

บทที่ 4

ผลการทดลอง และวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 ผลการเตรียมเอทิลีนไกลคอลจากขวดเพทที่ใช้แล้ว

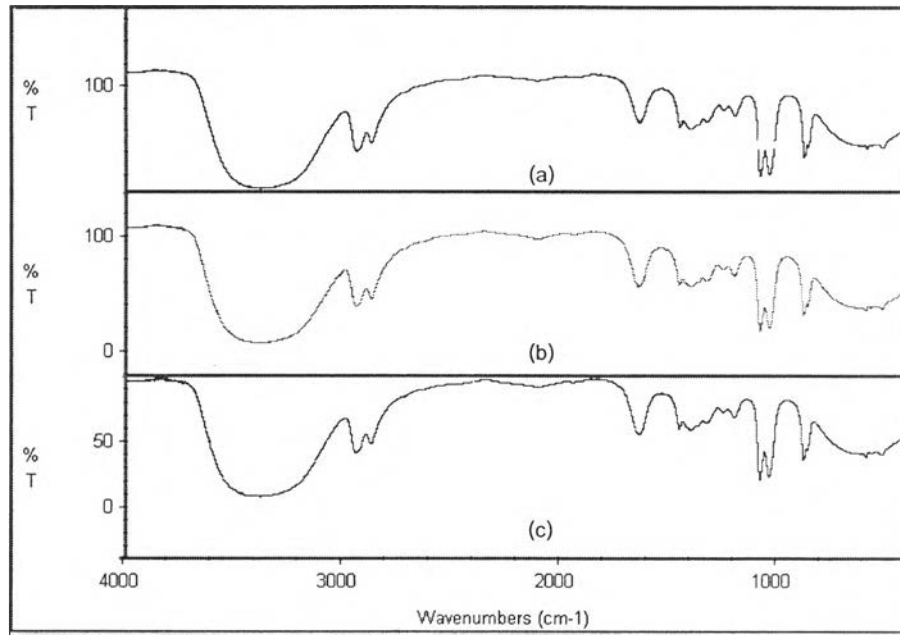
4.1.1 การเตรียมเอทิลีนไกลคอลจากขวดเพท

จากการย่อยสลายขวดเพทที่ใช้แล้วด้วยกระบวนการอัลคาไลไฮโดรไลซิสโดยโซเดียมไฮดรอกไซด์ในตัวกลางเอทิลีนไกลคอลที่ปราศจากน้ำ ที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 60 นาที พบว่าสามารถย่อยสลายขวดเพทได้ถึง 94.91 เปอร์เซ็นต์ และผลผลิตที่ได้ประกอบด้วยไดโซเดียมเทเรฟทาเลต (disodium terephthalate) ซึ่งมีลักษณะเป็นผงของแข็งสีขาว และเอทิลีนไกลคอล ซึ่งมีลักษณะเป็นของเหลวสีเหลืองอ่อน

ภายหลังการกรอง และนำของเหลวสีเหลืองอ่อนที่ได้มากลั่นที่อุณหภูมิ 190°C องศาเซลเซียส จะได้ของเหลวใสไม่มีสี ซึ่งผู้วิจัยคาดว่าน่าจะเป็น เอทิลีนไกลคอล

4.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FT-IR สเปกโทรสโกปี

ผลการเปรียบเทียบสเปกตรัมที่ได้จากผลผลิตการรีไซเคิล คือ เอทิลีนไกลคอล ทั้งเอทิลีนไกลคอลที่ก่อนทำการกลั่น (ของเหลวสีเหลืองอ่อน) และภายหลังทำการกลั่นที่อุณหภูมิ 190°C องศาเซลเซียส (ของเหลวใสไม่มีสี) เทียบกับเอทิลีนไกลคอลมาตรฐาน เพื่อตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมีด้วยเครื่อง FT-IR สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ได้ผลแสดงดังรูป 4.1



รูปที่ 4.1 สเปกตรัมเปรียบเทียบระหว่าง (a) เอทิลีนไกลคอลมาตรฐาน (b) เอทิลีนไกลคอลก่อน
 กลั่นและ (c) เอทิลีนไกลคอลภายหลังกลั่นที่ 190°C

จากการเปรียบเทียบสเปกตรัมของเอทิลีนไกลคอล ($\text{HO} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{OH}$) ที่ได้จากการย่อยสลายขวดเพท ด้วยเครื่อง FT-IR สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พบว่าสเปกตรัมของเอทิลีนไกลคอลก่อนทำการกลั่นและภายหลังทำการกลั่นแล้วเหมือนกับสเปกตรัมของเอทิลีนไกลคอลมาตรฐาน โดยพีกของเอทิลีนไกลคอลแสดงดังตารางที่ 4.1 นั่นคือ จะพบพีกที่บริเวณ 3400 cm^{-1} ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของหมู่ไฮดรอกซิล ($-\text{OH}$) พีกที่บริเวณ 2925 cm^{-1} เป็นพีกของ $\text{C}-\text{H}$ และพีกที่บริเวณ 1091 cm^{-1} เป็นพีกของ $\text{C}-\text{O}$ ลักษณะสเปกตรัมดังกล่าวสามารถสรุปว่า สารที่รีไซเคิลได้คือ เอทิลีนไกลคอล

ตารางที่ 4.1 สเปกตรัมของเอทิลีนไกลคอล

ผลิตภัณฑ์	Wave number (cm^{-1})
เอทิลีนไกลคอล	3400 : OH
	2945 : C-H
	1091 : C-O

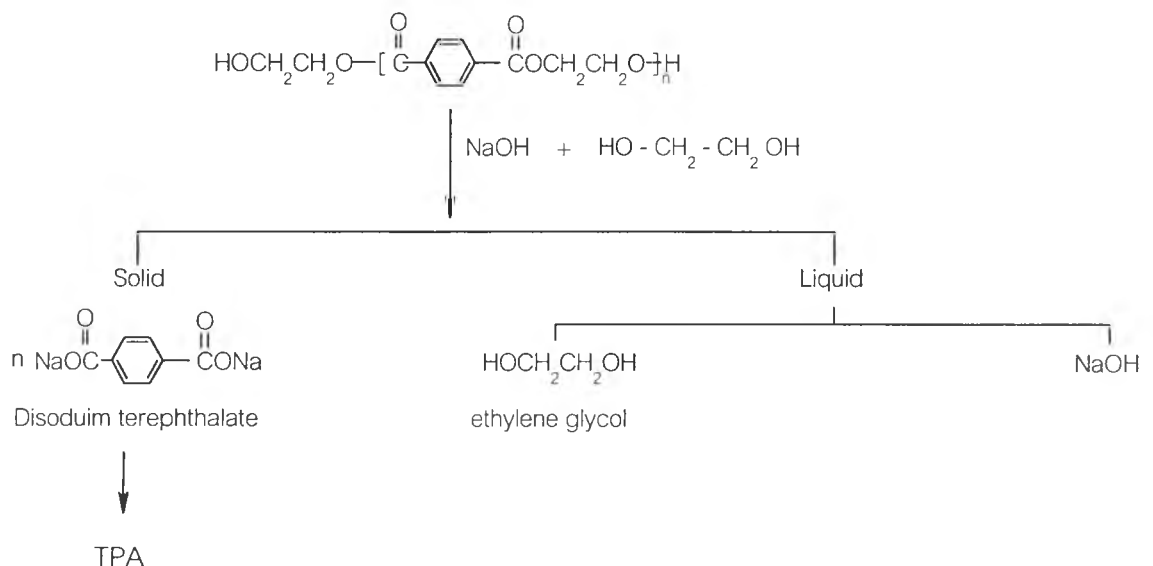
4.1.3 การตรวจสอบความบริสุทธิ์ด้วยเครื่อง GC

การตรวจสอบเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของเอทิลีนไกลคอลที่ได้จากการรีไซเคิล สามารถทำได้ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี (GC) โดยนำค่าพื้นที่ใต้กราฟที่แสดงลักษณะเฉพาะของเอทิลีนไกลคอลมาคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ด้วยสมการความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของเอทิลีนไกลคอลและค่าพื้นที่ใต้กราฟ ซึ่งให้ผลแสดงดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ค่าความบริสุทธิ์ของเอทิลีนไกลคอลด้วยเครื่อง GC

