

บทที่ 3 วิธีการทดลอง

3.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

- 3.1.1 เศษโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งที่เหลือจากการทำกระดิกน้ำจากบริษัทเรืองวา แสตนด์การ์ด อินดัสตรี จำกัด
- 3.1.2 4,4'-เมทิลีนไดอะนิลีน (4,4'-methylene dianiline , MDA) ชนิด practical grade จากบริษัท ฟลูกา จำกัด
- 3.1.3 ไดเอทิลีนไตรเอมีน (diethylene triamine, DETA) จากบริษัท ยูเนี่ยนคาร์ไบด์ ไทยแลนด์ จำกัด
- 3.1.4 ไดเอทานอลามีน (diethanolamine, DEA) จากบริษัท วิสตา จำกัด
- 3.1.5 อีพอกซีเรซินชนิดบิสฟีนอลเอ (อีพอกซีเรซินชนิดบิสฟีนอลเอ , Epiclon 850) จากบริษัท สยามเคมีคอล อินดัสตรี จำกัด
- 3.1.6 พอลิเอมีน (polyamine, LUCKAMIDE) จากบริษัท สยามเคมีคอล อินดัสตรี จำกัด

3.2 วิธีทดลอง

การทดลองแบ่งเป็น 3 ส่วน คือ

- การเตรียมสารบ่มอีพอกซีจากการย่อยสลายเศษโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งด้วยปฏิกิริยาไกลโคไลซิส
- การเตรียมสารบ่มอีพอกซีจากการย่อยสลายจากเศษโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งด้วยปฏิกิริยาอะมิโนไลซิส
- เตรียมชิ้นงานอีพอกซีเรซิน

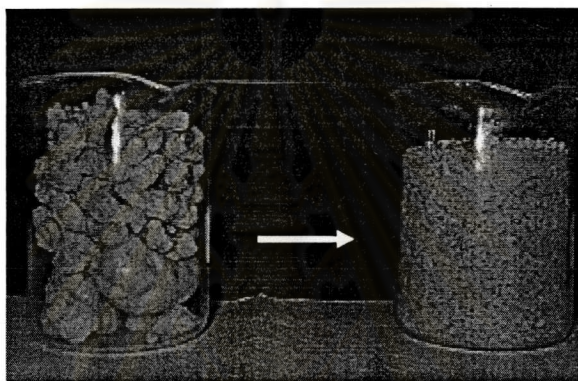
3.3 การเตรียมสารบ่มอีพอกซีจากการย่อยสลายเศษโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งด้วยปฏิกิริยาไกลโคไลซิส

วิธีเตรียมสารบ่มอีพอกซีจากการย่อยสลายเศษโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งด้วยปฏิกิริยาไกลโคไลซิส มีดังนี้

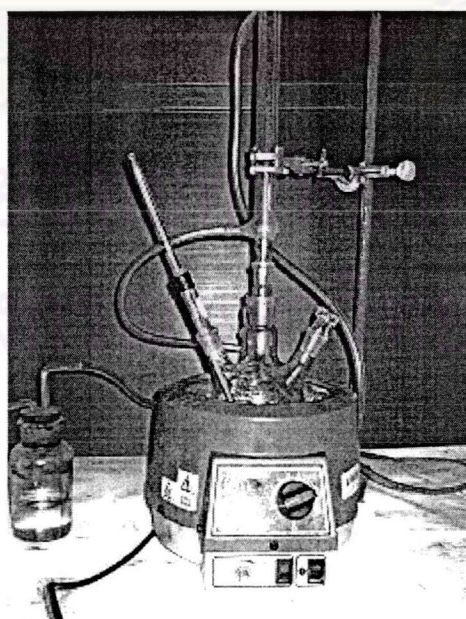
3.3.1 นำเศษโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งที่เหลือจากการทำกระดิกน้ำมาบดด้วยเครื่องบดหยาบให้มีขนาดเล็กกลง เพื่อให้ย่อยสลายได้ง่ายขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 3.1

3.3.2 นำ DEA ใส่ในขวดแก้ว 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร ที่ต่อกับเครื่องควบแน่น เทอร์โมมิเตอร์ และท่อนำเข้าไนโตรเจน ดังแสดงในรูปที่ 3.2 แล้วให้ความร้อนจนอุณหภูมิคงที่ ณ 190°C พร้อมทั้งกวนตลอดเวลาด้วยแท่งกวนแม่เหล็ก

