลั่นเป็นหลังทำการกลั่น (สูตรที่ 4)

(6) นำสารลดแรงตึงผิวที่ได้จากสูตรที่ 3 และ 4 ไปตรวจสอบห่มู่ฟังก์ชันที่สำคัญของพอลิยูรีเทนด้วยเครื่อง FT-IR สเปกโทรโฟโตมิเตอร์

(7) นำสารลดแรงตึงผิวที่ได้ไปทดสอบหาค่า critical micelle concentration (CMC) ด้วยเครื่องวัดแรงตึงผิว

(8) นำสารลดแรงตึงผิวที่ได้ไปศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง TGA โดยให้ความร้อนถึงอุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน มีอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 60 มิลลิลิตร/นาที และให้ความร้อนด้วยอัตราการคงที่ 10 องศาเซลเซียส/นาที

3.6 การสังเคราะห์สารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำจากสารลดแรงตึงผิวที่สังเคราะห์ได้

การเตรียมสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำ แบ่งออกเป็น 3 ส่วน ดังนี้

- เตรียมสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำจากสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ²⁵
- เตรียมสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำจากสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ
- การทดสอบสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำ

3.6.1 เตรียมสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำจากสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

จากรูปที่ 3.3 สามารถแบ่งการเตรียมออกเป็น 4 ขั้นตอน คือ

- การเตรียมเฟสน้ำ
- การเตรียมเฟสน้ำมัน
- การสังเคราะห์สารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำ
- การวิเคราะห์ผล

1. การเตรียมเฟสน้ำ

แบ่งน้ำกลั่นออกเป็น 2 ส่วน โดยน้ำกลั่นส่วนที่หนึ่งละลายสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนที่ไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบความเข้มข้น 0.03 โมล/ลิตร และนำน้ำกลั่นส่วนที่สองไปละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ($K_2S_2O_8$) 2.7 กรัม

2. การเตรียมเฟสน้ำมัน

อัตราส่วนผสมเป็นไปตามตารางที่ 3.2 ดังนี้

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนผสมระหว่างพอลิยูรีเทนที่ดัดแปลงด้วยน้ำมันลินสีด (OMPU) และอะคริลิกมอนอเมอร์

สูตรพอลิยูรีเทนสูตรน้ำ	ส่วนผสม (โดยน้ำหนัก)*					น้ำ
	OMPU	อะคริลิกมอนอเมอร์			BPO	
		MMA	BA	AA		
C1	30	49	50	1	0.5	300
C2	60	49	50	1	0.5	360
C3	100	49	50	1	0.5	450

(2.1) ซึ่งอัตราส่วนผสมของอะคริลิกมอนอเมอร์ คือ เมทิลเมทาคริเลต (MMA) กรดอะคริลิก (AA) และบิวทิลอะคริเลต (BA) มอนอเมอร์ ตามสูตรที่ 1 ในตารางที่ 3.2

(2.2) ล้างด้วยบัพยั้งปฏิกิริยาของอะคริลิกมอนอเมอร์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 10 เปอร์เซ็นต์

(2.3) เติมพอลิยูรีเทนที่ตัดแปรด้วยน้ำมันลินสีด (OMPU) และเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (BPO) ตามสูตรที่ 1 ในตารางที่ 3.2 และนำไปกวนให้เข้ากันด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จนกระทั่งเกิดการละลายอย่างสมบูรณ์ในเฟสน้ำมัน

3. การสังเคราะห์สารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำ

(3.1) นำเฟสน้ำมันมาเติมสารละลายของสารลดแรงตึงผิวอย่างช้า ๆ ทำการกวนด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็ก เป็นเวลา 5 นาที ก่อนนำไปทำให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่อง brasonic (ultrasonic cleaner) ที่มีความถี่ 47 กิโลเฮิร์ตซ์ เป็นเวลา 45 นาที

(3.2) เทของผสมที่ได้ลงในขวดก้นกลม 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร ซึ่งต่ออยู่กับแท่งกวนแบบกล เครื่องควบแน่น และท่อนำเข้าไนโตรเจน แล้วค่อย ๆ เติมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตลงไป และนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนพร้อมทั้งมีการกวนของผสมตลอดเวลา จากนั้นทำให้ผลิตภัณฑ์เย็นลงมาที่อุณหภูมิห้อง

