



โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตโดยใช้สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
Synthesis of polyisocyanurate foams catalyzed by copper-ethanolamine complex

ชื่อนิสิต นางสาวประภัสสรณ หมั่นมานะ

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2560

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตโดยใช้สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-
เอทานอลามีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

Synthesis of polyisocyanurate foams catalyzed by copper-
ethanolamine complex

โดย
นางสาวประภัสสรพรรณ หมั่นมานะ

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2560

โครงการ การสังเคราะห์โพลีเอโซไซยานูเรตโดยใช้สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีนเป็น
ตัวเร่งปฏิกิริยา

โดย นางสาวประภัสสรพรรณ หมั่นมานะ

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

..... ประธานกรรมการ
(ศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย ต้นทุลานี)
..... อาจารย์ที่ปรึกษา
(รองศาสตราจารย์ ดร.นवलพรรณ จันทร์ศิริ)
..... กรรมการ
(อาจารย์ ดร.นวพร วินยเวคิน)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

..... หัวหน้าภาควิชาเคมี
(รองศาสตราจารย์ ดร.วุฒิชัย พาราสุข)

วันที่ เดือน พฤษภาคม พ.ศ. 2561

คุณภาพของการเขียนรายงานเล่มนี้อยู่ในระดับ ดีมาก ดี พอใช้

Project Title Synthesis of polyisocyanurate foams catalyzed by copper-ethanolamine complex

Student Name Miss Prapassawan Manmana Student ID 57331276 23

Advisor Name Associate Professor Dr.Nuanphun Chantarasiri

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2017

Abstract

This research studied the synthesis of copper-ethanolamine complex in the ethylene glycol for using as catalyst in the preparation of polyisocyanurate foams. The catalyst was a mixture of copper-ethanolamine complex : potassium octoate at the mole ratio of 0.5 : 3 and 0.5 : 5 and polyisocyanurate foam was prepared at the isocyanate index = 160, 200 and 250. The experimental results showed that copper-ethanolamine complex : potassium octoate at the mole ratio 0.5 : 3 was the most suitable catalyst for synthesis of polyisocyanurate at the isocyanate index of 200 and 250. The factors investigated in the synthesis of polyisocyanurate foams were polymerization time, foam density, rise profile and foam physical properties.

Keywords: polyisocyanurate foam, copper-ethanolamine complex, catalyst

กิตติกรรมประกาศ

การวิจัย และรายงานฉบับนี้สำเร็จไม่ได้หากไม่ได้รับความกรุณาอย่างสูงจากรองศาสตราจารย์ ดร. นवलพรรณ จันทศิริ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการที่กรุณาให้ความรู้ คำแนะนำ อีกทั้งสละเวลาในการให้ความช่วยเหลือในด้านต่างๆ มาอย่างดีโดยตลอด ขอขอบคุณศาสตราจารย์ ดร. ธวัชชัย ต้นทุลธานี และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นวพร วินยเวคิน ที่ยินดีสละเวลาในการตรวจทานแก้ไข และให้เกียรติเป็นกรรมการในการสอบ senior project ครั้งนี้

ขอขอบคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดวงฤทัย ศรีแดง ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยรังสิต และนิสิตปริญญาเอกปริญญาโทในกลุ่มวิจัย Supramolecular Chemistry ที่ให้คำแนะนำ คำปรึกษาให้ความรู้เกี่ยวกับเทคนิคการใช้เครื่องมือต่างๆ และให้ความช่วยเหลือตลอดการทำงานวิจัย

ขอขอบคุณภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และโครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ทุนสนับสนุนในการดำเนินการวิจัยครั้งนี้

ขอขอบคุณบริษัท iRPC Public Company Limited ที่ให้ความอนุเคราะห์สารเคมี (Polimaxx[®] 4221, Raycore[®] B9001, Tegostab[®] B8460, DMCHA และ Dabco[®] K-15) ที่ใช้ในการสังเคราะห์โพลีเมอร์และโพลีเอไมด์ไฮยานูเรต

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณกำลังใจ และความช่วยเหลือจากครอบครัว รวมทั้งเพื่อน และพี่ในภาควิชาเคมี ผู้วิจัยขอระลึกในความกรุณาของทุกท่านที่ได้กล่าวมาข้างต้น และบุคคลที่ไม่ได้เอ่ยนามไว้ ณ ที่นี้ด้วย



สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญแผนภาพประกอบ	ช
สารบัญตารางประกอบ	ฌ
สารบัญรูปประกอบ	ฎ
สัญลักษณ์และคำย่อ	ฐ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ	1
1.2 ขอบเขตงานวิจัย	5
1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
1.4 วัตถุประสงค์	7
1.5 ประโยชน์ที่ได้รับ	7
บทที่ 2 การทดลอง	8
2.1 เครื่องมือ	8
2.2 สารเคมี	8
2.3 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน	8
2.4 การสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง	9
2.5 การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่างสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน และโพแทสเซียมออกโทเอต	12
2.6 การศึกษา isocyanate conversion ของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยเทคนิค FT-IR Spectroscopy	19
บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	20
3.1 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน	20
3.2 การสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA	21
3.3 การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง Cu(OAc) ₂ (EA) ₂ : K-15	23
3.4 ความเร็วในการฟู (rise profile) ของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรต	31
3.5 การศึกษา Isocyanate conversion	32

สารบัญ (ต่อ)

บทที่ 4 สรุปลงการทดลองและข้อเสนอแนะ	37
4.1 สรุปลงการทดลอง	37
4.2 ข้อเสนอแนะ	39
เอกสารอ้างอิง	40
ภาคผนวก	41
ประวัติผู้วิจัย	52



สารบัญแผนภาพประกอบ

แผนภาพที่	หน้า
1.1 Gelling reaction	1
1.2 Blowing reaction	1
1.3 Trimerization reaction	2
1.4 กลไกการเร่งปฏิกิริยา gelling reaction และ blowing reaction ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทแอมีน	3
1.5 กลไกการเร่งปฏิกิริยา gelling reaction และ blowing reaction ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทเกลือของโลหะ	4
1.6 กลไกการเกิด trimerization reaction ของไอโซไซยานูเรต (A-B คือ polyisocyanurate catalyst เช่น โฟแทสเซียมออกโทเอต	5
1.7 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนโลหะ-เอทานอลามีน	5
2.1 ขั้นตอนการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทน	10



สารบัญตารางประกอบ

ตารางที่	หน้า
2.1 สูตรในการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิงที่ NCO index = 100	9
2.2 สูตรในการเตรียมโฟม (foam formulation) พอลิไอโซไซยานูเรตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3	13
2.3 สูตรในการเตรียมโฟม (foam formulation) พอลิไอโซไซยานูเรตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5	16
2.4 ค่า wavenumber ของ polymeric diphenylmethane diisocyanate (PMDI), polyurethane (PUR) และ polyisocyanurate (PIR)	19
3.1 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนที่ NCO index = 100 โดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw	22
3.2 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่ isocyanate index = 160	24
3.3 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่ NCO index = 200	26
3.4 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่ NCO index = 250	28
3.5 %NCO conversion ของพื้นที่ใต้พีคของโฟมพอลิยูรีเทนที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA ที่ NCO index = 100 และโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 ที่ NCO index = 160, 200 และ 250	33
ก.1 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนที่ NCO index = 100 โดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw	42
ก.2 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 = 0.5 : 3 ที่ NCO index 160	44
ก.3 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 = 0.5 : 3 ที่ NCO index 200	45
ก.4 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 = 0.5 : 3 ที่ NCO index 250	46
ก.5 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 = 0.5 : 5 ที่ NCO index 160	47

สารบัญตารางประกอบ (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
ก.6 ผลการทดลองการสังเคราะห์โพลีเอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 = 0.5 : 5 ที่ NCO index 200	49
ก.7 ผลการทดลองการสังเคราะห์โพลีเอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 = 0.5 : 5 ที่ NCO index 250	50
ก.8 rise profile ของโพลีเอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 160, 200 และ 250	51



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1 โครงสร้างตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างๆ	2
2.1 สูตรโครงสร้างของ polymeric diphenylmethane diisocyanate (PMDI)	10
2.2 สูตรโครงสร้างของ polyether polyol	10
2.3 สูตรโครงสร้างของ silicone surfactant	11
3.1 สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน 43 %w/w ในเอทิลีนไกลคอล	20
3.2 UV-visible spectra ของ $\text{Cu}(\text{OAc})_2$ และ $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$ ในเอทิลีนไกลคอล	21
3.3 โฟมพอลิยูรีเทนที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้ว กระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง	23
3.4 โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วน โมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 160 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูก ตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง	25
3.5 โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วน โมล 0.5 : 5 ที่ NCO index = 160 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูก ตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง	25
3.6 โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วน โมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 200 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูก ตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง	27
3.7 โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วน โมล 0.5 : 5 ที่ NCO index = 200 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูก ตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง	27
3.8 โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วน โมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 250 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูก ตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง	29
3.9 โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วน โมล 0.5 : 5 ที่ NCO index = 250 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูก ตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง	30
3.10 rise profile ของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 160, 200 และ 250	31

สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.11 IR spectrum ของโพลีเมอร์ที่สังเคราะห์ขึ้น DMCHA ที่ (a) NCO index = 100 และโพลีเอไมด์ที่สังเคราะห์ขึ้น DMCHA ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ที่ (b) NCO index = 160 (c) NCO index = 200 (d) NCO index = 250	34
3.12 IR spectrum ของโพลีเมอร์ที่สังเคราะห์ขึ้น DMCHA ที่ (a) NCO index = 100 และโพลีเอไมด์ที่สังเคราะห์ขึ้น DMCHA ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 ที่ (b) NCO index = 160 (c) NCO index = 200 (d) NCO index = 250	35



สัญลักษณ์และคำย่อ

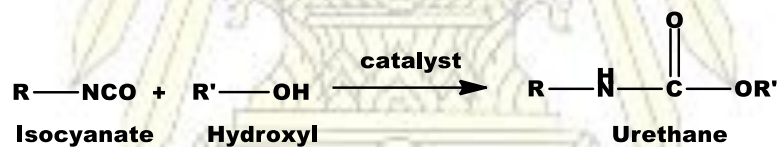
% w/w	percentage weight by weight
ϵ	molar absorptivity
λ_{\max}	maximum absorption peak
ASTM	American Society for Testing and Material
cm	centimeter
cm^{-1}	unit of wavenumber
$\text{Cu}(\text{OAc})_2$	copper acetate
$\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$	copper ethanolamine complex
Dabco [®] K-15	potassium octoate
DMCHA	<i>N,N</i> -dimethylcyclohexylamine
EA	ethanolamine
EG	ethylene glycol
FTIR	Fourier transform infrared spectrophotometer
g	gram
m^3	cubic meter
min	minute
mL	milliliter
mmol	millimole
NCO	isocyanate group
OAc	acetate
pbw	parts by weight
PIR	polyisocyanurate
PMDI, Raycore [®] B9001	polymeric diphenylmethane diisocyanate
Polimaxx [®] 4221	polyether polyol
PUR	polyurethane
rpm	round per minute
sec	second
Tegostab [®] B8460	silicone surfactant; polysiloxane
UV-visible	ultraviolet visible