3.3.3 เมื่ออุณหภูมิคงที่แล้วจึงใส่เศษโฟมที่ถูกบดจนละเอียดลงไปเป็นอัตราส่วนกับ DEA โดยน้ำหนักดังแสดงในตารางที่ 3.1 โดยค่อยๆ เติมเศษโฟมลงไป กวนด้วยเมกเนติกบาร์อย่างต่อเนื่องและรอจนกระทั่งเศษโฟมละลายจนเป็นเนื้อเดียวกัน จะได้ผลิตภัณฑ์จากการย่อยสลาย



รูปที่ 3.1 เศษโฟมพอลิยูรีเทนที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.2 อุปกรณ์การย่อยสลายโฟมพอลิยูรีเทน

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างโพลีเอทิลีนและ DEA

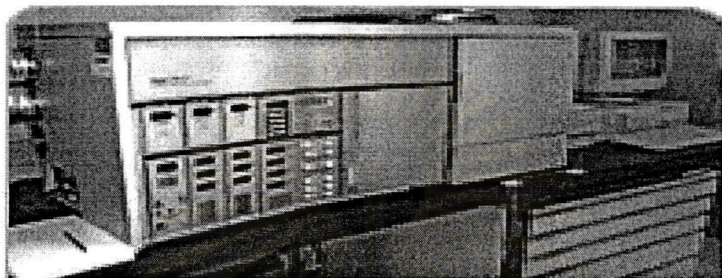
| ชื่อ | โพลีเอทิลีน | DEA |
|------|-------------|-----|
| FD31 | 3 | 1 |
| FD21 | 2 | 1 |
| FD11 | 1 | 1 |
| FD12 | 1 | 2 |
| FD13 | 1 | 3 |
| FD15 | 1 | 5 |

3.3.4 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3.3.3 ไปวิเคราะห์หาปริมาณ MDA ที่เกิดขึ้นด้วยเครื่อง HPLC ดังแสดงในรูปที่ 3.3 ซึ่งใช้คอลัมน์แบบ Lichrospher 100 RP18 ขนาด 125 × 4 มิลลิเมตร โดยใช้ 35/65 acetonitrile/น้ำ ที่มีแอมโมเนียมอะซิเตต 0.1 โมล/ลิตร ผสมอยู่เป็น mobile phase ใช้ UV-detector ที่ความยาวคลื่นเท่ากับ 250 นาโนเมตร และฉีดด้วยอัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตร/นาที แล้วนำค่าพื้นที่ใต้พีคที่ได้จากเครื่อง HPLC มาคำนวณหาปริมาณ MDA ที่มีอยู่ โดยนำไปเปรียบเทียบกับพื้นที่ใต้พีคที่ได้จาก calibration curve ของ MDA ชนิด practical grade ที่แตกต่างกัน 5 ความเข้มข้น (1.49×10^{-3} , 7.5×10^{-4} , 1.49×10^{-4} , 7.5×10^{-5} และ 1.49×10^{-6} %โดยน้ำหนักต่อปริมาตร)



รูปที่ 3.3 เครื่อง HPLC

3.3.5 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3.3.3 ไปหาน้ำหนักโมเลกุลด้วยเครื่อง GPC ดังแสดงในรูปที่ 3.4 โดยละลายในเตตระไฮโดรฟิวเรน แล้วกรองผ่านเยื่อ Teflon® จากนั้นจึงฉีดเข้าไปในเครื่อง GPC รุ่น Waters 150-CV แล้วคำนวณหาน้ำหนักโมเลกุลโดยใช้พอลิสไตรีนมาตรฐานซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง 100-4000 กรัมต่อโมล



รูปที่ 3.4 เครื่อง GPC

3.3.6 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3.3.3 ไปวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง FT-IR สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ รุ่น Nicolet Impact 400D ดังแสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 เครื่อง FT-IR สเปกโทรโฟโตมิเตอร์

3.3.7 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3.3.3 ไปตรวจหาการจัดเรียงอะตอมของไฮโดรเจนและคาร์บอนด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$ โดยใช้เครื่อง NMR ที่มีความถี่ 500

เมกกะเฮิร်ซ ดังแสดงในรูปที่ 3.6 ซึ่งทำงานแบบ single pulse และโดยใช้ตัวทำละลาย (d₆-chloroform) เป็นตัวทำละลาย



รูปที่ 3.6 เครื่อง NMR

3.3.8 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3.3.3 ไปวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC รุ่น 822e –Mettler toledo โดยใช้อุณหภูมิตั้งแต่ 25-220 °C , อัตราการให้ความร้อน 10°C /นาทึ่ ดังแสดงในรูปที่ 3.7 ตาม ASTM D2471-99