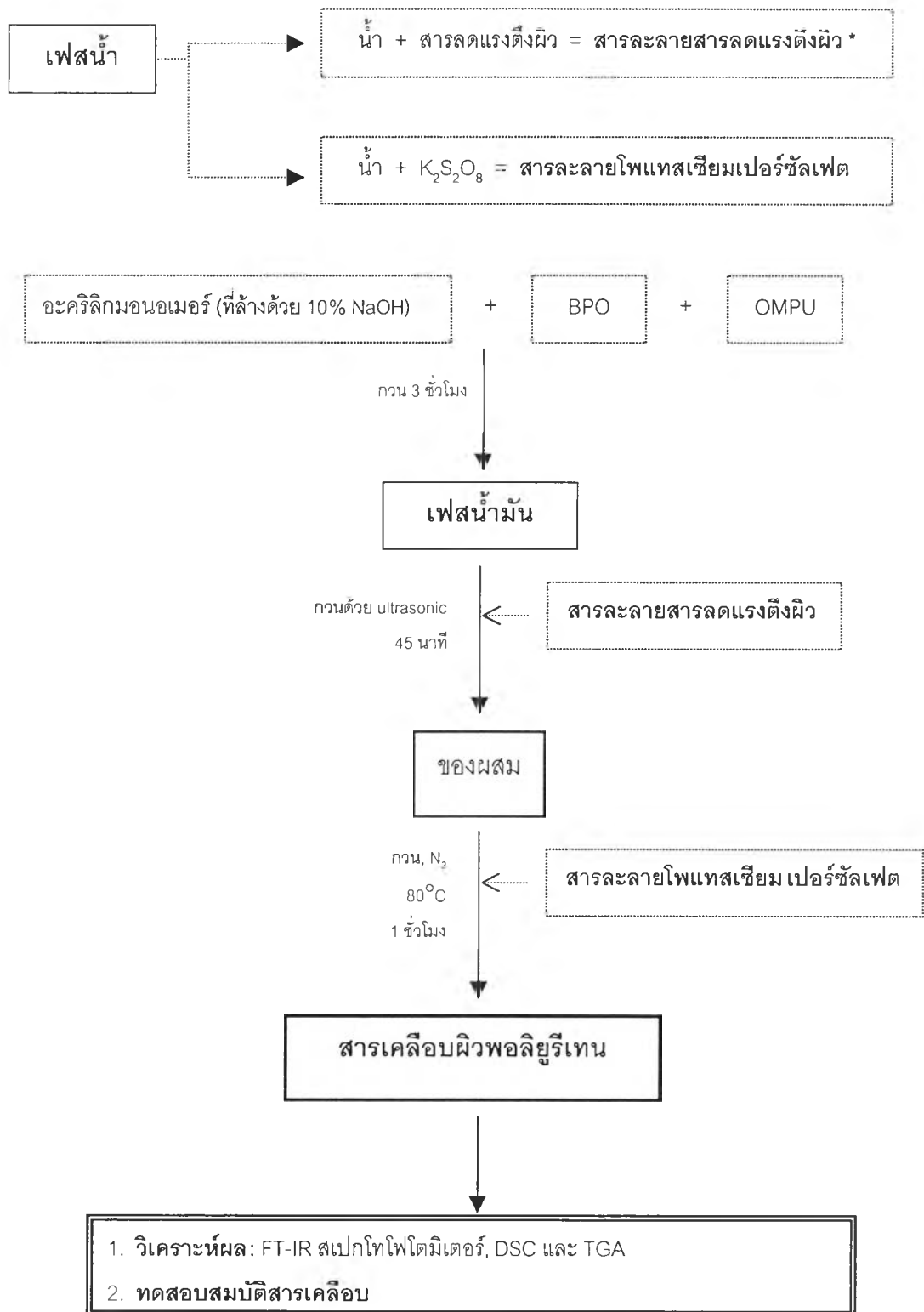
(3.3) ทำตามขั้นตอนที่ 1 – 3 แต่เปลี่ยนสูตรของพอลิยูรีเทนสูตรน้ำเป็นสูตรที่ 2 และสูตรที่ 3 เพื่อเปรียบเทียบผลิตภัณฑ์ที่ได้

4. การวิเคราะห์ผล

(4.1) นำสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนที่ได้ทั้ง 3 สูตรไปตรวจหาหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของพอลิยูรีเทนด้วยเครื่อง FT-IR สเปกโทรโฟโตมิเตอร์