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ

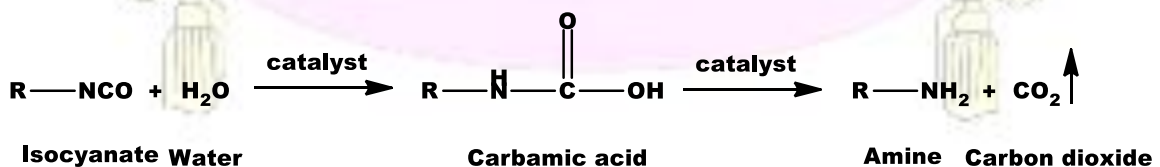
โฟมพอลิไอโซไซยานูเรต (polyisocyanurate foam)¹⁻² มีการนำมาใช้งานอย่างกว้างขวางในการทำเป็นฉนวนของอุตสาหกรรมการก่อสร้าง อาคารบ้านเรือน รวมไปถึงในยานพาหนะขนส่ง และยังใช้เป็น ส่วนประกอบต่างๆ ตัวอย่างเช่น ตู้เย็น เครื่องทำความเย็น วัสดุบุผนัง และทำเป็นวัสดุกันกระแทก เป็นต้น เนื่องจากโฟมไอโซไซยานูเรตมีสมบัติที่เด่น เช่น น้ำหนักเบา การนำความร้อนต่ำ ประสิทธิภาพในการทนไฟ และเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีกว่าโฟมพอลิยูรีเทน² ซึ่งในการเตรียมโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตจำเป็นต้องใช้ ตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (polymerization reaction) ของสารตั้งต้น 2 ชนิด ได้แก่ พอลิออล (polyol) ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล และไอโซไซยานูเรต (isocyanate) ในปริมาณที่มากเกินไปทำให้ได้สายโซ่ ของไอโซไซยานูเรต ในปฏิกิริยานี้ยังมีสารประกอบอื่นที่ช่วยทำให้ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเกิดได้ดีขึ้นคือ สาร ช่วยฟู (blowing agent) สารลดแรงตึงผิว (surfactant) และตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) โดยการเติมตัวเร่ง ปฏิกิริยาจะช่วยให้ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเกิดได้เร็วขึ้น ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่เกิดขึ้นในการ สังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรต มีขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาหลักเป็นดังต่อไปนี้

ปฏิกิริยาที่ 1 ปฏิกิริยาการเกิดเจล (gelling reaction) เป็นการเกิดปฏิกิริยาระหว่างพอลิไอโซไซยานูเรตกับพอลิ ออลได้ผลิตภัณฑ์ คือ หมูยูรีเทนในโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตดังแสดงในแผนภาพที่ 1.1



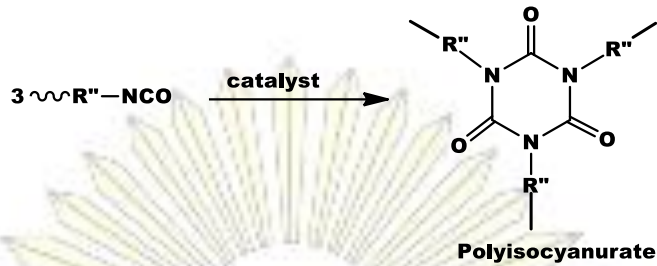
แผนภาพที่ 1.1 Gelling reaction

ปฏิกิริยาที่ 2 ปฏิกิริยาการฟู (blowing reaction) เป็นการเกิดปฏิกิริยาระหว่างพอลิไอโซไซยานูเรตกับน้ำได้ ผลิตภัณฑ์ คือ แอมีน และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารช่วยฟูดังแสดงในแผนภาพที่ 1.2



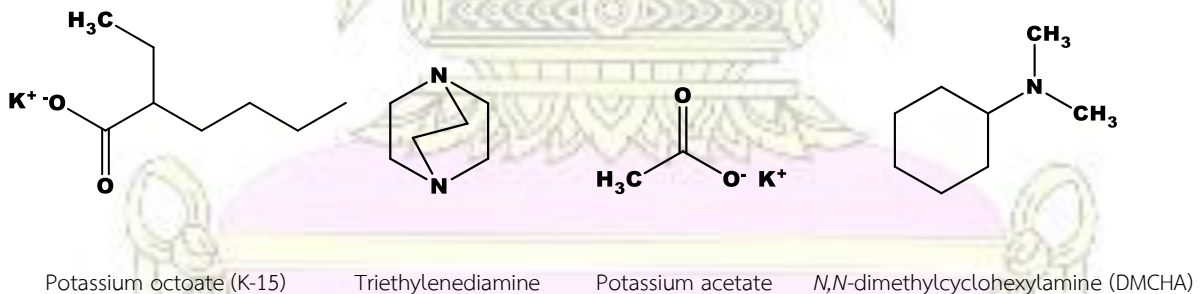
แผนภาพที่ 1.2 Blowing reaction

ปฏิกิริยาที่ 3 ปฏิกิริยาไตรเมอไรเซชัน (trimerization reaction) เป็นการเกิดปฏิกิริยากันเองของพอลิไอโซไซยาเนต ที่มีมากเกินพอในระบบ ได้สายโซ่ของไอโซไซยานูเรต² ดังแสดงในแผนภาพที่ 1.3



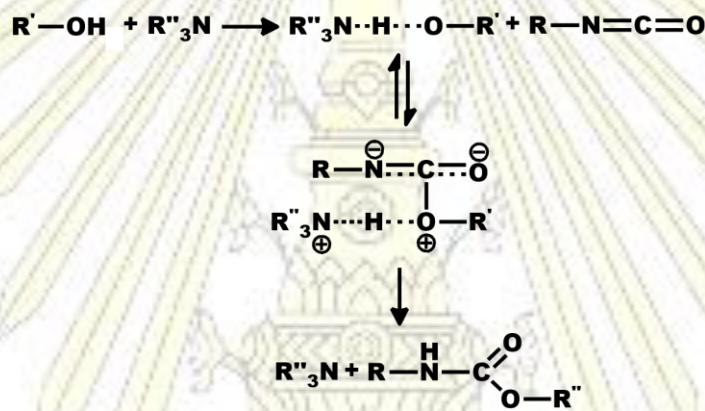
แผนภาพที่ 1.3 Trimerization reaction

ในปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาหลายชนิด¹ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมที่เร่งปฏิกิริยาการเกิดหมู่ไอโซไซยานูเรต ได้แก่ โปแทสเซียมออกโทเอต (potassium octoate, K-15) หรือ โปแทสเซียมแอสซิเตต (potassium acetate), tris(dimethylamino propyl)-hexahydro-s-triazine และ trimethylhydroxypropyl ammonium octoate ซึ่งจะใช้ร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทแอมินโดยเร่งปฏิกิริยาการพู่ และปฏิกิริยาการเกิดเจล แอมินที่นิยมใช้จะให้ความร้อนจากการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันสูง เช่น triethylenediamine และ *N,N*-dimethylcyclohexylamine (DMCHA)³ (รูปที่ 1.1) ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ร่วมกันเหล่านี้ทำให้โฟมที่เตรียมเกิดได้เร็ว แต่พบข้อเสียก็คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาเหล่านี้มีกลิ่นเหม็น งานวิจัยนี้จึงได้สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยามาแทนตัวเร่งปฏิกิริยาข้างต้นซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์คือ สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน [copper-ethanolamine, Cu(OAc)₂(EA)₂] โดยใช้ร่วมกับโปแทสเซียมออกโทเอตเพื่อให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สามารถนำไปใช้สังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตให้มีสมบัติตามที่ต้องการ และเกิดปฏิกิริยาอย่างรวดเร็ว