รูปที่ 3.7 เครื่อง DSC

3.4 การเตรียมสารบ่มอิมพอกซีจากการย่อยสลายจากเศษไฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งด้วยปฏิกิริยาอะมิโนลิซิส

วิธีเตรียมสารบ่มอิมพอกซีจากการย่อยสลายจากเศษไฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งด้วยปฏิกิริยาอะมิโนลิซิส มีดังนี้

3.4.1 นำเศษไฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งที่เหลือจากการทำกระดิกน้ำมาบดด้วยเครื่องบดหยาบให้มีขนาดเล็กลง

3.4.2 นำ DETA ใส่ในขวดแก้ว 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร ที่ต่อกับเครื่องควบแน่นเทอร์โมมิเตอร์ และท่อनाแก๊สไนโตรเจน แล้วให้ความร้อนจนอุณหภูมิคงที่ ณ 180°C พร้อมทั้งกวนตลอดเวลาด้วยแท่งกวนแม่เหล็ก

3.4.3 เมื่ออุณหภูมิคงที่แล้วจึงใส่เศษโฟมลงไปเป็นอัตราส่วนกับ DETA ดังแสดงในตารางที่ 3.2 โดยค่อยๆ เติมเศษโฟมลงไปและรอจนกระทั่งเศษโฟมละลายเป็นเนื้อเดียวกันจะได้ผลิตภัณฑ์จากการย่อยสลาย

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนระหว่างโฟมพอลิยูรีเทนและ DETA

| ชื่อ | โฟม | DETA |
|------|-----|------|
| FT31 | 3 | 1 |
| FT21 | 2 | 1 |
| FT11 | 1 | 1 |
| FT12 | 1 | 2 |
| FT13 | 1 | 3 |
| FT15 | 1 | 5 |

3.4.4 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3.4.3 ไปวิเคราะห์หาปริมาณ MDA ที่เกิดขึ้นด้วยเครื่อง HPLC ด้วยวิธีเดียวกับข้อ 3.3.4

3.4.5 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3.3.3 ไปหาน้ำหนักโมเลกุลด้วยเครื่อง GPC ดังแสดงในรูปที่ 3.4 โดยละลายในเตตระไฮโดรฟิวเรน แล้วกรองผ่านเยื่อ Teflon[®] จากนั้นจึงฉีดเข้าไปในเครื่อง GPC รุ่น Waters 150-CV แล้วคำนวณหาน้ำหนักโมเลกุลโดยใช้พอลิสไตรีนมาตรฐานซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง 100-4000 กรัมต่อโมล

3.4.6 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3.4.3 ไปวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันก็ด้วยเครื่อง FTIR

3.4.7 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3.3.3 ไปตรวจหาการจัดเรียงอะตอมของไฮโดรเจนและคาร์บอนด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$ โดยใช้เครื่อง NMR ที่มีความถี่ 500 เมกกะเฮิรตซ์ ดังแสดงในรูปที่ 3.6 ซึ่งทำงานแบบ single pulse และโดยใช้ตัวทำละลายคลอโรฟอร์ม (d_6 -chloroform) เป็นตัวทำละลาย

3.4.8 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3.3.3 ไปวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC รุ่น 822e –Mettler toledo โดยใช้อุณหภูมิตั้งแต่ $25-220^{\circ}\text{C}$,Heating rate 10°C /นาที ดังแสดงในรูปที่ 3.7 ตาม ASTM D2471-99

3.5 การเตรียมชิ้นงานอีพอกซีเรซิน

3.5.1 นำอีพอกซีเรซินชนิดบิสฟีนอลเอผสมกับสารบ่มที่ได้จากการย่อยสลายเศษโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งด้วยปฏิกิริยาไกลโคไลซิส และปฏิกิริยาอะมิโนลิซิสในขวดก้นกลมที่อัตราส่วนต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.3

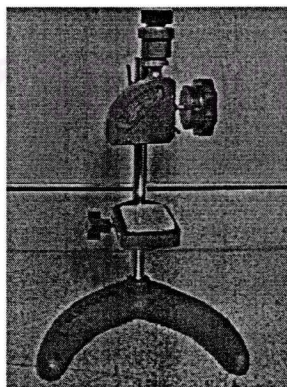
ตารางที่ 3.3 อัตราส่วนโดยน้ำหนักของสารบ่มต่ออีพอกซีเรซิน

| สาร บ่ม | อีพอกซีเรซิน |
|---------|--------------|
| 1 | 1 |
| 1 | 4 |
| 1 | 6 |
| 1 | 10 |