(4.2) นำสารเคลือบผิวชนิดพอลิยูรีเทนที่ได้ทั้ง 3 สูตร ไปศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC โดยให้ความร้อนจาก 25 องศาเซลเซียส ถึง 180 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นทำให้เย็นลงมาที่ 50 องศาเซลเซียส แล้วจึงให้ความร้อนอีกครั้งจนอุณหภูมิสูงถึง 250 องศาเซลเซียส และให้ความร้อนด้วยอัตราคงที่ 10 องศาเซลเซียส/นาที ในทุกขั้นตอนที่มีการทำให้ อุณหภูมิสูงขึ้น

(4.3) นำสารเคลือบผิวชนิดพอลิยูรีเทนที่ได้ทั้ง 3 สูตร ไปศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง TGA โดยมีการให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน โดยมีอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 60 มิลลิลิตร/นาที ให้ความร้อนด้วยอัตราคงที่ 10 องศาเซลเซียส/นาที



* สารละลายสารลดแรงตึงผิว แบ่งออกเป็น 2 ชนิด คือ

- 1) ใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ ใช้ความเข้มข้น 0.03 โมล/ลิตร
- 2) ใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ ใช้ความเข้มข้น 0.003 โมล/ลิตร

รูปที่ 3.3 การสังเคราะห์สารเคลือบผิวพอลิยูรีเทน

3.6.2 การเตรียมสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำจากสารลดแรงตึงผิวชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

จากรูปที่ 3.3 สามารถแบ่งการเตรียมออกเป็น 4 ขั้นตอน คือ

- การเตรียมเฟสน้ำ
- การเตรียมเฟสน้ำมัน
- การสังเคราะห์สารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำ
- การวิเคราะห์ผล

1. การเตรียมเฟสน้ำ

แบ่งน้ำกลั่นออกเป็น 2 ส่วน โดยน้ำกลั่นส่วนที่หนึ่งละลายสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนที่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบความเข้มข้น 0.003 โมล/ลิตร และนำน้ำกลั่นส่วนที่สองไปละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ($K_2S_2O_8$) 2.7 กรัม

2. การเตรียมเฟสน้ำมัน

อัตราส่วนผสมเป็นไปตามตารางที่ 3.2 ดังนี้

(2.1) ซึ่งอัตราส่วนผสมของอะคริลิกมอนอเมอร์ คือ เมทิลเมทาคริเลต (MMA) กรดอะคริลิก (AA) และบิวทิลอะคริเลต (BA) มอนอเมอร์ ตามสูตรที่ 1 ในตารางที่ 3.2

(2.2) ล้างตัวบัพยั้งปฏิกริยาของอะคริลิกมอนอเมอร์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 10 เปอร์เซ็นต์

(2.3) เติมพอลิยูรีเทนที่ดัดแปลงด้วยน้ำมันลินสีด (OMPU) และเบนโซิลเปอร์ออกไซด์ (BPO) ตามสูตรที่ 1 ในตารางที่ 3.2 และนำไปกวนให้เข้ากันด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จนกระทั่งเกิดการละลายอย่างสมบูรณ์ในเฟสน้ำมัน

3. การสังเคราะห์สารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำ

(3.1) นำเฟสน้ำมันมาเติมสารละลายของสารลดแรงตึงผิวอย่างช้า ๆ ทำการกวนด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็ก เป็นเวลา 5 นาที ก่อนนำไปทำให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่อง brasonic (ultrasonic cleaner) ที่มีความถี่ 47 กิโลเฮิร์ตซ์ เป็นเวลา 45 นาที

(3.2) เทของผสมที่ได้ลงในขวดก้นกลม 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร ซึ่งต่ออยู่กับแท่งกวนแบบกล เครื่องควบแน่น และท่อนำเข้าไนโตรเจน แล้วค่อย ๆ เติมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตลงไป และนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนพร้อมทั้งมีการกวนของผสมตลอดเวลา จากนั้นทำให้ผลิตภัณฑ์เย็นลงมาที่อุณหภูมิห้อง

(3.3) ทำตามขั้นตอนที่ 1 – 3 แต่เปลี่ยนสูตรของพอลิยูรีเทนสูตรน้ำเป็นสูตรที่ 2 และสูตรที่ 3 เพื่อเปรียบเทียบผลิตภัณฑ์ที่ได้