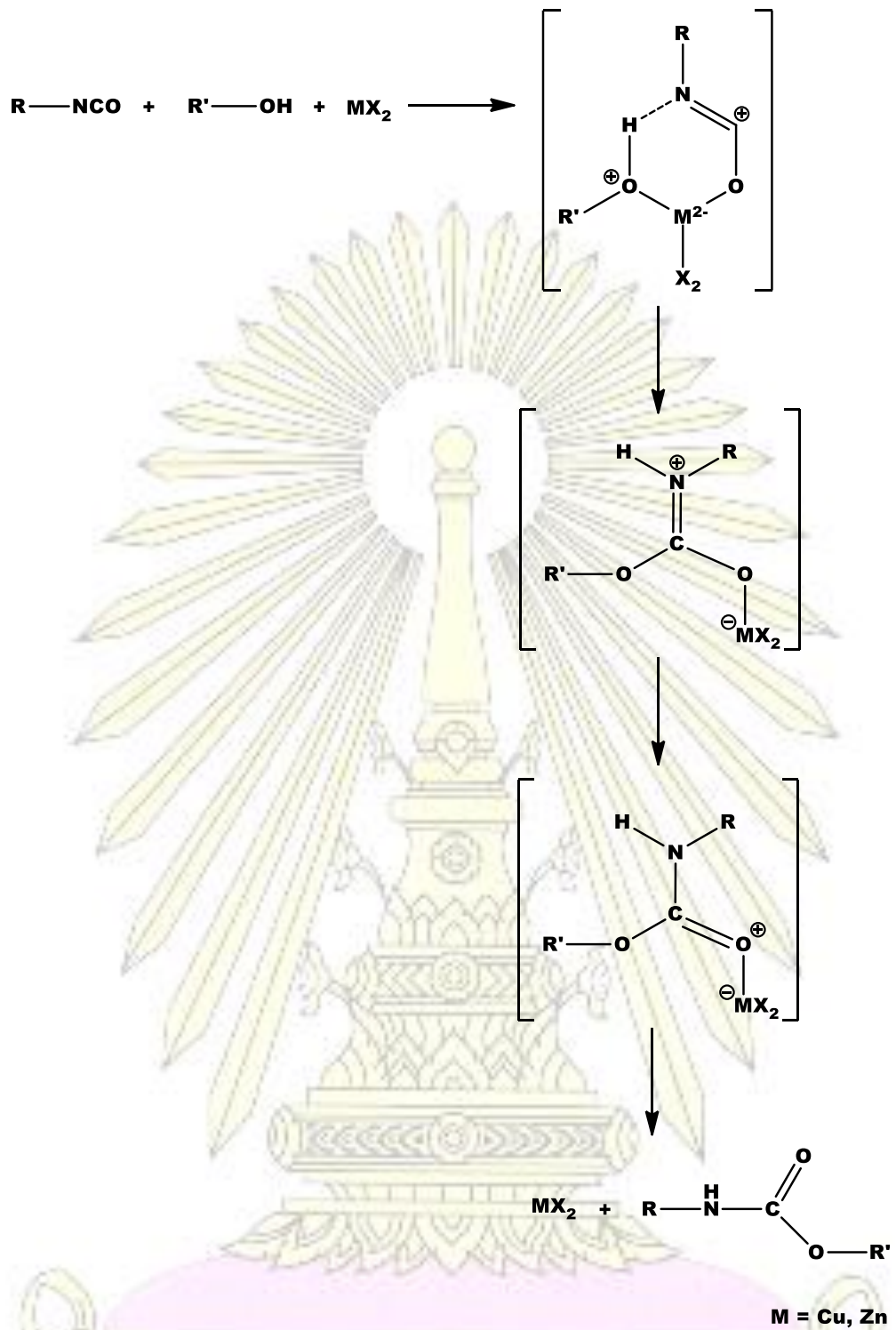


รูปที่ 1.1 โครงสร้างตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างๆ

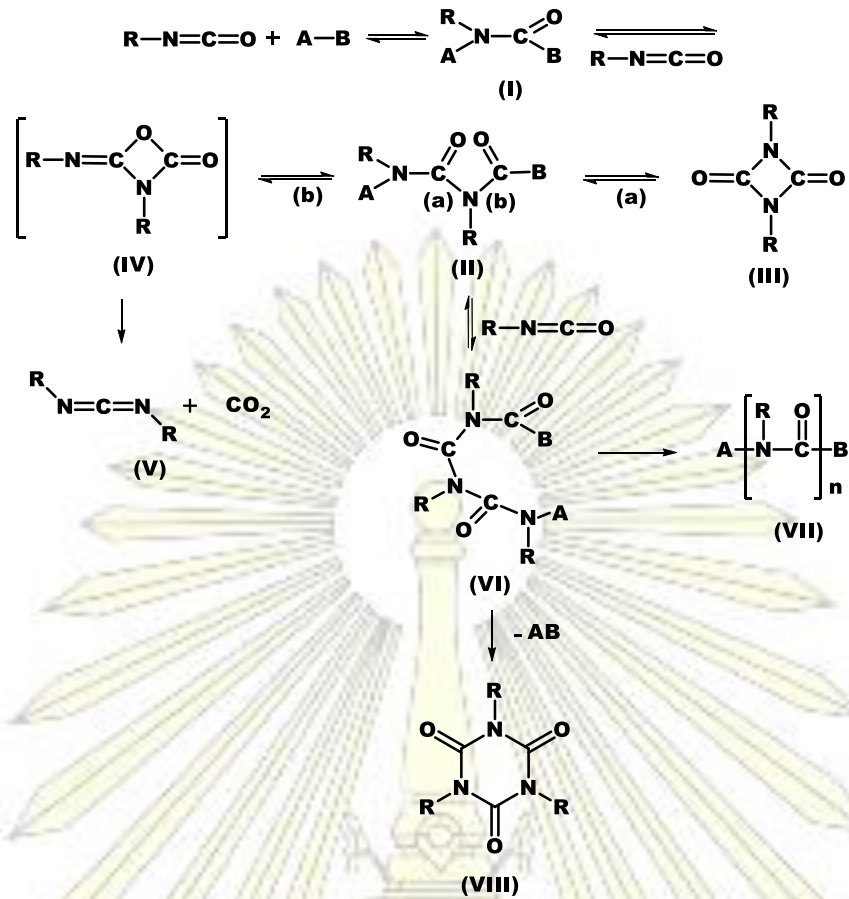
การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตเป็นการทำปฏิกิริยาระหว่างหมู่ไอโซไซยานาต และหมู่ไฮดรอกซิล แต่ปฏิกิริยาจะเกิดช้าตัวเร่งปฏิกิริยาจึงมีความสำคัญต่อการเกิดปฏิกิริยาดังกล่าว แผนภาพที่ 1.4 แสดงกลไกการเร่งปฏิกิริยา gelling reaction และ blowing reaction โดยใช้ tertiary amine เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดย tertiary amine เป็นเบสซึ่งจะไปดึง H^+ จาก OH ของแอลกอฮอล์แต่เนื่องจาก tertiary amine มีค่า pka ที่ต่ำจึงไม่สามารถเกิดได้ จึงไปเกิดปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 โดยสามารถดึง H^+ ได้ผลิตภัณฑ์ออกมาเป็น urethane แผนภาพที่ 1.5 แสดงกลไกการเร่งปฏิกิริยา gelling reaction และ blowing reaction โดยใช้ lewis acid (MX_2) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดย MX_2 เกิดโคออร์ดิเนชันที่ C ของไอโซไซยานาตทำให้ C ขาดอิเล็กตรอนมีความเป็นบวกซึ่งมี reactivity สูงขึ้น และสุดท้ายได้ผลิตภัณฑ์ออกมาเป็น urethane และแผนภาพที่ 1.6 กลไกการเกิดปฏิกิริยา trimerization ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาในที่นี้จะให้ A แทนโพแทสเซียมและ B แทนอะซิเตต โดยเกิดผ่านกระบวนการ nucleophilic attack กับ isocyanate ตัวที่ 1 เกิดเป็นสารประกอบหนึ่งจากนั้น N ของ isocyanate ตัวที่ 2 จะเข้ามา attack กับ C ของคาร์บอนิลเกิดเป็นสารประกอบ และ isocyanate ตัวที่ 3 จะเข้ามา attack C ของคาร์บอนิลทางขวา เนื่องจากมีความเป็น electrophile มากกว่า สุดท้ายตัวเร่งปฏิกิริยาจะหลุดออก เกิดการปิดวงกลายเป็นสายโซ่ของไอโซไซยานูเรต



แผนภาพที่ 1.4 กลไกการเร่งปฏิกิริยา gelling reaction และ blowing reaction ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทแอมีน



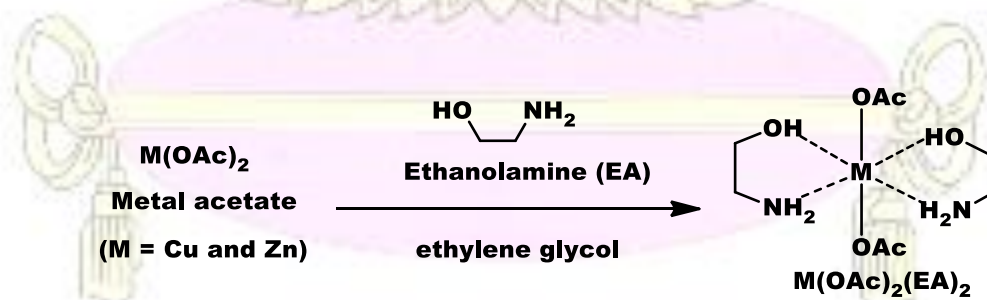
แผนภาพที่ 1.5 กลไกการเร่งปฏิกิริยา gelling reaction และ blowing reaction ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทเกลือของโลหะ (MX₂)



แผนภาพที่ 1.6 กลไกการเกิด trimerization reaction ของไอโซไซยานูเรต (A-B คือ polyisocyanurate catalyst เช่น โพลีเทสเซียมออกโทเอต)

1.2 ขอบเขตของงานวิจัย

ขอบเขตของงานวิจัยนี้คือ สังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีนตามวิธีการในเอกสารอ้างอิง⁴ (แผนภาพที่ 1.7) เพื่อใช้สังเคราะห์โพลีโพลีไอโซไซยานูเรตโดยจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิด ร่วมกันในอัตราส่วนโมลที่แตกต่างกัน คือ $Cu(OAc)_2(EA)_2 : K-15 = 0.5 : 3$ และ $Cu(OAc)_2(EA)_2 : K-15 = 0.5 : 5$



แผนภาพที่ 1.7 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนโลหะ-เอทานอลามีน

1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์โพลีเอโซไซยานูเรตมีดังนี้

ในปี ค.ศ.1983 Imai และคณะ⁵ ศึกษาการเผาไหม้ของโพลีเอโซไซยานูเรตที่มีการเตรียมสูตรต่างกันนำมาเปรียบเทียบกับสารเผาไหม้โพลีเอทรีเทนแบบแข็งซึ่งพบว่าโพลีเอทรีเทน และโพลีเอโซไซยานูเรตจะเกิดควันมากที่สุดที่ 500 °C และ 600 °C ตามลำดับ สามารถสรุปได้ว่าโพลีเอโซไซยานูเรตสามารถทนไฟได้ดีกว่าโพลีเอทรีเทน

ในปี ค.ศ.2006 Lövenich และ Raffel⁶ ศึกษาเชิงปริมาณของการเกิดหมู่ไอโซไซยานูเรตในโพลีเอโซไซยานูเรต เมื่อใช้สูตรในการเตรียมโพลีเอต่างกันโดยใช้ ATR-FTIR จะพบว่าเมื่อลดปริมาณน้ำในสูตรโพลีเอเพิ่มปริมาณการเกิดไอโซไซยานูเรตอย่างมาก โดยเมื่อเปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่า potassium octoate ให้การเกิดไอโซไซยานูเรตมากกว่า potassium acetate

ในปี ค.ศ.2001 Okuzono และคณะ⁷ ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาตัวใหม่ที่สามารถใช้งานที่อุณหภูมิต่ำ โดยตัวเดิมจะใช้โลหะ alkali ของกรดคาร์บอกซิลิกอินทรีย์ และเกลือ hydroxyalkyltrimethyl quaternary ammonium ซึ่งให้ประสิทธิภาพไม่ดีที่อุณหภูมิต่ำคือปฏิกิริยาเริ่มต้นช้า และไหลไปในแม่พิมพ์อย่างไม่มีประสิทธิภาพ สามารถแก้ปัญหาโดยใช้การรวมกันของตัวเร่งปฏิกิริยา tertiary amine ในการปรับปรุงการไหล แต่การทนไฟจะไม่ดี เพราะปฏิกิริยาการเกิดไอโซไซยานูเรตยังไม่สมบูรณ์ แต่งานวิจัยนี้ได้พัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาตัวใหม่ที่มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาได้ดีที่อุณหภูมิต่ำ

ในปี ค.ศ.2001 Modesti และคณะ⁸ เตรียมโพลีเอโซไซยานูเรตจากระบบตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ระบบ คือ *N,N*-dimethylcyclohexylamine/*N*-hydroxyalkyl quaternary ammonium carboxylate และ potassium octoate/pentamethyldiethylenetriamine ศึกษาผลของสารหน่วงไฟประเภทต่างๆที่มีต่อสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และพฤติกรรมการทนไฟของโพลีเอโซไซยานูเรต เมื่อเพิ่มสารหน่วงไฟจะทำให้ compressive strength ต่ำ

ในปี ค.ศ.2015 Liu และ คณะ⁹ ได้ศึกษาผลของการเติมตัวหน่วงการติดไฟในการเตรียมโพลีเอโซไซยานูเรตโดยตัวหน่วงการติดไฟที่ใช้คือ dimethyl methylphosphonate, aluminum hydroxide, ammonium polyphosphate และ expandable graphite จากการใช้ตัวหน่วงติดไฟเหล่านี้ร่วมกันในปริมาณที่เหมาะสมพบว่าสมบัติในการทนไฟของโพลีเอโซไซยานูเรตดีขึ้นอย่างมาก

ในปี ค.ศ.2017 Hejna และคณะ¹⁰ เตรียมโพลีเอโซไซยานูเรตโดยใช้ biopolyol จากอุตสาหกรรมพืช ได้แก่ กลีเซอรอล และน้ำมันละหุ่ง ซึ่ง biopolyol ได้จากการนำ glycerol ทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันกันเอง แล้วนำมาทำปฏิกิริยาการควบแน่นกับน้ำมันละหุ่ง ในการเตรียมโพลีเอโซไซยานูเรตจะใช้ bio-polyol แทน polyol ที่ได้จากปิโตรเลียมในปริมาณ 0-70% โดยผลการแทนที่พบว่า ขนาดเซลล์เฉลี่ยลดลง ปริมาณเซลล์ปิดเพิ่มขึ้น ค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนลดลง ความทนต่อแรงอัดเพิ่มขึ้น แต่ความคงตัวทางความร้อนของโพลีเอยังไม่เปลี่ยนแปลง

ในปี ค.ศ.2016 Sridaeng และคณะ¹¹ พัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อใช้ในการสังเคราะห์โพลีเอทิลีนแบบแข็ง โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้คือ สารประกอบเชิงซ้อนโลหะ-เอทานอลามีน คือ $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$ และ $\text{Zn}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$ (OAc = acetate; EA = ethanolamine) เมื่อเปรียบเทียบกับ *N,N*-dimethylcyclohexylamine ที่ใช้ในอุตสาหกรรมโดยเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการเกิดโพลีเอทิลีนโพลีเอทิลีนแบบแข็ง พบว่า $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$ และ $\text{Zn}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$ มีระยะเวลาการเกิดเจลที่นานกว่าทำให้สามารถขึ้นรูปได้ง่าย

ต่อมาในปี ค.ศ.2017 Jongjitsatitmun⁴ ได้พัฒนาการเตรียม $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$ และ $\text{Zn}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$ ในรูปแบบของสารละลายในเอทิลีนไกลคอลนำมาเตรียมโพลีเอทิลีน (แผนภาพที่ 1.7)

จากงานวิจัยข้างต้นพบว่ายังไม่มีงานวิจัยที่ใช้สารผสมของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน และโพแทสเซียมออกโทเอตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสังเคราะห์โพลีเอทิลีนไฮดรอกซีโพลีเอทิลีน ในงานวิจัยนี้ จึงมีแนวคิดที่จะนำสารผสมระหว่างสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน และโพแทสเซียมออกโทเอตมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับสังเคราะห์โพลีเอทิลีนไฮดรอกซีโพลีเอทิลีนโดยสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีนทำหน้าที่เร่งปฏิกิริยาการพู่ และปฏิกิริยาการเกิดเจล โพแทสเซียมออกโทเอตทำหน้าที่เร่งปฏิกิริยาไตรเมโรเซชัน และเพื่อศึกษาหาอัตราส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมเพื่อให้ได้โพลีเอทิลีนไฮดรอกซีโพลีเอทิลีนที่มีสมบัติทางกายภาพ และสมบัติเชิงกลที่ดี