ผลิตภัณฑ์	ค่าเฉลี่ยความบริสุทธิ์ (เปอร์เซ็นต์)	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
เอทิลีนไกลคอลก่อนทำการกลั่น	93.12	0.63
เอทิลีนไกลคอลภายหลังทำการกลั่น	99.01	0.56

จากตารางที่ 4.2 เอทิลีนไกลคอลก่อนทำการกลั่นมีความบริสุทธิ์ 93.12 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากมีปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือจากปฏิกิริยาการย่อยสลายผลมอยุ่เล็กน้อยดังสมการ แต่ก็ถือว่ามีค่าความบริสุทธิ์ค่อนข้างสูงสามารถนำไปใช้งานในทางการค้าได้



เอทิลีนไกลคอลภายหลังทำการกลั่นแล้วจะมีความบริสุทธิ์ถึง 99.01 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งในการกลั่นจะเป็นการเพิ่มมูลค่าของเอทิลีนไกลคอลให้สูงขึ้นได้

4.2 ผลการเตรียมสารลดแรงตึงผิว

4.2.1 การเตรียมสารลดแรงตึงผิว

แบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ

- (1) การเตรียมสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ
- (2) การเตรียมสารลดแรงตึงผิวชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

(1) การเตรียมสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

จากการนำพอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) มาทำปฏิกิริยากับโพลูอินไดไฮโซไซยานต (TDI) ในตัวกลางอะซิโตน โดยมีอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง PEG ต่อ TDI เท่ากับ 92 : 5.22 และใช้ไดบิวทิลทินไดลอเรตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา สุดท้ายทำการปิดสายโซ่โมเลกุลด้วยเอทิลีนไกลคอล จะได้ของเหลวใส หนืด และเมื่อนำไประเหยอะซิโตนออก และทำการบดด้วยโกร่ง ผลิตภัณฑ์สุดท้ายจะมีลักษณะเป็นของแข็งสีขาวเหลือง ดังสูตรที่ S1 และ S2 ในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 แสดงลักษณะของสารลดแรงตึงผิวที่สังเคราะห์ได้

สูตร	สารที่ใช้เตรียม		ลักษณะที่มองเห็น
	น้ำมันละหุ่ง	เอทิลีนไกลคอล จากการย่อยสลายขวดเพท	
S1	ไม่มี	ไม่กลั่น	ของแข็งสีขาวเหลือง
S2	ไม่มี	กลั่น	ของแข็งสีขาวเหลือง
S3	มี	ไม่กลั่น	ก้อนแข็งสีเหลือง
S4	มี	กลั่น	ก้อนแข็งสีเหลือง

(2) การเตรียมสารลดแรงตึงผิวชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

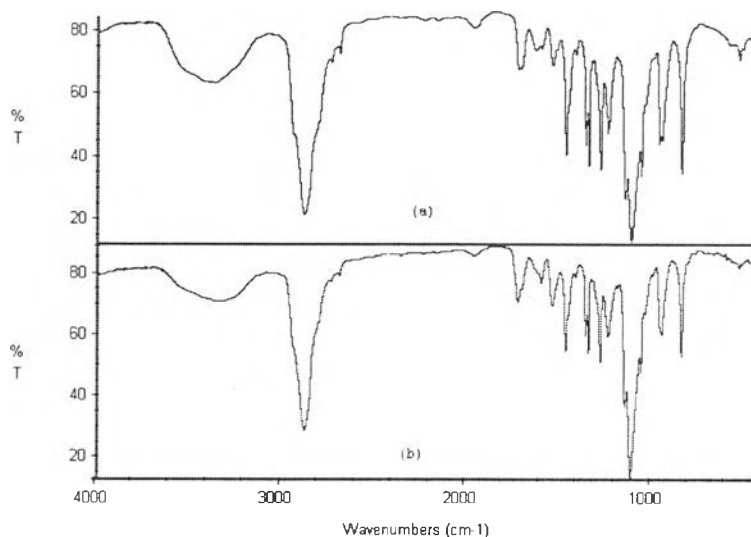
จากการนำเอาพอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) มาทำปฏิกิริยาน้ำมันละหุ่ง และโพลูอินไดไฮโซไซยานต (TDI) ในตัวกลางอะซิโตน โดยมีอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง PEG ต่อ น้ำมันละหุ่ง ต่อ TDI เท่ากับ 46 : 2.98 : 5.22 และใช้ไดบิวทิลทินไดลอเรตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา สุดท้ายทำการปิดสายโซ่โมเลกุลด้วยเอทิลีนไกลคอล จะได้ของเหลวใส หนืด และเมื่อนำไประเหยอะซิโตน

ออก และทำการบดด้วยโกร่ง ผลิตภัณฑ์สุดท้ายจะมีลักษณะเป็นก้อนของแข็งสีเหลืองที่มีขนาดใหญ่กว่าสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ ดังสูตรที่ S3 และ S4 ในตารางที่ 4.3

เอทิลีนไกลคอลที่ใช้ในการปิดสายโพลิเมอร์นี้ได้มาจากการย่อยสลายขวดพลาสติก โดยในการทดลองนี้ได้ทำการสังเคราะห์เปรียบเทียบเอทิลีนไกลคอลที่ใช้ทั้งก่อนทำการกลั่น และภายหลังจากทำการกลั่นที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ซึ่งลักษณะภายนอกของผลิตภัณฑ์ที่ได้ไม่มีความแตกต่างกันทั้งสารลดแรงตึงผิวชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบและไม่มีเป็นส่วนประกอบ

4.2.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของสารลดแรงตึงผิวโดยใช้เทคนิค FT-IR สเปกโทรสโกปี

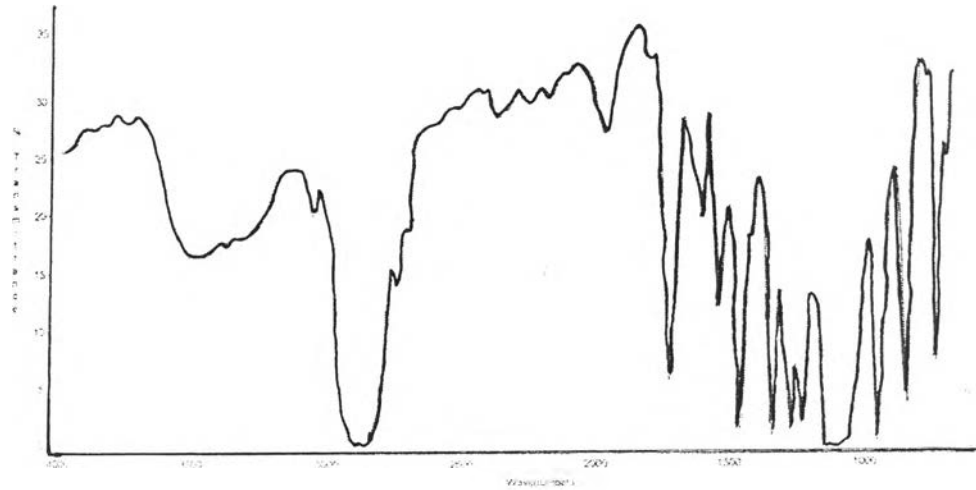
ผลการเปรียบเทียบสเปกตรัมที่ได้จากสารสังเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR สเปกโทรสโกปี ทั้ง 4 สูตรตามตารางที่ 3.1 ได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.2 และตารางที่ 4.4