3.5.2 หาอุณหภูมิการบ่มการคายความร้อนที่สูงที่สุดโดยเทคนิค DSC

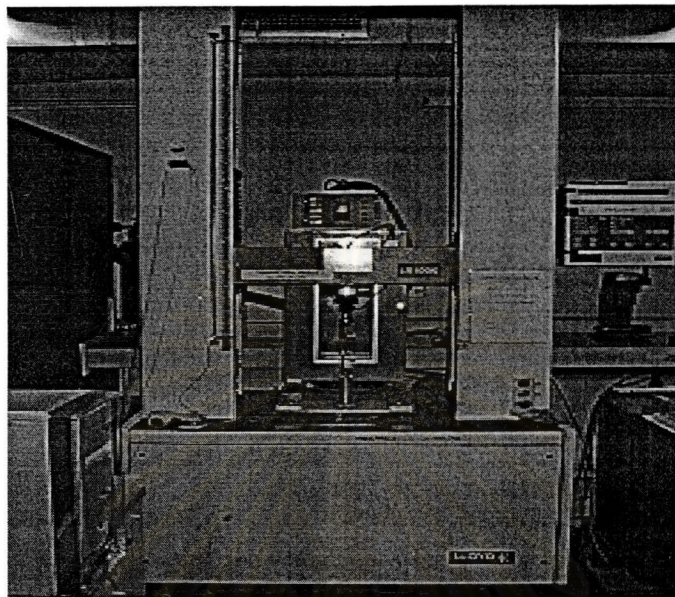
3.5.3 นำของผสมไปใส่ฟองอากาศในตู้อบสุญญากาศ จากนั้น เทใส่แม่แบบแล้วอบขึ้นรูปเป็นชิ้นงานที่อุณหภูมิ 100 °C และ 150°C สำหรับชิ้นงานที่เตรียมจากสารบ่มที่ได้จากปฏิกิริยาไกลโคไลซิส และที่อุณหภูมิ 100°C สำหรับชิ้นงานที่เตรียมจากสารบ่มที่ได้จากปฏิกิริยาอะมิโนลิซิสเป็นเวลา 120 นาที

3.5.4 ทดสอบหาค่าความแข็งของชิ้นงานที่มีความหนาไม่น้อยกว่า 6 มิลลิเมตร และมีพื้นที่มากกว่า 12 ตารางมิลลิเมตร ด้วยเครื่องทดสอบหาค่าความแข็งเครื่อง Hardness durometer Shore D ดังแสดงในรูปที่ 3.8 ตาม ASTM D2240-86



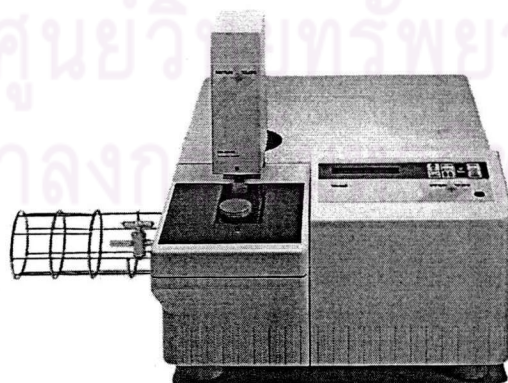
รูปที่ 3.8 เครื่องวัดความแข็ง

3.5.5 ทดสอบสมบัติด้านการดึงโดยเครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 100K ดังแสดงในรูปที่ 3.9 ตาม ASTM D638-02a



รูปที่ 3.9 เครื่องทดสอบความทนแรงดึง

3.5.6 ทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง TGA รุ่น TGA/SDTA 851e Mettler toledo ดังแสดงในรูปที่ 3.10 โดยใช้อัตราการให้ความร้อนที่ $20^{\circ}\text{C}/$ นาที ตั้งแต่อุณหภูมิ $100-800^{\circ}\text{C}$ และเทคนิค DSC เพื่อหาอุณหภูมิ กลาสทรานซิชัน โดยใช้ อัตราการให้ความร้อนที่ $10^{\circ}\text{C}/$ นาที ตั้งแต่ $25-220^{\circ}\text{C}$ ตาม ASTM D2471-99



รูปที่ 3.10 เครื่อง TGA