1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1. สังเคราะห์โพลีเอทิลีนไฮดรอกซีโพลีเอทิลีนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน และโพแทสเซียมออกโทเอต [$\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15]
2. ศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อการสังเคราะห์โพลีเอทิลีนไฮดรอกซีโพลีเอทิลีน
3. ศึกษาสมบัติทางกายภาพของโพลีเอทิลีนไฮดรอกซีโพลีเอทิลีนแบบแข็งที่สังเคราะห์ได้

1.5 ประโยชน์ที่ได้รับ

ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่างสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน และโพแทสเซียมออกโทเอตที่อัตราส่วนที่เหมาะสมสำหรับใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสังเคราะห์โพลีเอทิลีนไฮดรอกซีโพลีเอทิลีน

บทที่ 2

การทดลอง

2.1 เครื่องมือ

- 2.1.1 เครื่อง FT-IR spectrometer รุ่น Nicolet 6700
- 2.1.2 เครื่องความเร็วสูง (mechanical stirrer) IKA รุ่น RW 20
- 2.1.3 เครื่องกวนแม่เหล็ก (magnetic stirrer)
- 2.1.4 เครื่องชั่งน้ำหนัก รุ่น Precisa XT920M
- 2.1.5 เครื่อง UV-Visible spectrometer รุ่น Varian Cary 50

2.2 สารเคมี

- 2.2.1 พอลิอีเทอร์ พอลิโออล (polyether polyol; Polimaxx[®] 4221; OH-number = 440 mgKOH/g; functionality = 4.3)
- 2.2.2 สารประกอบไอโซไซยาเนต (polymeric diphenylmethane diisocyanate; PMDI, Raycore[®] B9001; %NCO = 31.0; functionality = 2.7)
- 2.2.3 สารลดแรงตึงผิว (silicone surfactant; polysiloxane, Tegostab[®] B8460)
- 2.2.4 สารช่วยฟู (water, H₂O)
- 2.2.5 ไดมethylไซโคลเฮกซิลเอมีน (*N,N*-dimethylcyclohexylamine, DMCHA)
- 2.2.6 คอปเปอร์แอสซิเตต โมโนไฮเดรต [copper acetate monohydrate, Cu(OAc)₂·H₂O]
- 2.2.7 โพแทสเซียมออกโทเอต (potassium octoate; Dabco[®] K-15 เป็นสารละลายโพแทสเซียมออกโทเอต ในไดเอทิลีนไกลคอล 30% w/w)
- 2.2.8 เอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol, EG)
- 2.2.9 เอทานอลามีน (ethanolamine, EA)

2.3 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน Cu(OAc)₂(EA)₂⁴

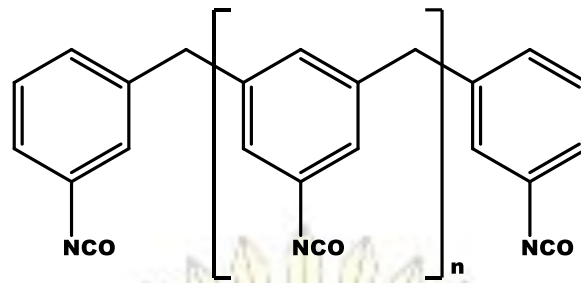
การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน [Cu(OAc)₂(EA)₂] เป็นการทำปฏิกิริยาระหว่างคอปเปอร์แอสซิเตต (0.268 g, 1.34 × 10⁻³ mol) กับ เอทานอลามีน (0.328 g, 5.3 × 10⁻³ mol) โดยใช้เอทิลีนไกลคอล (0.404 g) เป็นตัวทำละลาย โดยมีขั้นตอนคือ ผสมเอทิลีนไกลคอลกับเอทานอลามีนให้เข้ากันโดยใช้ magnetic stirrer คนเป็นเวลา 20 นาที จากนั้นใส่คอปเปอร์แอสซิเตตแล้วคนต่อเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้สารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน 43 %w/w ในเอทิลีนไกลคอลเป็นสารละลายสีน้ำเงินเข้ม นำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค UV-Visible Spectroscopy เพื่อยืนยันว่าสารที่สังเคราะห์ได้คือสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีนโดยเทียบกับเอกสารอ้างอิง⁴

2.4 การสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง

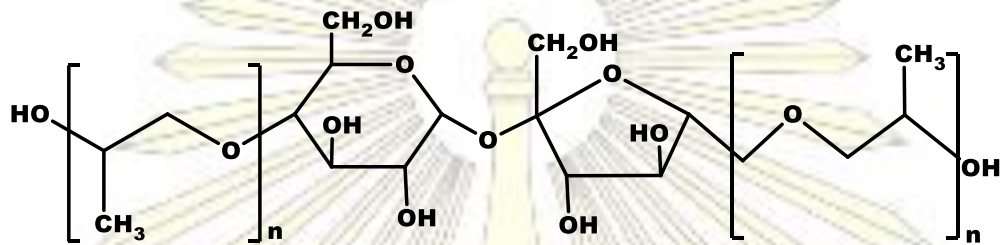
รูปที่ 2.1-2.3 แสดงโครงสร้างของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทน การสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนมี 2 ขั้นตอนคือ ขั้นตอนแรกผสมพอลิออล สารลดแรงตึงผิว ตัวเร่งปฏิกิริยา (DMCHA) และสารช่วยฟู (H₂O) ให้เป็นเนื้อเดียวกันในแก้วกระดาษปริมาตร 700 mL ตามมาตรฐาน ASTM D7487-13 โดยใช้เครื่องกวนความเร็วสูงด้วยความเร็ว 2000 รอบต่อนาที (rpm) ขั้นตอนที่ 2 เติมไอโซไซยาเนต (PMDI) ลงในสารที่ได้จากขั้นแรก และผสมให้เข้ากันด้วยเครื่องกวนความเร็วสูงอีกครั้ง (ตารางที่ 2.1 และแผนภาพที่ 2.1) บันทึกเวลาการเกิดพอลิยูรีเทนโฟม โดยแบ่งออกเป็น 4 ระยะคือ เวลาที่สารผสมเป็นเนื้อครีม (cream time) เวลาที่สารผสมเป็นเนื้อเจล หรือโฟมเริ่มฟู (gel time) เวลาที่โฟมไม่เกาะติดกับผิววัสดุ (tack free time) และเวลาที่โฟมหยุดฟู (rise time) เก็บชิ้นโฟมไว้อย่างน้อย 48 ชั่วโมงเพื่อให้ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเกิดได้อย่างสมบูรณ์ และศึกษาที่ isocyanate index (NCO index) = 100 นำมาวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของโฟม โดยการนำไปหาความหนาแน่นตามมาตรฐาน ASTM D1622-09 โดยคำนวณจากชิ้นโฟมที่มีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm ศึกษาเอกลักษณ์ของโฟมเพื่อดูความสมบูรณ์ของปฏิกิริยา คือ การหา %conversion of isocyanate (% NCO conversion) ด้วย FTIR spectroscopy ศึกษาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน และความเร็วในการฟู (rise profile)

ตารางที่ 2.1 สูตรในการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิงที่ NCO index = 100

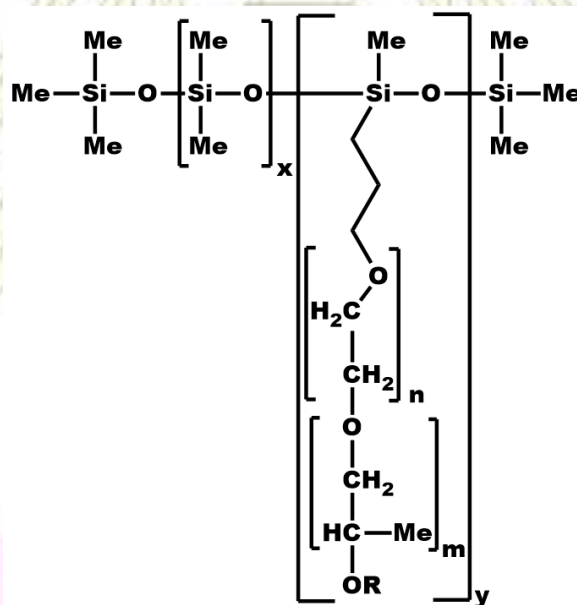
Starting materials	Amount in parts by weight (pbw)	Amount in grams (g)
1. Polyether polyol; Polimaxx [®] 4221; OH-number = 440 mgKOH/g; functionality = 4.3	100	10.0
2. Silicone surfactant; polysiloxane, Tegostab [®] B8460	2.5	0.25
3. Blowing agent (water, H ₂ O)	3.0	0.30
4. Catalyst (dimethylcyclohexylamine, DMCHA)	1.0	0.10
5. Polymeric diphenylmethane diisocyanate; PMDI, Raycore [®] B9001; %NCO = 31.0; functionality = 2.7	151.33	15.13



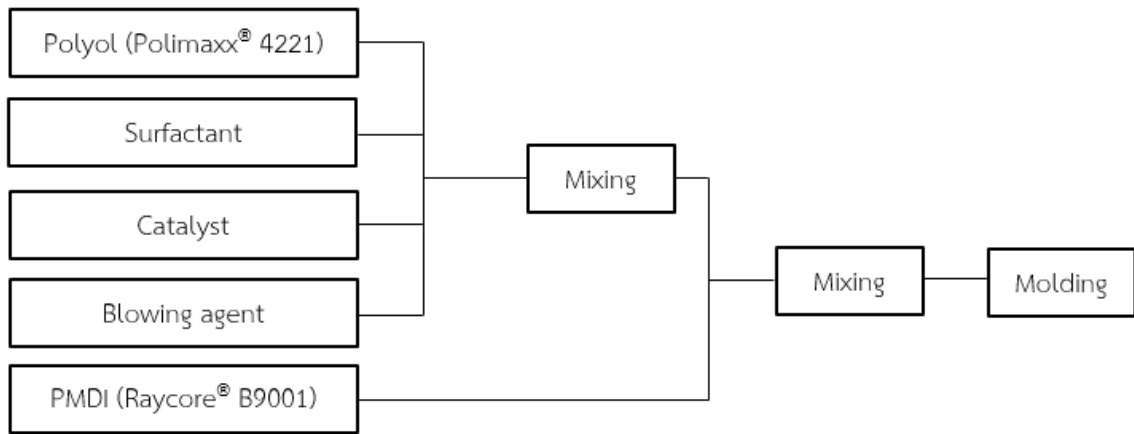
รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างของ polymeric diphenylmethane diisocyanate (PMDI)



รูปที่ 2.2 สูตรโครงสร้างของ polyether polyol



รูปที่ 2.3 สูตรโครงสร้างของ silicone surfactant



แผนภาพที่ 2.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทน

การคำนวณปริมาณสารตั้งต้นใน foam formulation ใช้วิธีดังนี้

การคำนวณปริมาณสารตั้งต้นที่ NCO index = 100

$$\text{isocyanate} = \frac{\text{actual amount of isocyanate}}{\text{theoretical amount of isocyanate}} \times 100$$

การหา Equivalent weight of OH in foam formulation

$$\text{Hydroxyl value} = \frac{56.1 \times \text{functionality}}{\text{molar mass}} \times 1000 = \frac{56.1}{\text{equivalent weight}} \times 1000$$

$$\text{Equivalent weight} = \frac{\text{molar mass}}{\text{functionality}}$$

$$\text{Equivalent weight of polyol} = \frac{56.1 \times 1000}{440} = 127.5$$

$$\text{Equivalent weight of H}_2\text{O} = \frac{18}{2} = 9.0$$

$$\text{Equivalent weight of ethylene glycol} = \frac{62}{2} = 31.0$$

คำนวณการใช้ PMDI, Raycore® B9001 (parts by weight) in foam formulation

Equivalent weight of polyol in foam formulation

$$= \frac{\text{parts by weight of polyol}}{\text{Equivalent weight of polyol}} = \frac{100}{127.5} = 0.784$$