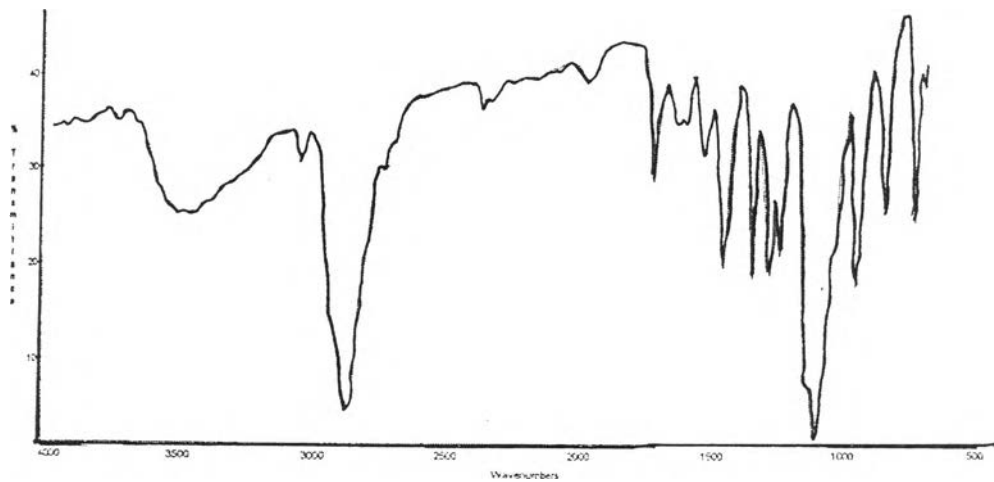
รูปที่ 4.2 สเปกตรัมของสารลดแรงตึงผิวที่สังเคราะห์ได้ (a) ชนิดพอลิยูรีเทนที่ไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ (b) ชนิดพอลิยูรีเทนที่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

ตารางที่ 4.4 สเปกตรัมของสารลดแรงตึงผิวที่สังเคราะห์ได้

ผลิตภัณฑ์	Wave number(cm^{-1})
สารลดแรงตึงผิว	3400 : OH, N-H
	2925 : C-H
	1112 : C-O-C, C-N



รูปที่ 4.3 สเปกตรัมของสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ¹⁶



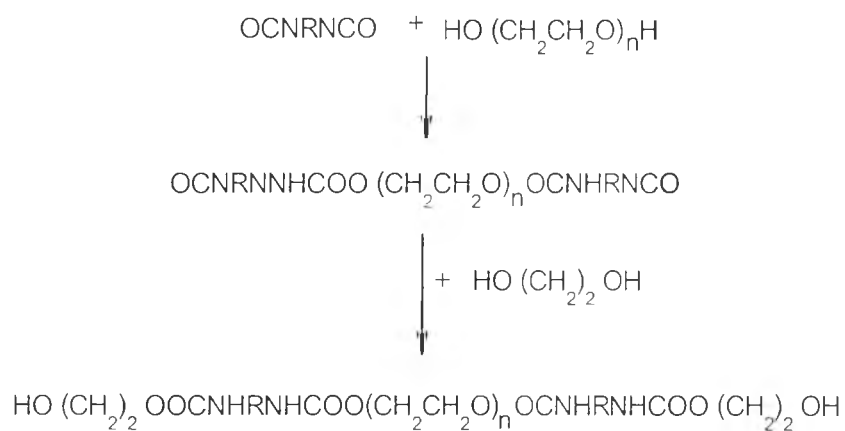
รูปที่ 4.4 สเปกตรัมของสารลดแรงตึงผิวชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ¹⁶

เมื่อเปรียบเทียบเทคนิค FT-IR สเปกโทรสโกปีของสารที่สังเคราะห์ได้ (รูปที่ 4.2) กับ FT-IR สเปกโทรสโกปีของสารลดแรงตึงผิวจากงานวิจัยของ Ismail¹⁶ (การทดลองนี้ใช้วิธีการเตรียมและอัตราส่วนของสารที่ใช้เตรียมเหมือนกับงานวิจัยของ Ismail) ในรูปที่ 4.3 สำหรับสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ และรูปที่ 4.4 สำหรับสารลดแรงตึงผิวชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ พบว่ามีสเปกตรัมที่เหมือนกัน กล่าวคือ พบพีคที่บริเวณ 3400 cm^{-1} ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของหมู่ไฮดรอกซิล ($-\text{OH}$) ซึ่งคาดว่ามีส่วนปลายสายโซ่โมเลกุลที่ทำการปิดสายโซ่ด้วยเอทิลีนไกลคอล และที่บริเวณเดียวกันนี้จะพบพีคของ N-H stretching เป็นพีคในส่วนของพันธะยูรีเทน ($-\text{NHCOO}-$) พีคที่พบต่อมา คือ พีคที่บริเวณ 2925 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีคของ C-H stretching

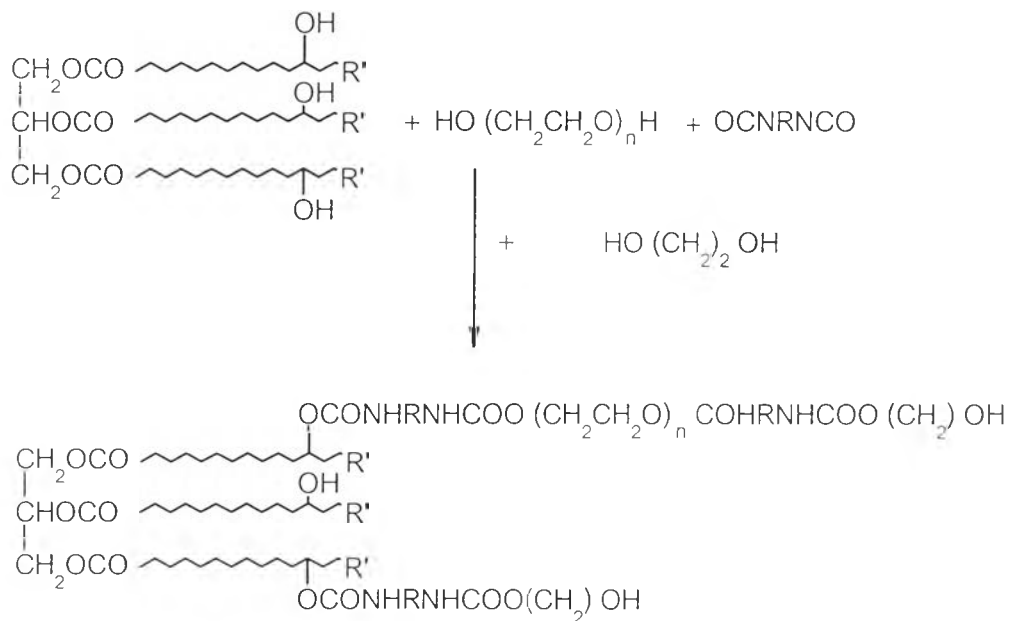
ส่วนพีคของ C-O stretching และ C-N stretching จะขึ้นพีคที่บริเวณเดียวกัน คือ บริเวณ 1112 cm^{-1} ดังตารางที่ 4.4

ดังนั้นจึงอาจคาดการณ์ได้ว่าสารที่สังเคราะห์ขึ้นได้กับสารในงานวิจัยของ Ismail อาจารย์ชนิดเดียวกัน และในงานวิจัยของ Ismail ได้แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนที่ละลายน้ำได้ (water-soluble polyurethane surfactant) ดังนี้

สารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ



สารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ



ในการนำเอทิลีนไกลคอลจากการย่อยสลายขวดพHEMAใช้ในการปิดสายโซ่โมเลกุลนั้น มีการใช้เอทิลีนไกลคอลทั้งก่อนทำการกลั่น และภายหลังทำการกลั่นที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส พบว่าผลของสเปกตรัมไม่มีความแตกต่างกันในแง่ของเอทิลีนไกลคอลที่ใช้ และสเปกตรัมที่ได้เหมือนกับงานวิจัย Ismail จึงคาดว่าสารที่สังเคราะห์ได้น่าจะเป็นสารพอลิยูรีเทน และมีลักษณะการเกิดปฏิกิริยาเคมีเช่นเดียวกับในงานวิจัยของ Ismail

4.2.3 การตรวจสอบว่าสารที่สังเคราะห์ได้เป็นสารลดแรงตึงผิว

แบ่งการตรวจสอบออกเป็น 2 ส่วน คือ

- (1) ตรวจสอบว่าสารที่สังเคราะห์ได้เป็นสารลดแรงตึงผิว
- (2) การหาค่าความเข้มข้นไมเซลลวิฤต (CMC)

(1) ตรวจสอบสารที่สังเคราะห์ได้ว่าเป็นสารลดแรงตึงผิว

การตรวจสอบว่าสารที่สังเคราะห์ได้เป็นสารลดแรงตึงผิว สามารถทำได้โดยการใช้สมการ Gibb's เพื่อคำนวณค่า surface excess (Γ) เนื่องจากค่า surface excess เป็นค่าที่ใช้บอกถึงความเข้มข้นของสารที่บริเวณพื้นผิวมีมากกว่าภายในเนื้อสาร ซึ่งเป็นพฤติกรรมของสารลดแรงตึงผิว ได้ผลแสดงดังตารางที่ 4.5 (รายละเอียดดูในภาคผนวก)