4. การวิเคราะห์ผล

(4.1) นำสารเคลือบผิวชนิดพอลิยูรีเทนที่ได้ทั้ง 3 สูตรไปตรวจหาหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของพอลิยูรีเทนด้วยเครื่อง FT-IR สเปกโทรโฟโตมิเตอร์

(4.2) นำสารเคลือบผิวชนิดพอลิยูรีเทนที่ได้ทั้ง 3 สูตร ไปศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC โดยให้ความร้อนจาก 25 องศาเซลเซียส ถึง 180 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นทำให้เย็นลงมาที่ 50 องศาเซลเซียส แล้วจึงให้ความร้อนอีกครั้งจนอุณหภูมิสูงถึง 250 องศาเซลเซียส และให้ความร้อนด้วยอัตราการคงที่ 10 องศาเซลเซียส/นาที ในทุกขั้นตอนที่มีการทำให้อุณหภูมิสูงขึ้น

(4.3) นำสารเคลือบผิวชนิดพอลิยูรีเทนที่ได้ทั้ง 3 สูตร ไปศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง TGA โดยมีการให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน โดยมีอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 60 มิลลิลิตร/นาที ให้ความร้อนด้วยอัตราการคงที่ 10 องศาเซลเซียส/นาที

3.6.3 การทดสอบสมบัติของสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำ

1. ปริมาณร้อยละของสารที่ระเหยไม่ได้ (% Nonvolatile Content)

ทำโดยนำสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำหนัก 2 กรัม (ซึ่งน้ำหนักที่แน่นอน) ใส่ในภาชนะก้นแบน แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ทิ้งให้เย็นแล้วนำมาชั่งน้ำหนักทุกชั่วโมงจนกระทั่งได้น้ำหนักคงที่ น้ำหนักส่วนที่หายไป คือ ปริมาณสารที่ระเหยได้ ดังนั้น

$$\text{ปริมาณร้อยละของสารที่ระเหยไม่ได้} = 100 - [(A - B) / A] \times 100 \quad \text{.....(3.4)}$$

เมื่อ A = น้ำหนักสารก่อนอบ

B = น้ำหนักสารหลังอบ

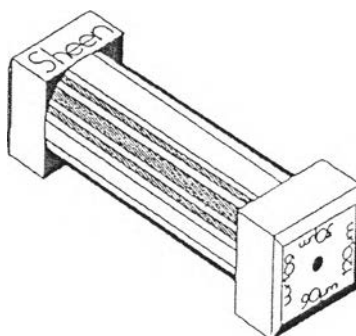
2. ระยะเวลาการแห้งตัว (Drying Time)

นำสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำมาปาดเคลือบลงบนแผ่นเหล็กด้วยแอปพลิเคเตออร์ ให้ได้ความหนาฟิล์มเปียก 90 ไมโครเมตร และจับเวลาการแห้งตัวของฟิล์ม รายละเอียดดูได้จากมาตรฐาน ASTM D 1640-95

3. การทดสอบสมบัติของฟิล์ม

(3.1) การเตรียมฟิล์มพอลิยูรีเทนสูตรน้ำ

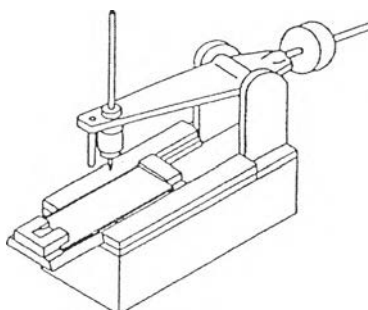
นำสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำมาปาดเคลือบลงบนแผ่นทดสอบที่เป็นแผ่นเหล็กเคลือบดีบุกตามที่มาตรฐานกำหนดด้วยแอปพลิเคเตอร์ (รูปที่ 3.4) ความหนาของฟิล์มเปียก 90 ไมโครเมตร จากนั้นทิ้งไว้จนฟิล์มแห้ง



รูปที่ 3.4 เครื่องมือแอปพลิเคเตอร์ (film applicator)

(3.2) ความแข็ง (Hardness)