Equivalent weight of H₂O in formulation

$$= \frac{\text{parts by weight of H}_2\text{O}}{\text{Equivalent weight of H}_2\text{O}} = \frac{3}{9} = 0.333$$

ดังนั้น total of equivalent weight = 0.784 + 0.333 = 1.117

PMDI, Raycore® B9001 (parts by weight) in foam formulation

$$= \frac{\text{Total of equivalent} \times \text{molar mass}}{\text{functionality}} = \frac{1.117 \times 365.8}{2.7} = 151.33$$

NCO index = 100; (parts by weight) = 151.33

2.5 การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่างสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน และโพแทสเซียมออกโทเอต

การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่างสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน และโพแทสเซียมออกโทเอตใช้วิธีการสังเคราะห์เช่นเดียวกับการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทน (แผนภาพที่ 2.1) โดยใช้ปริมาณไอโซไซยานูเรตให้มากเกินไป เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาไตรเมอไรเซชันเกิดสายโซ่ของไอโซไซยานูเรตเกิดเป็นโฟมพอลิไอโซไซยานูเรต และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง Cu(OAc)₂(EA)₂ : K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 สังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ NCO index = 160, 200 และ 250 ตามตารางที่ 2.2 และตารางที่ 2.3 นำมาวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของโฟมโดยการนำไปหาความหนาแน่นโดยคำนวณจากชิ้นโฟมที่มีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm ศึกษาเอกลักษณ์ของโฟมเพื่อดูความสมบูรณ์ของปฏิกิริยา คือ การหา % NCO conversion ด้วย FTIR spectroscopy ศึกษาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน และความเร็วในการฟู (rise profile)

ตารางที่ 2.2 สูตรในการเตรียมโฟม (foam formulation) พอลิไอโซไซยานูเรตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3

Starting materials	NCO index = 160		NCO index = 200		NCO index = 250	
	Amount in parts by weight (pbw)	Amount in grams (g)	Amount in parts by weight (pbw)	Amount in grams (g)	Amount in parts by weight (pbw)	Amount in grams (g)
1. Polyether polyol; Polimaxx [®] 4221; OH- number = 440 mgKOH/g; functionality = 4.3	100	10.0	100	10.0	100	10.0
2. Silicone surfactant; polysiloxane, Tegostab [®] B8460	2.5	0.25	2.5	0.25	2.5	0.25
3. Blowing agent (water, H ₂ O)	4.0	0.40	4.0	0.40	4.0	0.40
4. Catalyst (copper- ethanolamine complex)	0.5	0.05	0.5	0.05	0.5	0.05
5. Catalyst (potassium octoate)	3.0	0.30	3.0	0.30	3.0	0.30
6. Polymeric diphenyl methane diisocyanate; PMDI, Raycore [®] B9001; %NCO = 31.0; functionality = 2.7	271.15	27.12	338.94	33.89	423.68	42.37

การคำนวณปริมาณสารตั้งต้นที่ NCO index = 160, 200 และ 250

$$\text{isocyanate} = \frac{\text{actual amount of isocyanate}}{\text{theoretical amount of isocyanate}} \times 100$$

การหา Equivalent weight in foam formulation

$$\text{Hydroxyl value} = \frac{56.1 \times \text{functionality}}{\text{molar mass}} \times 1000 = \frac{56.1}{\text{equivalent weight}} \times 1000$$

การหา Equivalent weight of OH in foam formulation

$$\text{Equivalent weight} = \frac{\text{molar mass}}{\text{functionality}}$$

$$\text{Equivalent weight of polyol} = \frac{56.1 \times 1000}{440} = 127.5$$

$$\text{Equivalent weight of H}_2\text{O} = \frac{18}{2} = 9.0$$

$$\text{Equivalent weight of ethylene glycol} = \frac{62}{2} = 31.0$$

$$\text{Equivalent weight of diethylene glycol in Dabco}^\circledast \text{ K-15} = \frac{106.12}{2} = 53.06$$

$$\text{Equivalent weight of ethanolamine} = \frac{61}{2} = 30.5$$

Equivalent weight of polyol in foam formulation

$$= \frac{\text{parts by weight of polyol}}{\text{Equivalent weight of polyol}} = \frac{100}{127.5} = 0.784$$

Equivalent weight of H₂O in formulation

$$= \frac{\text{parts by weight of H}_2\text{O}}{\text{Equivalent weight of H}_2\text{O}} = \frac{4}{9} = 0.444$$

Equivalent weight of ethylene glycol in formulation

$$= \frac{\text{parts by weight of ethylene glycol}}{\text{Equivalent weight of ethylene glycol}} = \frac{0.4676}{31} = 0.015$$

Equivalent weight of diethylene glycol in Dabco[®] K-15 in foam formulation

$$= \frac{\text{parts by weight of diethylene glycol in Dabco}^\circledast \text{ K-15}}{\text{Equivalent weight of diethylene glycol in Dabco}^\circledast \text{ K-15}} = \frac{0.3 \times 0.3}{53.06} = 0.00169$$

Equivalent weight of ethanolamine in formulation

$$= \frac{\text{parts by weight of ethanolamine}}{\text{Equivalent weight of ethanolamine}} = \frac{0.1898}{30.5} = 0.0062$$

ดังนั้น total of equivalent weight = 0.784 + 0.444 + 0.015 + 0.00169 + 0.0062 = 1.25089

PMDI, Raycore® B9001 (parts by weight) in foam formulation

$$= \frac{\text{Total of equivalent} \times \text{molar mass}}{\text{functionality}} = \frac{1.25089 \times 365.8}{2.7} = 169.47$$

NCO index 100; (parts by weight) = 169.47

NCO index 160; (parts by weight) = 271.15

NCO index 200; (parts by weight) = 338.94

NCO index 250; (parts by weight) = 423.68



ตารางที่ 2.3 สูตรในการเตรียมโฟม (foam formulation) พอลิไอโซไซยานูเรตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5

Starting materials	NCO index = 160		NCO index = 200		NCO index = 250	
	Amount in parts by weight (pbw)	Amount in grams (g)	Amount in parts by weight (pbw)	Amount in grams (g)	Amount in parts by weight (pbw)	Amount in grams (g)
1. Polyether polyol; Polimaxx [®] 4221; OH- number = 440 mgKOH/g; functionality = 4.3	100	10.0	100	10.0	100	10.0
2. Silicone surfactant; polysiloxane, Tegostab [®] B8460	2.5	0.25	2.5	0.25	2.5	0.25
3. Blowing agent (water, H ₂ O)	4.0	0.40	4.0	0.40	4.0	0.40
4. Catalyst (copper- ethanolamine complex)	0.5	0.05	0.5	0.05	0.5	0.05
5. Catalyst (potassium octoate)	5.0	0.50	5.0	0.50	5.0	0.50
6. Polymeric diphenyl methane diisocyanate; PMDI, Raycore [®] B9001; %NCO = 31.0; functionality = 2.7	271.41	27.14	339.26	33.93	424.08	42.41

การคำนวณปริมาณสารตั้งต้นที่ NCO index = 160, 200 และ 250

$$\text{isocyanate} = \frac{\text{actual amount of isocyanate}}{\text{theoretical amount of isocyanate}} \times 100$$

การหา Equivalent weight in foam formulation

$$\text{Hydroxyl value} = \frac{56.1 \times \text{functionality}}{\text{molar mass}} \times 1000 = \frac{56.1}{\text{equivalent weight}} \times 1000$$

การหา Equivalent weight of OH in foam formulation

$$\text{Equivalent weight} = \frac{\text{molar mass}}{\text{functionality}}$$

$$\text{Equivalent weight of polyol} = \frac{56.1 \times 1000}{440} = 127.5$$

$$\text{Equivalent weight of H}_2\text{O} = \frac{18}{2} = 9.0$$

$$\text{Equivalent weight of ethylene glycol} = \frac{62}{2} = 31.0$$

$$\text{Equivalent weight of diethylene glycol in Dabco}^\circledR \text{ K-15} = \frac{106.12}{2} = 53.06$$

$$\text{Equivalent weight of ethanolamine} = \frac{61}{2} = 30.5$$

Equivalent weight of polyol in foam formulation

$$= \frac{\text{parts by weight of polyol}}{\text{Equivalent weight of polyol}} = \frac{100}{127.5} = 0.784$$

Equivalent weight of H₂O in formulation

$$= \frac{\text{parts by weight of H}_2\text{O}}{\text{Equivalent weight of H}_2\text{O}} = \frac{4}{9} = 0.444$$

Equivalent weight of ethylene glycol in formulation

$$= \frac{\text{parts by weight of ethylene glycol}}{\text{Equivalent weight of ethylene glycol}} = \frac{0.4676}{31} = 0.015$$

Equivalent weight of diethylene glycol in Dabco[®] K-15 in foam formulation

$$= \frac{\text{parts by weight of diethylene glycol in Dabco}^\circledR \text{ K-15}}{\text{Equivalent weight of diethylene glycol in Dabco}^\circledR \text{ K-15}} = \frac{0.5 \times 0.3}{53.06} = 0.00283$$

Equivalent weight of ethanolamine in formulation

$$= \frac{\text{parts by weight of ethanolamine}}{\text{Equivalent weight of ethanolamine}} = \frac{0.1898}{30.5} = 0.0062$$

ดังนั้น total of equivalent weight = 0.784 + 0.444 + 0.015 + 0.00283 + 0.0062 = 1.25203

PMDI, Raycore® B9001 (parts by weight) in foam formulation

$$= \frac{\text{Total of equivalent} \times \text{molar mass}}{\text{functionality}} = \frac{1.25203 \times 365.8}{2.7} = 169.63$$

NCO 100; (parts by weight) = 169.63

NCO 160; (parts by weight) = 271.41

NCO 200; (parts by weight) = 339.26

NCO 250; (parts by weight) = 424.08



2.6 การศึกษา isocyanate conversion (%NCO conversion) ของโพลีเมทธิไอโซไซยานูเรตด้วยเทคนิค FT-IR spectroscopy

ในการหา isocyanate conversion สามารถหาได้จากกฎของ Lambert Beer's law และอัตราส่วนระหว่าง polyisocyanate : polyurethane (PIR : PUR) ในโพลีเมทธิยูรีเทน สามารถศึกษาด้วยเทคนิค FT-IR spectroscopy ดังนี้¹²

จากสมการ $A = \epsilon bc$ (1)

เมื่อ $A = \text{absorbance}$

$\epsilon = \text{extinction coefficient (mol.mm/l)}$

$b = \text{optical path (mm)}$

$c = \text{concentration (mol/l)}$

จากสมการที่ 1 พบว่าปริมาณ absorbance แปรผันตามปริมาณความเข้มข้นของสารที่ทดสอบหรือปริมาณหมู่ฟังก์ชันของสารที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง

สำหรับการคำนวณ %NCO conversion สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2 ดังนี้¹²

$$\% \text{NCO conversion} = \left[1 - \frac{\text{NCO}^f}{\text{NCO}^i} \right] \times 100 \quad (2)$$

$\text{NCO}^f = \text{final concentration of isocyanate}$

$\text{NCO}^i = \text{initial concentration of isocyanate}$

การคำนวณหา isocyanate conversion จะคำนวณเป็น % peak area of NCO เพื่อให้ง่ายต่อการคำนวณ ซึ่งเป็นการคำนวณจากพื้นที่ใต้พีคของ isocyanate หลังทำปฏิกิริยาใน IR spectrum ซึ่งจะนำไปเปรียบเทียบกับพื้นที่ใต้พีคของ PMDI ก่อนทำปฏิกิริยา เนื่องจากปริมาณหมู่ฟีนิล (Ar-H) คงที่ จึงใช้พีคของหมู่ฟีนิลเป็นตัวเปรียบเทียบปริมาณสารตั้งต้นให้มีปริมาณเท่ากัน