ตารางที่ 4.5 แสดง CMC ค่า surface excess และความชันของกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารสังเคราะห์และแรงตึงผิว

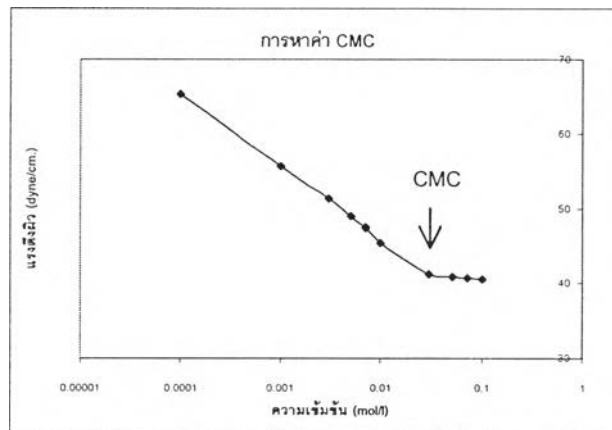
สูตร	สารที่ใช้เตรียม		CMC (โมล/ลิตร)	ความชันของ กราฟ	surface excess (โมล/ตร.ซม.)
	น้ำมันละหุ่ง	เอทิลีนไกลคอล จากการย่อยสลายขวดพEMA			
S1	ไม่มี	ไม่กลั่น	0.03	-9.86	1.73×10^{-10}
S2	ไม่มี	กลั่น	0.03	-9.73	1.71×10^{-10}
S3	มี	ไม่กลั่น	0.03	-8.22	1.44×10^{-10}
S4	มี	กลั่น	0.03	-8.84	1.55×10^{-10}

จากตารางที่ 4.5 สารที่เราสังเคราะห์ได้ทั้ง 4 สูตรมีค่า surface excess เป็นบวกโดยมีค่าเท่ากับ 1.73×10^{-10} , 1.71×10^{-10} , 1.44×10^{-10} และ 1.55×10^{-10} ตามลำดับ ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าสารสังเคราะห์ที่ได้เป็นสารลดแรงตึงผิว

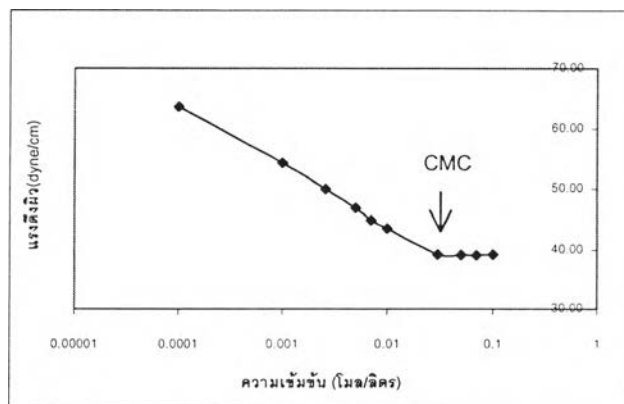
(2) การหาค่าความเข้มข้นไมเซลลิกฤต (CMC)

การหาค่าความเข้มข้นไมเซลลิกฤตสามารถทำได้โดยการนำสารลดแรงตึงผิวไปวัดค่าสารลดแรงตึงผิวที่ความเข้มข้นต่างๆ ค่า CMC เป็นค่าความเข้มข้นที่ต่ำสุดที่ทำให้ค่าแรงตึงผิวคงที่ ซึ่งสารลดแรงตึงผิวที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดมีค่า CMC เท่ากับ 0.03 โมล/ลิตร ดังตารางที่ 4.5

กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบและแรงตึงผิว แสดงดังรูปที่ 4.5 และ 4.6

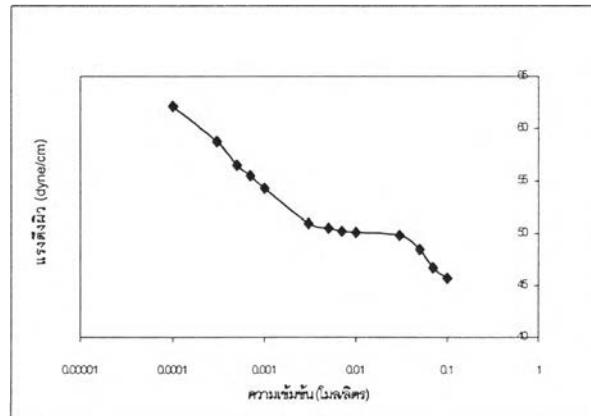


รูปที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารสังเคราะห์ชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ (สูตร S1) และแรงตึงผิว

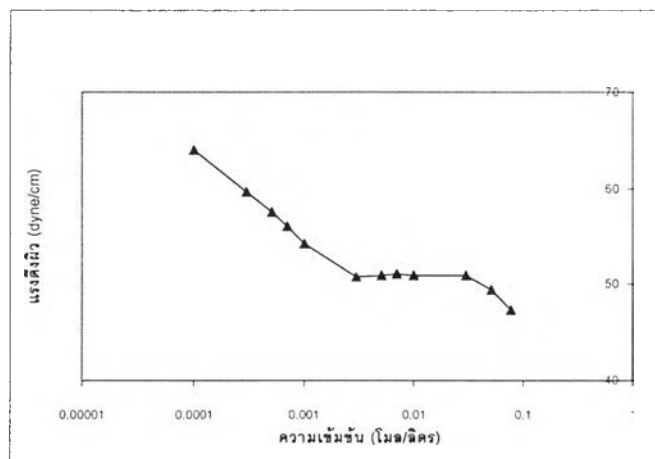


รูปที่ 4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารสังเคราะห์ชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ (สูตร S2) และแรงตึงผิว

กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ และแรงตึงผิว ดังรูปที่ 4.7 และ 4.8



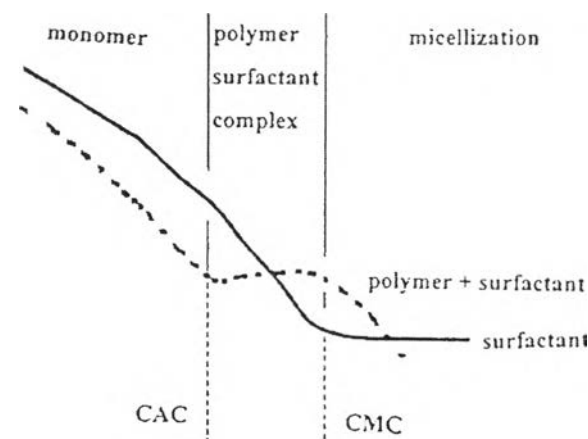
รูปที่ 4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารสังเคราะห์ชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ (สูตร S3) และแรงตึงผิว



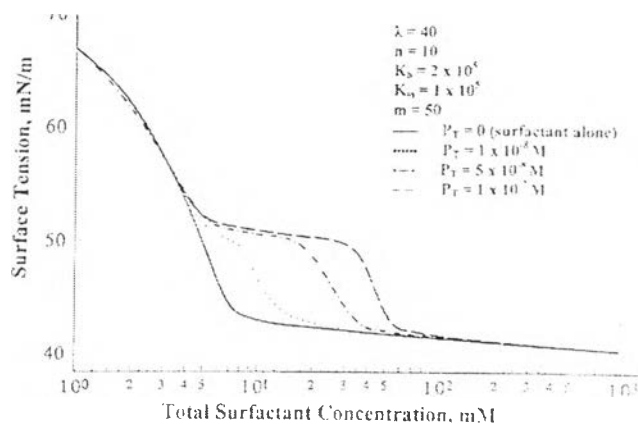
รูปที่ 4.8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารสังเคราะห์ชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ (สูตร S4) และแรงตึงผิว