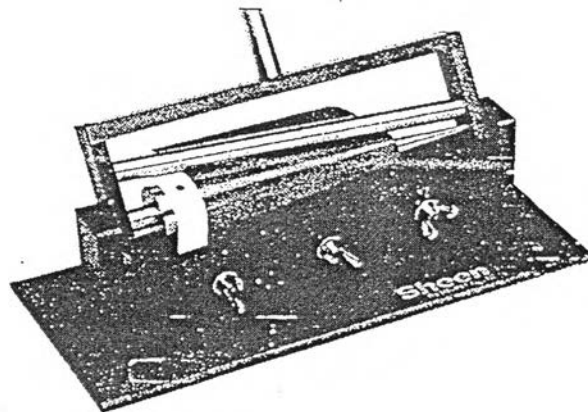
นำฟิล์มที่ได้จากข้อ (3.1) มาทดสอบด้วยเครื่อง Mechanical Scratch Test (รูปที่ 3.5) ซึ่งความแข็งของฟิล์ม คือ น้ำหนักน้อยที่สุด (กรัม) ที่ทำให้เข็มแทงทะลุผิวเคลือบ รายละเอียดดูได้จาก มอก. 285 เล่ม 32-2527



รูปที่ 3.5 เครื่อง Mechanical Scratch Test

(3.3) ความอ่อนตัว (Bending Test)

นำฟิล์มที่ได้จากข้อ (3.1) ไปตัดโค้งรอบแกนรูปกรวย ซึ่งมีเส้นผ่านศูนย์กลางตั้งแต่ 3 – 37 มิลลิเมตร ยาว 200 มิลลิเมตร เครื่องมือทดสอบคือ Conical Mandrel Test (รูปที่ 3.6) การรายงานผลการทดสอบให้ระบุเส้นผ่านศูนย์กลางที่ทำให้ผิวฟิล์มร้าหรือหลุดล่อนจากแผ่นทดสอบ ในกรณีที่ไม่มีพบข้อบกพร่องให้ระบุเส้นผ่านศูนย์กลางของแกนรูปกรวยที่ต่ำที่สุด รายละเอียดดูได้จาก มอก. 285 เล่ม 19-2525



รูปที่ 3.6 เครื่อง Conical Mandrel Test

(3.4) ความติดแน่น (Adhesive Coating)

นำฟิล์มที่ได้จากข้อ (3.1) มาทำการทดสอบโดยใช้วิธี cross – cut tape ในการทดสอบใช้เครื่อง Cross Hatch Cutter กรีดเป็นตารางบนผิวของฟิล์มให้ทะลุถึงแผ่นทดสอบ จากนั้นใช้เทปติดที่บริเวณรอยขีดให้สนิท แล้วดึงเทปออกอย่างรวดเร็วตรวจสอบความบกพร่องของฟิล์ม รายละเอียดดูได้จากมาตรฐาน ASTM D 3359 – 95 Method B

(3.5) การทดสอบการกระทบ (Impact Test)

นำฟิล์มที่ได้จากข้อ (3.1) เข้าเครื่องทดสอบความทนทานต่อการกระทบ โดยปล่อยลูกตุ้มหนัก 4 ปอนด์ ที่ระยะทางต่าง ๆ กัน โดยมีระยะทางสูงสุด 40 นิ้ว ตรวจสอบความบกพร่องของฟิล์ม

(3.6) ความทนน้ำ (Water Resistance)

นำฟิล์มที่ได้จากข้อ (3.1) จุ่มลงในน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อครบระยะเวลาแล้ว นำแผ่นทดสอบออกจากน้ำแล้วซับด้วยกระดาษ ตรวจสอบผิวแผ่นทดสอบ เพื่อดูรอยพองหรือรอยบกพร่องอื่น ๆ จากนั้นตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และทำการตรวจพื้นผิวแผ่นทดสอบอีกครั้ง รายละเอียดดูได้จากมาตรฐาน ASTM D 1647 – 89

(3.7) ความทนกรด และด่าง (Acid and Alkali Resistance)

นำฟิล์มที่ได้จากข้อ (3.1) ไปจุ่มลงในกรดซัลฟูริก 5 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วตรวจดูสภาพของฟิล์ม ถ้าฟิล์มมีความทนทานต่อกรดได้ดีฟิล์มจะต้องมีสภาพเหมือนเดิม ไม่มีความบกพร่องใด ๆ เกิดขึ้น

นำฟิล์มที่ได้จากข้อ (3.1) ไปจุ่มลงในโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วตรวจดูสภาพของฟิล์ม ถ้าฟิล์มมีความทนทานต่อด่างได้ดีฟิล์มจะต้องมีสภาพเหมือนเดิม ไม่มีความบกพร่องใด ๆ เกิดขึ้น รายละเอียดดูได้จากมาตรฐาน ASTM D1647- 89