ตารางที่ 2.4 ค่า wavenumber ของ polymeric diphenylmethane diisocyanate (PMDI), polyurethane (PUR) และ polyisocyanurate (PIR)

Chemical bond	Wavenumber (cm ⁻¹)	Chemical structure
Isocyanate (NCO)	2277	N=C=O
Phenyl (Ar-H)	1595	Ar-H
Isocyanate (PIR)	1415	PIR
Urethane (PUR)	1220	-C-O

บทที่ 3

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

3.1 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน $[\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2]$

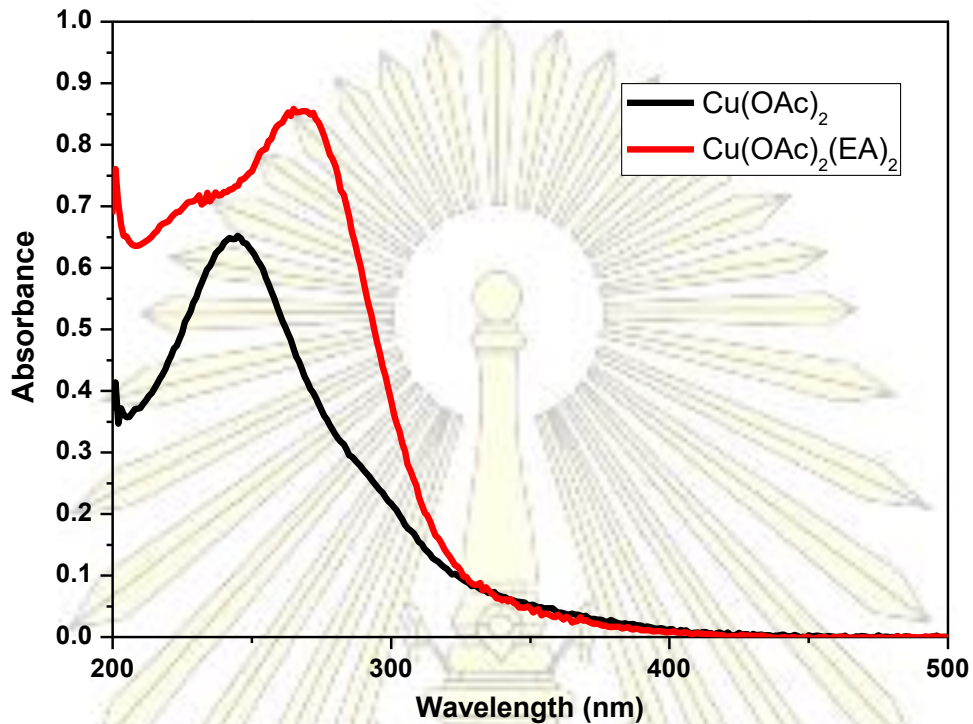
3.1.1 การสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีนโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย

เมื่อนำเอทิลีนไกลคอลมาผสมให้เข้ากันกับเอทานอลามีน และคนเป็นเวลา 20 นาที จากนั้นเติมคอปเปอร์แอสซิเตตแล้วคนทิ้งไว้ให้ผสมเข้ากันเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีนที่ความเข้มข้น 43 %w/w ในเอทิลีนไกลคอลมีลักษณะเป็นสารละลายสีน้ำเงินเข้ม (รูปที่ 3.1)



รูปที่ 3.1 สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน 43 %w/w ในเอทิลีนไกลคอล

3.1.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีนด้วยเทคนิค UV-Visible Spectroscopy



รูปที่ 3.2 UV-visible spectra ของ $\text{Cu}(\text{OAc})_2$ และ $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$ ในเอทิลีนไกลคอล

UV-visible spectra ของ $\text{Cu}(\text{OAc})_2$ และ $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$ ในเอทิลีนไกลคอล (รูปที่ 3.2) แสดงความยาวคลื่นที่ดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) ที่ 245 nm และ 267 nm ตามลำดับ จากรูปจะเห็นว่า λ_{max} ของ $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$ คือ 267 nm $\epsilon = 56 \text{ mol}\cdot\text{mm}/\text{l}$ ซึ่งเลื่อนไปจาก λ_{max} ของ $\text{Cu}(\text{OAc})_2$ ที่ 245 nm และพบว่า UV-visible spectrum ของ $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$ ในเอทิลีนไกลคอลที่วัดได้ให้ค่า λ_{max} และ ϵ ตรงกับงานวิจัยตามเอกสารอ้างอิง⁴ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารที่สังเคราะห์ได้นั้นคือ $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$

3.2 การสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA (ตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง)

ทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนโดยนำ DMCHA มาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิงเนื่องจากเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตโฟม และใช้เวลาที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันน้อย DMCHA จึงเป็นตัวเร่งหนึ่งในภาคอุตสาหกรรม โดยจะศึกษาที่ NCO index 100

จากการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งจะศึกษาช่วงเวลาในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน โดยมีทั้งหมด 4 ระยะเวลาคือ เวลาที่สารผสมเป็นเนื้อครีม (cream time) เวลาที่สารผสมเป็นเนื้อเจล (gel time) ซึ่งเป็นเวลาที่โฟมเริ่มฟู เวลาที่โฟมไม่เกาะติดกับผิววัสดุ (tack free time)

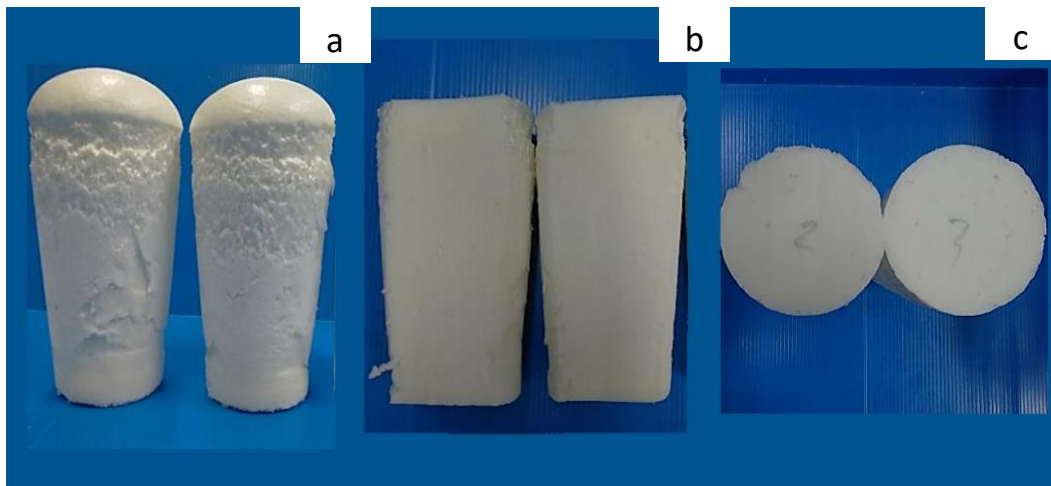
และเวลาที่โฟมหยุดฟู (rise time) โดยมีการเกิดปฏิกิริยาที่สำคัญคือ ปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานาตกับพอลิออลได้เป็นยูรีเทน (แผนภาพที่ 1.1) ปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานาตกับน้ำได้แอมิน และคาร์บอนไดออกไซด์ (แผนภาพที่ 1.2) และการเกิดปฏิกิริยากันเองของไอโซไซยานาตที่มีมากเกินพอในระบบได้สายโซ่ของไอโซไซยานูเรต (แผนภาพที่ 1.3)

แผนภาพที่ 1.2 blowing reaction เป็นปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานาตกับน้ำซึ่งเป็นปฏิกิริยาเริ่มต้นของการเกิดโฟมพอลิยูรีเทน วิธีการสังเกตในขั้นตอนนี้คือ สีของของเหลวจะเปลี่ยนจากสีน้ำตาลเข้มไปเป็นสีครีม นั่นคือช่วงเวลาที่ยาสผสมเป็นเนื้อครีม (cream time) และแผนภาพที่ 1.1 คือ gelling reaction โดยเป็นปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานาตกับพอลิออลหรือปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) ได้เป็นโฟมพอลิยูรีเทน และแผนภาพที่ 1.3 trimerization reaction จะเกิดเมื่อมีไอโซไซยานาตที่เหลือจากการทำปฏิกิริยากับพอลิออลโดยไอโซไซยานาตที่เหลือจะทำปฏิกิริยากันเองเกิดเป็นสายโซ่ของไอโซไซยานูเรต วิธีการสังเกตในขั้นตอนนี้ คือ gel time ของเหลวจะเริ่มเป็นเนื้อเจลหนืดไม่ไหล และ tack free time คือเมื่อสารทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันสมบูรณ์แล้วโฟมพอลิยูรีเทนจะแห้ง และไม่เกาะติดกับผิววัสดุเก็บขึ้นโฟมไว้อย่างน้อย 48 ชั่วโมงเพื่อให้ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเกิดได้อย่างสมบูรณ์ และเมื่อเกิดปฏิกิริยาเป็นพอลิยูรีเทนสมบูรณ์แล้วจะนำไปใช้ศึกษาหาความหนาแน่นโดยคำนวณจากชิ้นงานโฟมที่มีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm

ตารางที่ 3.1 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนที่ NCO index = 100 โดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw

เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและสมบัติของโฟม	DMCHA (ตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง)
Cream time (sec)	23 ± 1
Gel time (sec)	34 ± 1
Tack free time (sec)	159 ± 5
Rise time (sec)	136 ± 4
Density (kg/m ³)	38.7 ± 1
Foam height* (cm)	15.2 ± 0.4
ลักษณะทางกายภาพของโฟม	เนื้อโฟมสีเหลืองอ่อน ผิวละเอียดไม่เป็นขุย

*ขึ้นรูปโฟมในแก้วกระดาษที่มีความสูง 16 cm และมีปริมาตร 700 ml



รูปที่ 3.3 โฟมพอลิยูรีเทนที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง

จากผลการทดลอง (ตารางที่ 3.1) แสดงข้อมูล cream time, gel time, tack free time และ rise time ของโฟมพอลิยูรีเทนที่ใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิงในอุตสาหกรรม โดยพบว่าโฟมพอลิยูรีเทนที่ใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีความสูงของโฟมที่ 15 cm ลักษณะทางกายภาพของโฟม (รูปที่ 3.3) เป็นสีเหลืองอ่อน เนื้อผิวละเอียด และไม่เปื้อนฟู โดยจะนำโฟมพอลิยูรีเทนที่สังเคราะห์ได้ไปเปรียบเทียบกับ การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตต่อไป

3.3 การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง

$\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15

ในการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตมีวิธีการสังเคราะห์เช่นเดียวกันกับโฟมพอลิยูรีเทน แต่จะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 สังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ NCO index = 160, 200 และ 250 โดยสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีนทำหน้าที่เร่ง blowing reaction (แผนภาพที่ 1.2) และ gelling reaction (แผนภาพที่ 1.1) ส่วนโพแทสเซียมออกไซด์ทำหน้าที่เร่ง trimerization reaction (แผนภาพที่ 1.3)

3.3.1 การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง

$\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่ NCO index = 160

การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 โดยมีวิธีการสังเคราะห์เช่นเดียวกับการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทน ซึ่งจะดูความแตกต่างของอัตราส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อสมบัติของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรต ที่ NCO index = 160