การเติมน้ำมันละหุ่งลงในการสังเคราะห์สารลดแรงตึงผิว คาดว่าทำให้สารสังเคราะห์ที่ได้ นั้นมีลักษณะเป็น 2 ส่วน^{17,18} คือ ส่วนที่ทำหน้าที่เป็นสารลดแรงตึงผิวต่ออยู่กับส่วนที่เป็นพอลิ-ยูรีเทน ทำให้ลักษณะกราฟแบ่งออกเป็น 3 ช่วง คือ ช่วงแรกเป็นช่วงที่สารละลายมีเข้มข้นต่ำ จะให้กราฟลักษณะเดียวกับกราฟของสารลดแรงตึงผิวโดยทั่วไป เนื่องจากสารลดแรงตึงผิวยังไม่เกิดการ สร้างไมเซลล์ เรียกความเข้มข้นที่สูงที่สุดในช่วงนี้ว่า The critical association concentration (CAC) ช่วงที่สองเป็นระหว่าง CAC และ CMC ซึ่งแรงตึงผิวจะมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเนื่องจากเกิดสารประกอบพอลิเมอร์-สารลดแรงตึงผิว (polymer-surfactant complex) และเริ่มมีการ

จัดรูปแบบเป็นไมเซลล์ ช่วงที่สามคือ หลัง CMC ซึ่งช่วงของการสร้างไมเซลล์ แรงตึงผิวจะเริ่มลดลงเมื่อมีการเพิ่มขึ้นของความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว โดยความกว้างของช่วงระหว่าง c.a.c และ CMC จะขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของพอลิเมอร์ เนื่องจากในการเติมน้ำมันลงสู่ลงในสารละลายสารลดแรงตึงผิวจะเป็นการเพิ่มหมู่ที่ไม่มีขั้วในสายโซ่โมเลกุลของสารที่สังเคราะห์ ซึ่งจะปลดพลังงานอิสระที่พื้นผิว ทำให้แรงตึงผิวลดลงจนกระทั่งเข้าสู่สมดุลอีกครั้ง เมื่อกระบวนการสร้างไมเซลล์สิ้นสุด ดังแสดงในรูปที่ 4.9 และรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.9 แรงตึงผิวของสารลดแรงตึงผิวที่มีการเติมพอลิเมอร์ และไม่มีการเติมพอลิเมอร์¹⁷

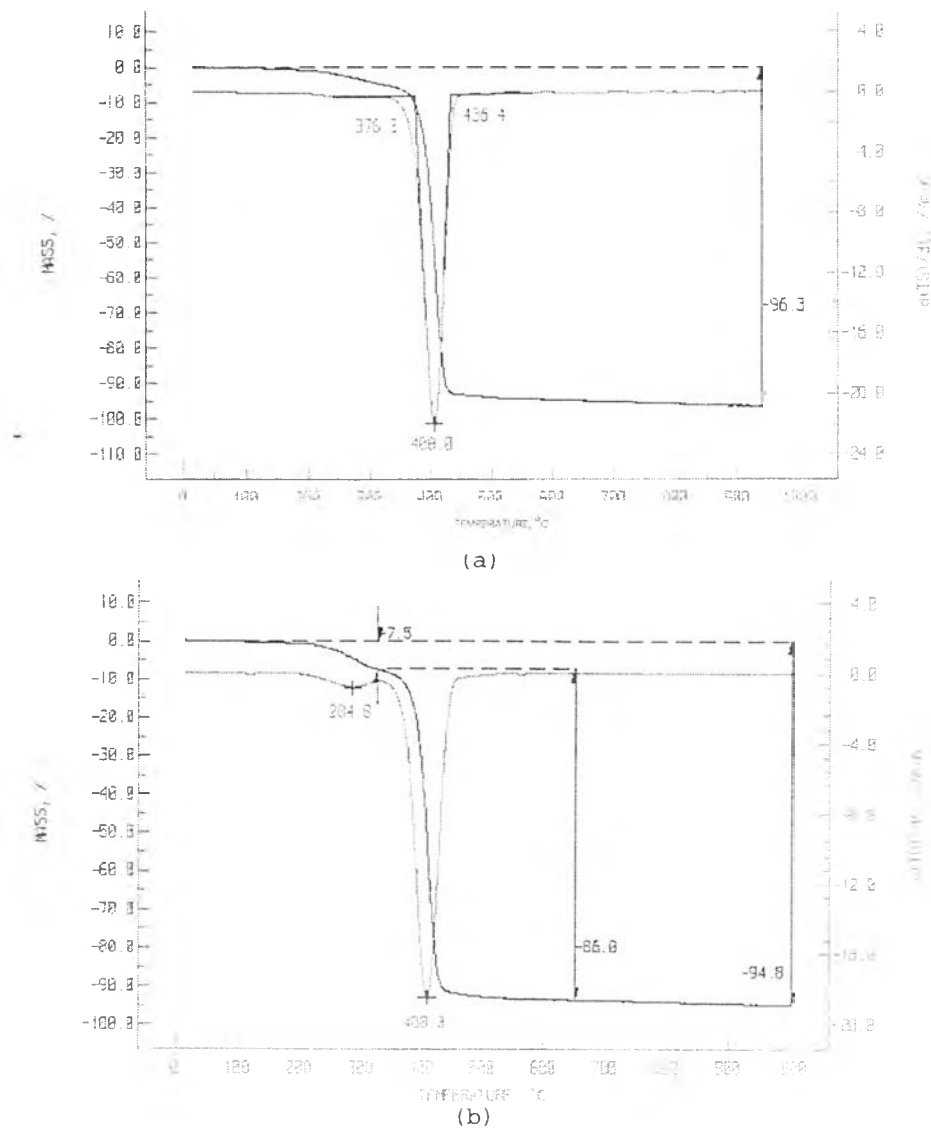


รูปที่ 4.10 แรงตึงผิวของสารลดแรงตึงผิวที่ไม่มีการเติมพอลิเมอร์ และมีการเติมพอลิเมอร์ที่มีความเข้มข้นของพอลิเมอร์ต่างๆ¹⁷

เอทิลีนไกลคอลที่ใช้ในการสังเคราะห์สารลดแรงตึงผิวทั้งก่อนทำการกลั่นและภายหลังทำการกลั่นที่ 190 องศาเซลเซียส พบว่าไม่มีผลต่อค่า CMC และค่า surface excess จึงสรุปได้ว่าเอทิลีนไกลคอลจากการย่อยสลายไม่มีผลต่อการสังเคราะห์สารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทน

4.2.5 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

จากการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของสารลดแรงตึงผิวด้วยเทคนิค TGA ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจนได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.11(a) และ 4.11(b)



รูปที่ 4.11 TGA เทอร์โมแกรมของสารลดแรงตึงผิว (a) ชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ
(b) ชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

เทอร์โมแกรมที่ได้จากเครื่อง TGA แสดงพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนที่สังเคราะห์ได้ พบว่าสารลดแรงตึงผิวพอลิยูรีเทนที่สังเคราะห์ได้นี้มีความทนทานต่อความร้อนประมาณ 200 องศาเซลเซียส โดยไม่เกิดการสลายตัวก่อน ทำให้สามารถนำสารลดแรงตึงผิวนี้ไปใช้งานที่อุณหภูมิสูงได้

4.2 ผลการเตรียมสารเคลือบผิวชนิดพอลิยูรีเทนสูตรน้ำ

4.2.1 การเตรียมสารเคลือบผิวชนิดพอลิยูรีเทนสูตรน้ำ

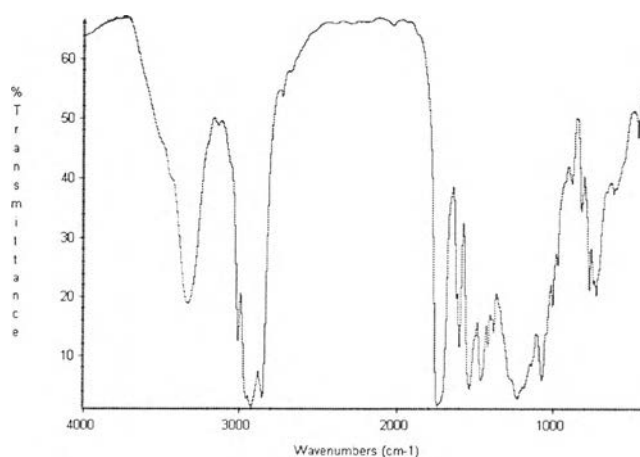
สารเคลือบผิวชนิดพอลิยูรีเทนสูตรน้ำเตรียมได้จากกระบวนการอิมัลชันพอลิเมอไรเซชันระหว่างพอลิยูรีเทนที่ตัดแปรด้วยน้ำมันลินสีด (OMPU) และอะคริลิกมอนอเมอร์ โดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่สังเคราะห์ขึ้นทั้งชนิดมีน้ำมันและไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบทำหน้าที่เป็นอิมัลซิไฟเออร์ โดยมีอัตราส่วนระหว่าง OMPU ต่ออะคริลิกมอนอเมอร์ ที่อัตราส่วนต่างๆ กัน

ผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้ทุกสูตรจะมีลักษณะที่เหมือนกัน คือ มีลักษณะเหมือนน้ำนมหรือลาเท็กซ์

4.2.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FT-IR สเปกโทรสโกปี

(1) การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของ OMPU

เมื่อนำ OMPU มาทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR สเปกโทรสโกปี ได้สเปกตรัมแสดงดังรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.12 สเปกตรัมของ OMPU

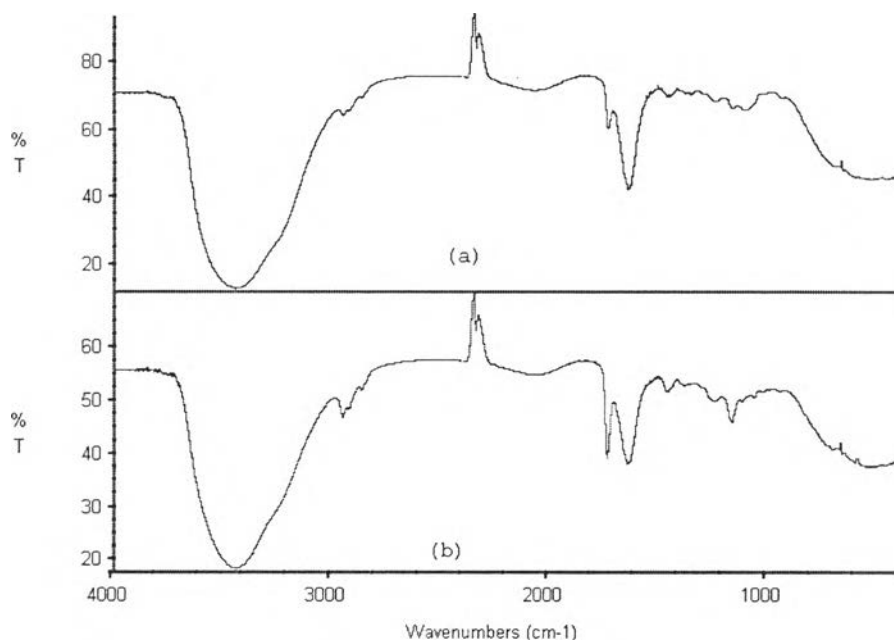
ตารางที่ 4.6 สเปกตรัมของ OMPU

ผลิตภัณฑ์	Wave number (cm ⁻¹)
OMPU	3328 : N-H
	2925 : C-H อะลิฟาติก
	1723 : C = O
	1223 : C-O-C
	748 : =CH อะโรมาติก

จากสเปกตรัมของ OMPU ที่วัดด้วยเทคนิค FT-IR สเปกโทรสโกปี จะพบสเปกตรัมในส่วนของพันธะยูรีเทน (-NHCOO-) คือ N-H stretching ที่บริเวณ 3328 cm⁻¹ พีกที่เป็นลักษณะเฉพาะของหมู่คาร์บอนิล (C=O) ที่บริเวณ 1723 cm⁻¹ พีก C-O-C stretching ที่บริเวณ 1223 cm⁻¹ นอกจากนี้ยังมีพีก C-H ของสายโซ่อะลิฟาติกที่บริเวณ 2925 cm⁻¹ และพีก =CH out of plan bending (opp) ของสายโซ่อะโรมาติกที่บริเวณ 748 cm⁻¹ เนื่องจากในโครงสร้างของ OMPU มีส่วนที่เป็นอะลิฟาติกจากพอลิเอทิลีนไดออลและน้ำมันลินสีด และส่วนที่เป็นสายโซ่อะโรมาติกจากโครงสร้างในส่วนของโพลูอินไดไฮโซไซยานต (TDI) ได้ผลตามตารางที่ 4.6

(2) การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของสารเคลือบผิวที่เตรียมได้

เมื่อนำสารเคลือบผิวที่เตรียมได้ไประเหยน้ำออกจนหมดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ก่อนที่จะนำมาทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR สเปกโทรสโกปี ได้สเปกตรัมดังรูปที่ 4.13 และตารางที่ 4.7



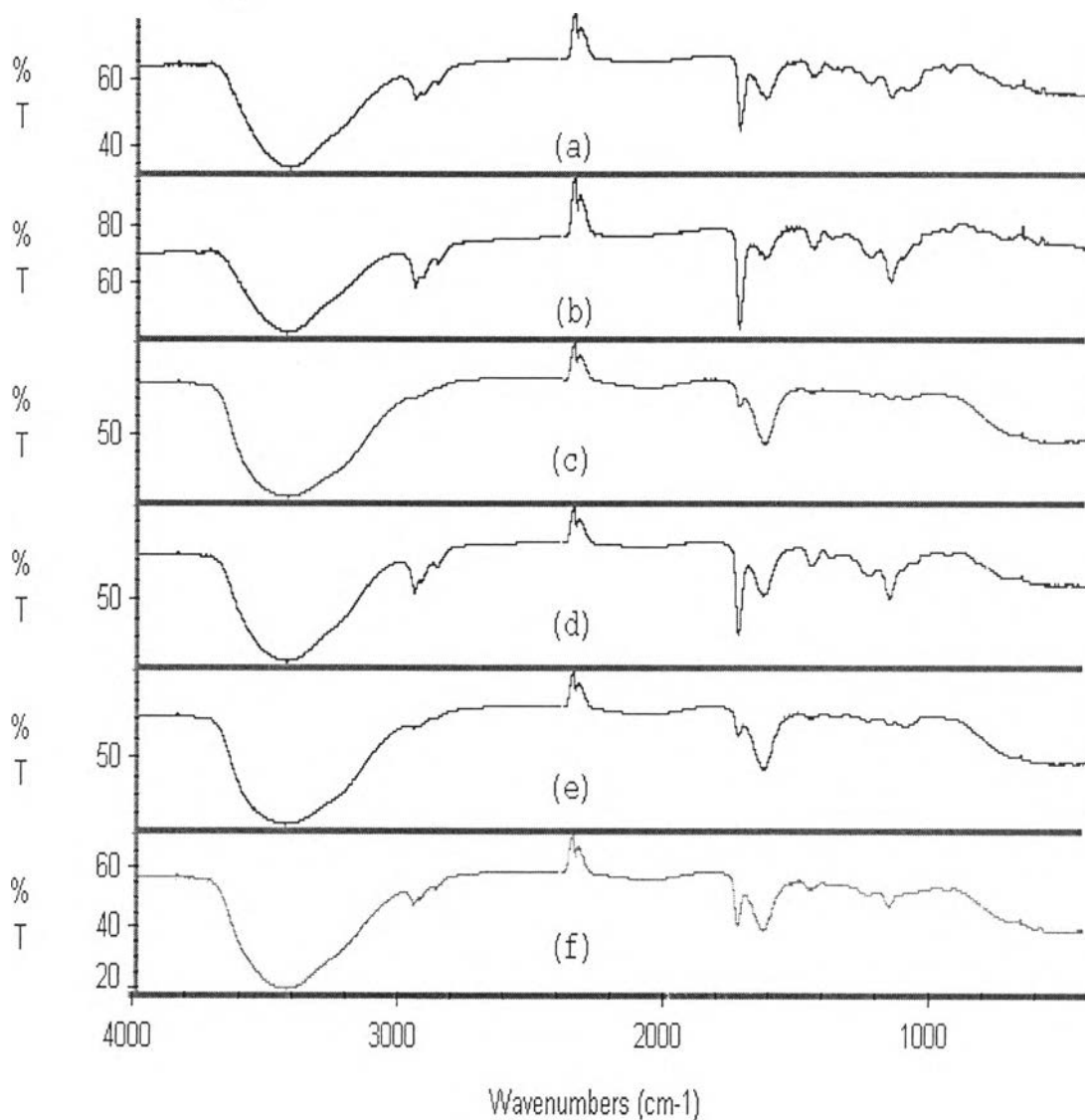
รูปที่ 4.13 สเปกตรัมของสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนที่เตรียมได้ จากสูตร C1 โดยใช้ (a) สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ (b) สารลดแรงตึงผิวชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