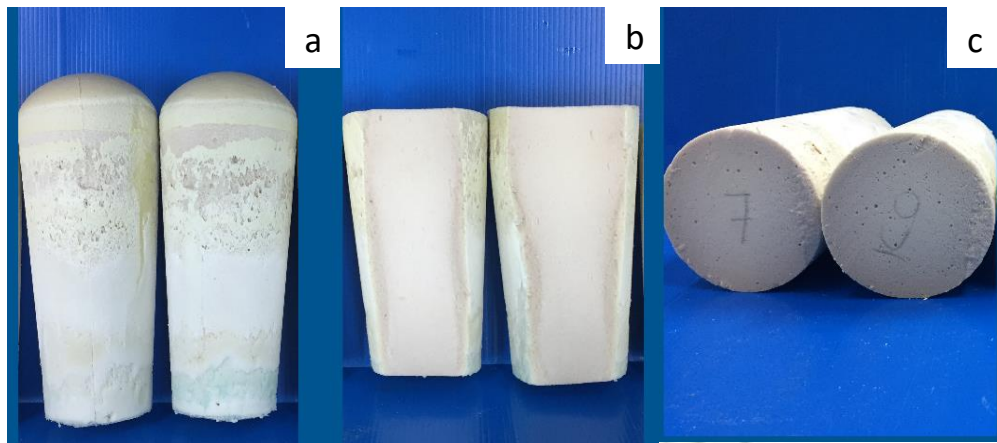
ตารางที่ 3.2 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่ isocyanate index = 160

เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและสมบัติของโฟม	$\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15	
	0.5 : 3	0.5 : 5
Cream time (sec)	22 ± 1	23 ± 1
Gel time (sec)	26 ± 1	27 ± 1
Tack free time (sec)	43 ± 3	43 ± 1
Rise time (sec)	69 ± 2	54 ± 2
Density (kg/m^3)	42.4 ± 2	34.0 ± 1
Foam height* (cm)	18.8 ± 0.1	20.5 ± 0.6
ลักษณะทางกายภาพของโฟม	เนื้อโฟมสีน้ำตาลอ่อน ผิวละเอียดไม่เป็นขุย ไม่มีรอยแตก	เนื้อโฟมสีน้ำตาลอ่อน ผิวละเอียดเป็นขุยเล็กน้อย ไม่มีรอยแตก

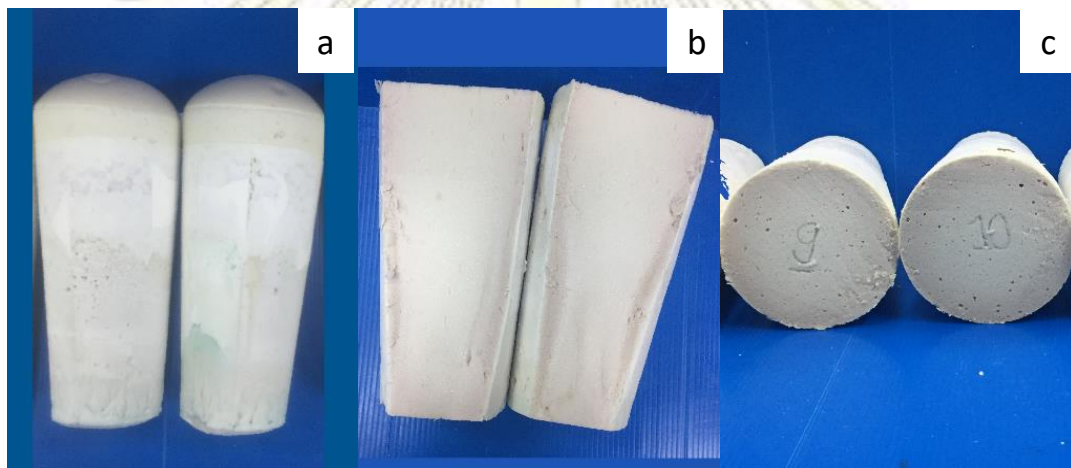
*ขึ้นรูปโฟมในแก้วกระดาษที่มีความสูง 16 cm และมีปริมาตร 700 ml

จากผลการทดลอง (ตารางที่ 3.2) ที่แสดงข้อมูล cream time, gel time, tack free time และ rise time ของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 ที่ NCO index = 160 พบว่า cream time, gel time และ tack free time ไม่มีความแตกต่างของเวลา แต่เมื่อพิจารณาที่ rise time ของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 พบว่าเวลาที่ใช้มีค่ามากกว่าที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 แสดงว่าเมื่อใช้อัตราส่วนโมลของ K-15 เพิ่มขึ้นก็จะทำให้โฟมหยุดฟูเร็วขึ้น แต่ความหนาแน่นของโฟมลดลงเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโมล K-15 เนื่องจากความสูงของโฟมที่เพิ่มขึ้น เมื่อพิจารณาลักษณะทางกายภาพของโฟม พบว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ให้เนื้อโฟมสีน้ำตาลอ่อน ผิวละเอียดไม่เป็นขุยไม่มีรอยแตก (รูปที่ 3.4) แต่ที่ $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 เนื้อโฟมสีน้ำตาลอ่อนผิวละเอียดไม่มีรอยแตกแต่เป็นขุยเล็กน้อย (รูปที่ 3.5)

จากผลการทดลองจึงสรุปได้ว่าที่ NCO index = 160 การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 มีประสิทธิภาพที่ดีกว่าในด้านของลักษณะทางกายภาพของโฟม แต่เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 มีประสิทธิภาพที่ดีกว่าในด้านของเวลาที่ปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์เร็วกว่า และความหนาแน่นที่ต่ำกว่า



รูปที่ 3.4 โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 160 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง



รูปที่ 3.5 โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 ที่ NCO index = 160 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง

3.3.2 การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่ NCO index = 200

การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 โดยมีวิธีการสังเคราะห์ที่เช่นเดียวกับการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทน ซึ่งจะดูความแตกต่างของอัตราส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อสมบัติของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรต ที่ NCO index = 200

ตารางที่ 3.3 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่ NCO index = 200

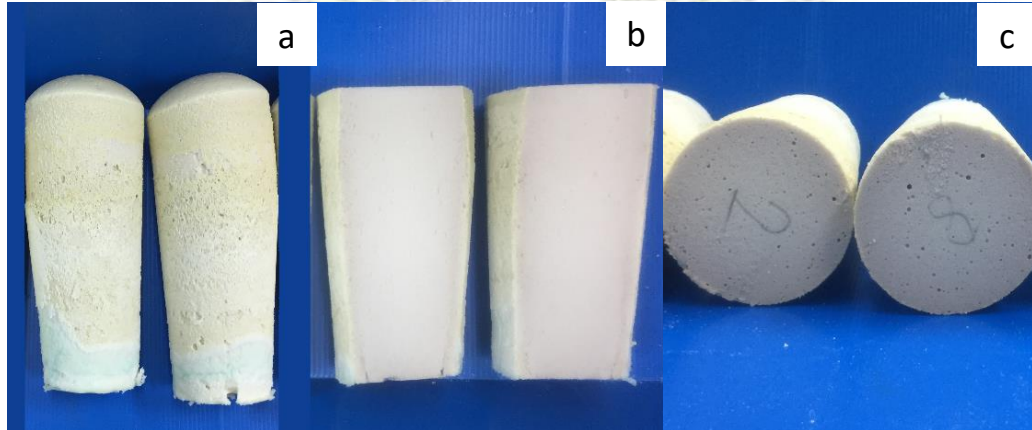
เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและสมบัติของโฟม	$\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15	
	0.5 : 3	0.5 : 5
Cream time (sec)	27 ± 1	27 ± 1
Gel time (sec)	34 ± 1	31 ± 2
Tack free time (sec)	73 ± 5	51 ± 2
Rise time (sec)	101 ± 4	66 ± 3
Density (kg/m^3)	45.3 ± 3	41.6 ± 4
Foam height* (cm)	20.5 ± 0.4	20.5 ± 0.6
ลักษณะทางกายภาพของโฟม	เนื้อโฟมสีน้ำตาลอ่อน ผิวละเอียดไม่เป็นขุย ไม่มีรอยแตก	เนื้อโฟมสีน้ำตาลอ่อน ผิวละเอียดเป็นขุย ไม่มีรอยแตก

*ขึ้นรูปโฟมในแก้วกระดาษที่มีความสูง 16 cm และมีปริมาตร 700 ml

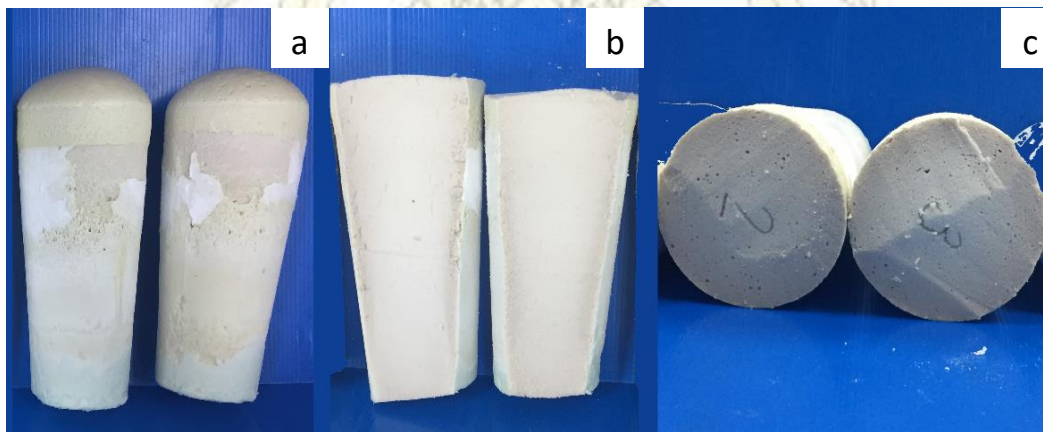
จากผลการทดลอง (ตารางที่ 3.3) ที่แสดงข้อมูล cream time, gel time, tack free time และ rise time ของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 พบว่า cream time ไม่มีความแตกต่างของเวลามากนัก เพราะเป็นการเริ่มทำ blowing reaction สำหรับ gel time เริ่มมีความแตกต่างของเวลามากขึ้น เพราะเป็นการเริ่มทำ gelling reaction การใช้อัตราส่วนโมลของ K-15 มากกว่าก็จะเกิดปฏิกิริยาเร็วกว่า แต่ tack free time ซึ่งเป็นขั้นที่ gelling reaction ทำปฏิกิริยาสมบูรณ์แล้วจะพบว่ามีความแตกต่างของเวลาอย่างชัดเจน โดยโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้อัตราส่วนโมลของ K-15 มากกว่าปฏิกิริยาจะเสร็จสมบูรณ์เร็วกว่า และ rise time ซึ่งเป็นขั้นตอนของ blowing reaction ทำปฏิกิริยาสมบูรณ์เช่นเดียวกันคือ โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้อัตราส่วนโมลของ K-15 มากกว่าปฏิกิริยาจะเสร็จสมบูรณ์เร็วกว่าโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้อัตราส่วนของ K-15 น้อยกว่าอย่างเห็นได้ชัดในส่วนของ tack free time และ rise time ถ้าพิจารณาคู่กันพบว่า tack free time เร็วกว่า rise time แสดงว่าเกิด gelling reaction เสร็จสมบูรณ์ก่อน blowing reaction เมื่อพิจารณาความหนาแน่นพบว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโมลของ K-15 จะทำให้ค่าความหนาแน่นลดลงแต่ไม่แตกต่างกันมากนัก เมื่อดูที่ความสูงก็พบว่าไม่แตกต่างกัน โดยที่อัตราส่วนโมลของ K-15 มากกว่าจะให้ความหนาแน่นที่น้อยกว่าซึ่งอาจเกิดจากความคลาดเคลื่อนในการทดลองจากการผสมสารไม่เป็นเนื้อเดียวกันจากตารางที่ ก.6 พบว่าโฟมทั้ง 3 ชั้นมีความหนาแน่นต่างกันมาก เมื่อพิจารณาลักษณะทางกายภาพพบว่าโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 โฟมที่ได้เป็นเนื้อโฟมสีน้ำตาลอ่อน ผิวละเอียดไม่เป็นขุย ไม่มีรอยแตก ซึ่งเป็นลักษณะทางกายภาพที่ดีของโฟม (รูปที่

3.6) แต่ที่โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 โฟมที่ได้เนื้อโฟมมีสีน้ำตาลอ่อน ไม่มีรอยแตกแตกผิวละเอียด แต่เป็นขุย (รูปที่ 3.7)