ตารางที่ 4.7 สเปกตรัมของสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนที่เตรียมได้

ผลิตภัณฑ์	Wave number(cm^{-1})
สารเคลือบผิวพอลิยูรีเทน ที่เตรียมได้	3495 : N-H
	2973 : C-H ของสายโซ่อะลิฟาติก
	1715 : C = O
	1183 : C-O-C, C-N

โครงสร้างของ OMPU จะพบพีกที่บริเวณ 3495 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีก N-H stretching ในส่วนของพีกที่จะพบได้ทั้งในโครงสร้างของพอลิยูรีเทน (OMPU) และโครงสร้างของการพอลิเมอไรซ์อะคริลิกมอนอเมอร์ คือ พีกที่บริเวณ 1715 cm^{-1} ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของหมู่คาร์บอนิล (C=O) พีกที่บริเวณ 2973 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีก C-H ของสายโซ่อะลิฟาติก ส่วนพีกของ C-O stretching และ C-N stretching จะขึ้นพีกที่บริเวณเดียวกันคือ พีกที่ 1183 cm^{-1}

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างสารเคลือบผิวที่เตรียมทั้งหมด โดยเทคนิค FT-IR สเปกโทรสโกปี นี้จะให้สเปกตรัมที่เหมือนกันดังรูปที่ 4.14



รูปที่ 4.14 โครงสร้างของสารเคลือบผิวทั้งหมดที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR สเปกโทรสโกปี

(a) สารเคลือบผิวที่สังเคราะห์จากสูตร C1 โดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

(b) สารเคลือบผิวที่สังเคราะห์จากสูตร C1 โดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

(c) สารเคลือบผิวที่สังเคราะห์จากสูตร C2 โดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

(d) สารเคลือบผิวที่สังเคราะห์จากสูตร C2 โดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

(e) สารเคลือบผิวที่สังเคราะห์จากสูตร C3 โดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

(f) สารเคลือบผิวที่สังเคราะห์จากสูตร C3 โดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

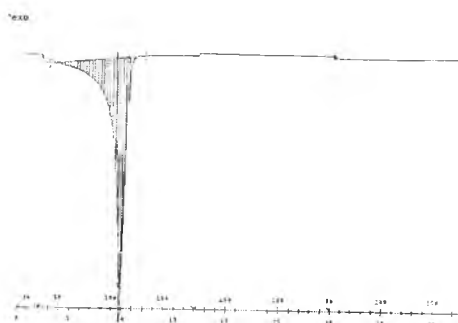
4.3.3 การศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

การศึกษาสมบัติทางความร้อนของสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนด้วยเทคนิค DSC ได้ผลแสดงดังตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.8 สมบัติทางความร้อนของฟิล์มสารเคลือบผิวด้วยเทคนิค DSC

สูตร	ปริมาณ OMPU	ชนิดของอิมัลซิไฟเออร์	Peak Temperature (°C)
C1	30	มีน้ำมันละหุ่งเป็นส่วนประกอบ	101.78
		ไม่มีน้ำมันละหุ่งเป็นส่วนประกอบ	102.76
C2	60	มีน้ำมันละหุ่งเป็นส่วนประกอบ	101.52
		ไม่มีน้ำมันละหุ่งเป็นส่วนประกอบ	102.04
C3	100	มีน้ำมันละหุ่งเป็นส่วนประกอบ	103.56
		ไม่มีน้ำมันละหุ่งเป็นส่วนประกอบ	100.44

จากผลการทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ของสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนที่สังเคราะห์ได้ทุกสูตร พบว่าไม่ปรากฏลักษณะเฉพาะทางความร้อนที่แสดงอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (glass transition temperature ; T_g) และอุณหภูมิการหลอมเหลว (melting temperature; T_m) แสดงให้เห็นถึงการเชื่อมโยงที่เกิดขึ้นระหว่างการแห้งของฟิล์มยูรีเทน นอกจากนี้ยังพบพีกแสดงปฏิกิริยาดูดความร้อน (endothermic peak) ที่อุณหภูมิประมาณ 100 °C ดังตารางที่ 4.10 ซึ่งคาดว่าเป็นการระเหยของน้ำซึ่งเป็นตัวทำละลายในสูตรสารเคลือบผิวที่สังเคราะห์นี้ เนื่องจากเมื่อให้ความร้อนกับฟิล์มอีกครั้งจากอุณหภูมิ 50-250 °C ไม่พบพีกใดๆ อีกแสดงว่าฟิล์มพอลิยูรีเทนที่สังเคราะห์ได้นี้เกิดบ่มโดยการระเหยของน้ำ ดังรูปที่ 4.15 (และในภาคผนวก)

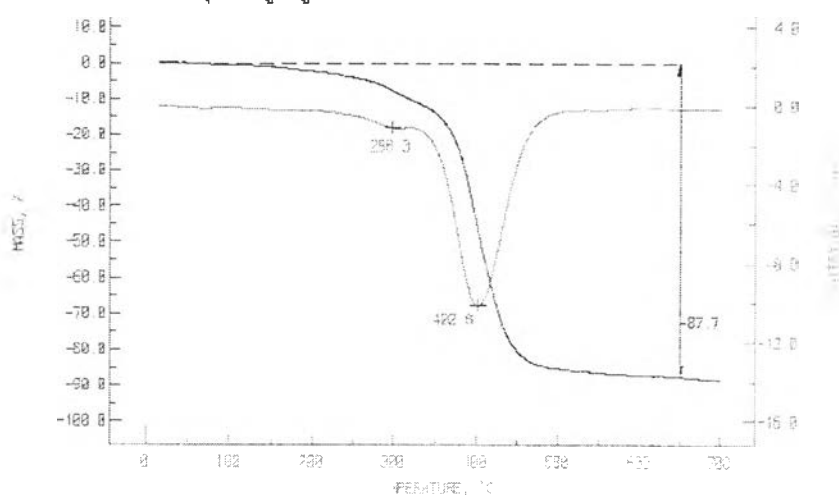


รูปที่ 4.15 สมบัติทางความร้อนที่วัดด้วยเทคนิค DSC ของสารเคลือบผิวสูตร C1 ชนิดไม่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

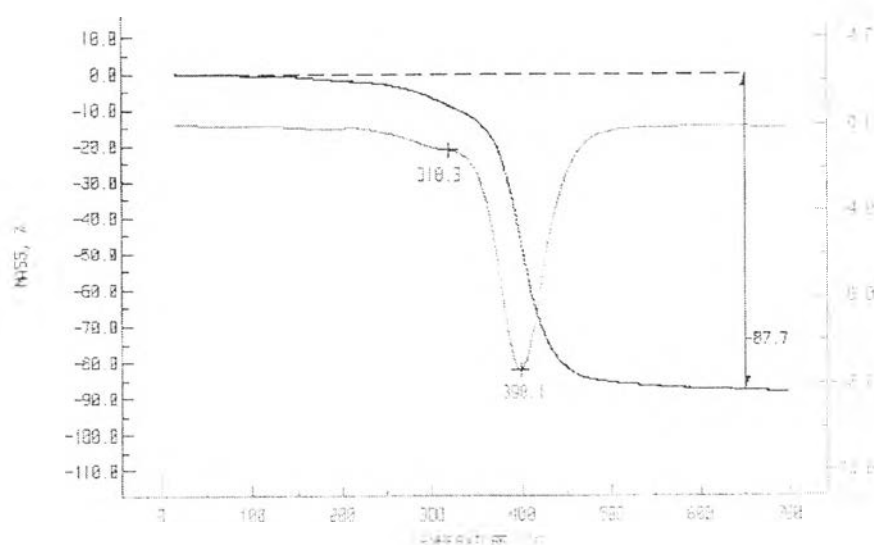
4.3.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

จากการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของสารลดแรงตึงผิวด้วยเทคนิค TGA ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจนได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.16(a) และ 4.16(b)

เทอร์โมแกรมที่ได้จากเครื่อง TGA แสดงพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนที่สังเคราะห์ได้ พบว่าสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนที่สังเคราะห์ได้นี้มีความทนทานต่อความร้อนประมาณ 200 องศาเซลเซียสโดยไม่เกิดการสลายตัวก่อน ทำให้สามารถนำสารลดแรงตึงผิวนี้ออกไปใช้งานที่อุณหภูมิสูงได้



(a)



(b)

รูปที่ 4.16 TGA เทอร์โมแกรมของสารเคลือบผิวที่ใช้ตัวอิมัลซิฟายเออร์ชนิดสารลดแรงตึงผิว (a)

ไม่มีน้ำมันมีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ (b) มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ

4.3.5 การทดสอบสมบัติของฟิล์มพอลิยูรีเทน

4.3.5.1 การหาปริมาณร้อยละของสารที่ระเหยไม่ได้

ปริมาณสารที่ระเหยไม่ได้ แสดงดังตารางที่ 4.11 ซึ่งในการสังเคราะห์สารเคลือบผิวนี้ ปริมาณร้อยละของสารที่ระเหยได้ก็คือ น้ำ ซึ่งเป็นตัวทำละลายในระบบการสังเคราะห์สารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนสูตรน้ำ

ตารางที่ 4.9 การหาปริมาณร้อยละของสารที่ระเหยไม่ได้ของสารเคลือบผิว

สูตร	ชนิดของอิมัลซิไฟเออร์	ร้อยละของสารที่ระเหยได้	ร้อยละของสารที่ระเหยไม่ได้
1	มีน้ำมันละหุ่งเป็นส่วนประกอบ	77.4585	22.5415
	ไม่มีน้ำมันละหุ่งเป็นส่วนประกอบ	76.5224	23.4776
2	มีน้ำมันละหุ่งเป็นส่วนประกอบ	75.7772	24.2228
	ไม่มีน้ำมันละหุ่งเป็นส่วนประกอบ	76.1046	23.8954
3	มีน้ำมันละหุ่งเป็นส่วนประกอบ	79.3350	20.6650
	ไม่มีน้ำมันละหุ่งเป็นส่วนประกอบ	79.0467	20.9533

4.3.5.2 การทดสอบสมบัติของฟิล์มพอลิยูรีเทน

เมื่อนำสารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนมาทำการปาดลงบนแผ่นทดสอบตามที่มาตรฐานกำหนด ด้วยแอปพลิเคเตอร์ (applicator) ซึ่งในการทดลองนี้ได้กำหนดความหนาของฟิล์มเปียกเท่ากับ 90 ไมโครเมตรนั้น พบว่าสารเคลือบผิวที่สามารถปาดบนแผ่นเหล็กเคลือบดีบุกได้คือ สารเคลือบผิวสูตรที่มีการใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดมีน้ำมันเป็นองค์ประกอบ จึงได้ทำการทดสอบสมบัติของฟิล์มพอลิยูรีเทนเฉพาะสูตรที่ใช้ตัวอิมัลซิไฟเออร์ชนิดสารลดแรงตึงผิวที่มีน้ำมันเป็นส่วนประกอบ ดังนี้

1. ระยะเวลาการแห้งตัว
2. ความแข็ง
3. ความอ่อนตัว
4. การทดสอบการกระทบ
5. ความทนน้ำ ทนกรดและด่าง

(1) ระยะเวลาการแห้งตัว

สารเคลือบผิวทุกสูตรที่สังเคราะห์ได้จะมีระยะเวลาการแห้งตัวประมาณ 3 วัน โดยอาศัยการระเหยของตัวทำละลาย คือ น้ำ

สมบัติของสารเคลือบผิวที่ทดสอบได้แสดงดังตารางที่ 4.10 และตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.10 ผลการทดสอบสมบัติการทนขีด ความอ่อนตัวของฟิล์ม ความติดแน่น และความทนต่อการกระทบ
ทนแรงกระทบของฟิล์มสารเคลือบผิว

สูตร	การทนขีดขีด (กรัม)	ความอ่อนตัวของฟิล์ม (มิลลิเมตร)	ความติดแน่น	ความทนต่อการกระทบ (นิวตัน)
C1	100	3	5B	25
C2	100	3	5B	40
C3	100	3	4B	40
ทางการค้า*	200	3	5B	40

ทางการค้า* คือ พอลิยูรีเทนที่มีการดัดแปรด้วยน้ำมันลินสีด (OMPU)

(2) ผลการทดสอบความแข็ง

ผลการทดสอบความแข็งโดยวิธีการขีดขีด (scratch test) พบว่าฟิล์มพอลิยูรีเทนทุกสูตรมีความแข็งเท่ากัน และมีความแข็งน้อยกว่าพอลิยูรีเทนทางการค้า (OMPU) ดังตารางที่ 4.10 เนื่องจากในการสังเคราะห์สารเคลือบผิวพอลิยูรีเทนมีการเติมอะคริลิกมอนอเมอร์เป็นสารตั้งต้นด้วย เมื่อทำการพอลิเมอไรซ์แล้วจะได้เป็นพอลิเมอร์ชนิดอะครีเลต ซึ่งสายโซ่โมเลกุลจะมีความยืดหยุ่นสูง จึงทำให้สารเคลือบผิวที่สังเคราะห์ได้มีความแข็งต่ำกว่าพอลิยูรีเทนทางการค้า

(3) ความอ่อนตัวของฟิล์ม

สำหรับความอ่อนตัวของฟิล์มพอลิยูรีเทนที่วัดจากการนำเอาแผ่นทดสอบไปดัดโค้งรอบแกนรูปกรวย พบว่าฟิล์มพอลิยูรีเทนทุกสูตรมีความอ่อนตัวสูง ดังตารางที่ 4.10 เนื่องจากในโครงสร้างของพอลิยูรีเทนนี้มีส่วนที่เป็นสายโซ่ที่มีความยืดหยุ่นคือส่วนของพอลิโออลและในสารเคลือบ

ผิวที่สังเคราะห์ได้ยังมีการเติมอะคริลิกมอนอเมอร์ ซึ่งจะไปเพิ่มความยืดหยุ่นให้ฟิล์มของสารเคลือบด้วย

(4) ความตืดแน่น

จากผลการทดสอบความตืดแน่นของฟิล์มพอลิยูรีเทน พบว่าฟิล์มพอลิยูรีเทนมีความตืดแน่นกับวัสดุได้ดี ดังตารางที่ 4.10 ส่วนในสูตรที่ C3 นี้ ที่ค่าความตืดแน่นต่ำกว่าสูตรอื่น อาจเนื่องมาจากขนาดอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีขนาดใหญ่กว่าสูตรอื่น ๆ ทำให้มีพื้นที่ผิวในการสัมผัสกับผิววัสดุน้อย ความสามารถในการยึดติดจึงน้อยกว่าสูตรอื่นเล็กน้อย

(5) ความหนา ทนกรดและด่าง

เมื่อนำฟิล์มพอลิยูรีเทนไปทดสอบความหนา ทนกรด และด่าง โดยวิธีจุ่มน้ำ หรือกรด หรือด่างภายในเวลาที่กำหนด แล้วตรวจสอบสภาพฟิล์มเพื่อดูข้อบกพร่องที่เกิดขึ้น ได้ผลแสดงดังตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.11 ผลการทดสอบความหนา ทนกรด และด่างของฟิล์มสารเคลือบผิว

สูตร	ความหนา	ความทนกรด (ชั่วโมง)	ความทนด่าง
C1	ดีเยี่ยม	1	ดีเยี่ยม
C2	ดีเยี่ยม	1	ดีเยี่ยม
C3	ดีเยี่ยม	1	ดีเยี่ยม
ทางการค้า	ดีเยี่ยม	24	30 นาที

เมื่อพิจารณาผลจากตารางที่ 4.11 พบว่าฟิล์มพอลิยูรีเทนทุกสูตรไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่อนำไปทดสอบความหนา แสดงว่าฟิล์มพอลิยูรีเทนเกิดการบ่มเต็มที่แล้วโดยการระเหยของตัวทำละลาย คือน้ำ

เมื่อมีการเติมอะคริลิกมอนอเมอร์ลงจะทำให้สารเคลือบผิวที่ได้มีความทนด่างเพิ่มขึ้นกว่าพอลิยูรีเทนทางการค้า แต่จะทำให้มีความทนกรดต่ำกว่าทางการค้า