จากผลการทดลองจึงสรุปได้ว่าที่ NCO index = 200 การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 มีประสิทธิภาพที่ดีกว่าในด้านของลักษณะทางกายภาพของโฟมแต่ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 มีประสิทธิภาพที่ดีกว่าในด้านของเวลาที่ปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์เร็วกว่า และความหนาแน่นที่ต่ำกว่าเล็กน้อย



รูปที่ 3.6 โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 200 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาด (b) โฟมที่ถูกตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง



รูปที่ 3.7 โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 ที่ NCO index = 200 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาด (b) โฟมที่ถูกตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง

3.3.3 การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง Cu(OAc)₂(EA)₂ : K-15 ที่ NCO index = 250

การสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง Cu(OAc)₂(EA)₂ : K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 โดยมีวิธีการสังเคราะห์เช่นเดียวกับการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทน ซึ่งจะดูความแตกต่างของอัตราส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อสมบัติของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรต ที่ NCO index = 250

ตารางที่ 3.4 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง Cu(OAc)₂(EA)₂ : K-15 ที่ NCO index = 250

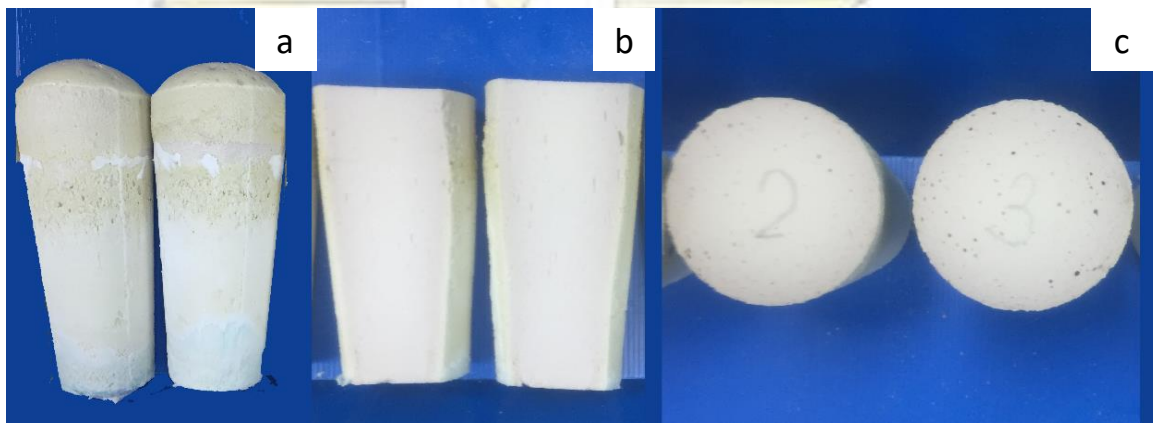
เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและสมบัติของโฟม	Cu(OAc) ₂ (EA) ₂ : K-15	
	0.5 : 3	0.5 : 5
Cream time (sec)	26 ± 1	26 ± 1
Gel time (sec)	31 ± 1	34 ± 1
Tack free time (sec)	68 ± 2	56 ± 1
Rise time (sec)	92 ± 3	76 ± 2
Density (kg/m ³)	50.5 ± 2	49.6 ± 2
Foam Height* (cm)	22 ± 0.5	21.6 ± 0.2
ลักษณะทางกายภาพของโฟม	เนื้อโฟมสีน้ำตาลอ่อน ผิวละเอียดเป็นขุยเล็กน้อย ไม่มีรอยแตก	เนื้อโฟมสีน้ำตาลอ่อน ผิวละเอียดเป็นขุย มีรอยแตก

*ขึ้นรูปโฟมในแก้วกระดาษที่มีความสูง 16 cm และมีปริมาตร 700 ml

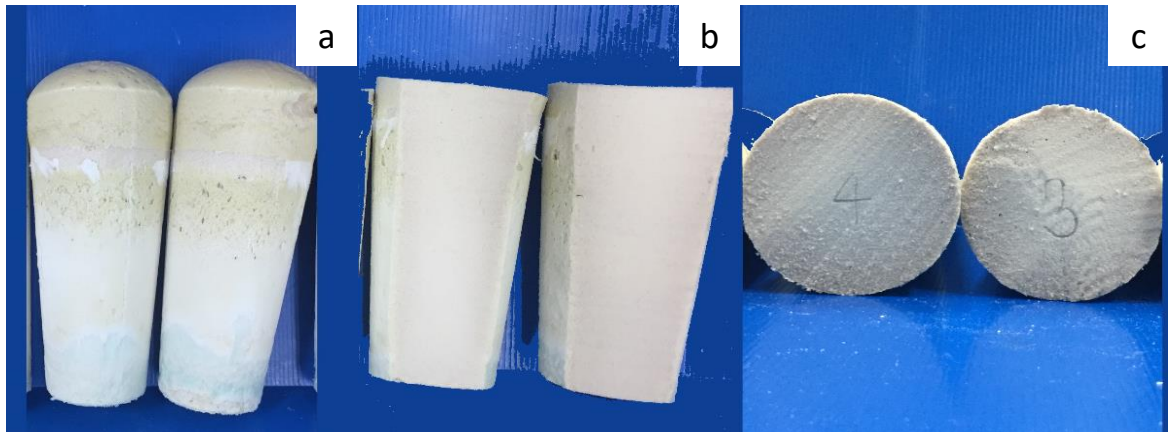
จากผลการทดลอง (ตารางที่ 3.4) พบว่า cream time, gel time, tack free time และ rise time ของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง Cu(OAc)₂(EA)₂ : K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 พบว่า cream time ไม่มีความแตกต่างของเวลาเพราะเป็นการเริ่มทำ blowing reaction สำหรับ gel time เป็นการเริ่มทำ gelling reaction พบว่ามีความแตกต่างของเวลามากขึ้น โดยปกติแล้วโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนโมล K-15 มากกว่าจะเร่งปฏิกิริยาให้เกิดเร็วกว่า ซึ่งผลที่ได้ของ gel time ที่ isocyanate index 250 ไม่เป็นไปตามทฤษฎีที่ควรจะเป็น แต่เมื่อดู tack free time และ rise time พบว่า gelling reaction และการหยุดฟูของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนโมล K-15 มากกว่าจะทำปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์เร็วกว่าโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนโมล K-15 น้อยกว่า และเมื่อพิจารณาความหนาแน่นพบว่าความหนาแน่นของโฟมไม่แตกต่างกันมากเมื่อเพิ่มตัวเร่งปฏิกิริยาอัตราส่วนโมลของ K-15 และความสูงของโฟมทั้ง 2 อัตราส่วนโมลไม่แตกต่างกันด้วย เมื่อพิจารณาลักษณะทางกายภาพของโฟม พบว่าโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่ง

ปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 โฟมที่ได้เป็นเนื้อโฟมมีสีน้ำตาลอ่อน ผิวละเอียดเป็นขุยเล็กน้อยไม่มีรอยแตก ซึ่งเป็นลักษณะที่ดีของโฟม (รูปที่ 3.8) แต่ที่โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 โฟมที่ได้เนื้อโฟมมีสีน้ำตาลอ่อน แต่มีรอยแตก และผิวละเอียดเป็นขุย (รูปที่ 3.9)

จากผลการทดลองจึงสรุปได้ว่าที่ NCO index = 250 การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 มีประสิทธิภาพที่ดีกว่าในด้านของลักษณะทางกายภาพของโฟม แต่การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 มีประสิทธิภาพที่ดีกว่าในด้านของเวลาที่ปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์เร็วกว่า แต่ความหนาแน่นให้ค่าที่ใกล้เคียงกัน



รูปที่ 3.8 โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 250 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาด (b) โฟมที่ถูกตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง



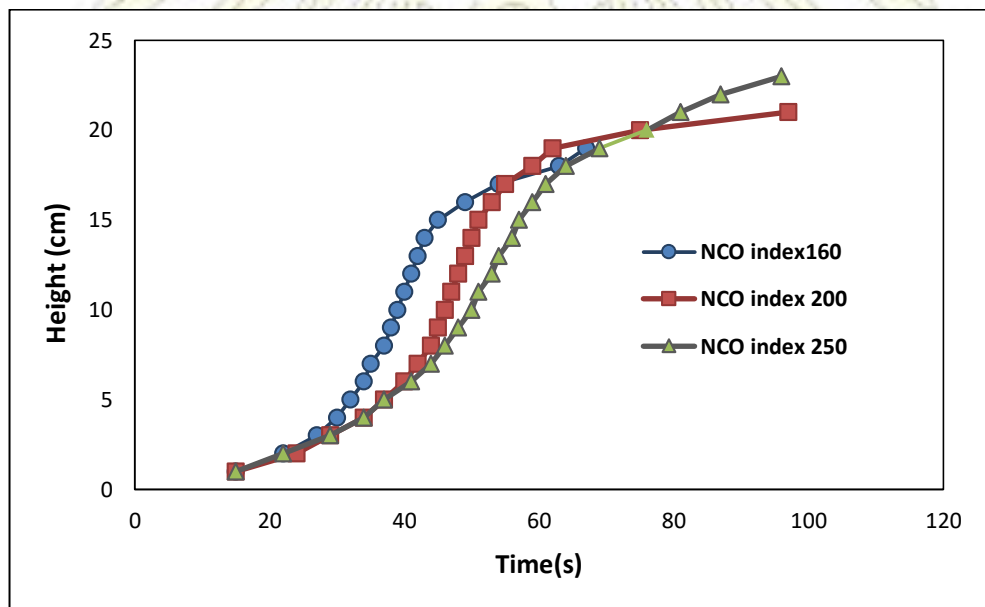
รูปที่ 3.9 โฟมพอลิไอโซไซยานูเรทที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 ที่ NCO index = 250 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดในแนวตั้ง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง

เมื่อเปรียบเทียบผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA ที่ NCO index = 100 และโฟมพอลิไอโซไซยานูเรทที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 โดยเฉลี่ยแล้วพบว่าโฟมพอลิไอโซไซยานูเรทให้ความหนาแน่นที่มากกว่าโฟมพอลิยูรีเทน และพบว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ให้เวลาการเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์เร็วกว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA เมื่อพิจารณาโฟมพอลิไอโซไซยานูเรทที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 ความหนาแน่นของแต่ละ NCO index มีค่าเรียงตามลำดับดังนี้ NCO index 250 > NCO index 200 > NCO index 160 เป็นเพราะว่าเมื่อเพิ่ม NCO index ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้นั้นคือ PMDI ก็เพิ่มขึ้นด้วย โดยการเพิ่มขึ้นของ PMDI จะทำให้เกิด trimerization reaction เพิ่มขึ้นโดยจะเกิดจาก PMDI ที่เหลือจากการทำปฏิกิริยากับพอลิออลในระบบ โดย PMDI จะทำปฏิกิริยากันเองได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นสายโซ่ของไอโซไซยานูเรทเพิ่มขึ้น โครงสร้างที่เป็นสายโซ่ที่มากขึ้นนี้จึงเป็นสาเหตุที่ทำให้ความหนาแน่นของโฟมเพิ่มขึ้นนั่นเอง และลักษณะทางกายภาพพบว่าโฟมพอลิไอโซไซยานูเรทที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ให้ลักษณะทางกายภาพ หรือชิ้นงานที่ดีกว่าโฟมพอลิไอโซไซยานูเรทที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5

3.4 ความเร็วในการฟู (rise profile) ของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3

Rise profile เป็นการศึกษาวเวลาการทำปฏิกิริยาของโฟมโดยเริ่มต้นที่ blowing reaction โดยเป็นปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานูเรตกับน้ำเป็นปฏิกิริยาเริ่มต้นของการเกิดโฟมพอลิยูรีเทน ซึ่งระหว่างนั้นจะเกิด gelling reaction ไปด้วยโดยเป็นปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานูเรตกับพอลิออลเป็นปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) ได้เป็นโฟมพอลิยูรีเทน และ trimerization reaction จะเกิดเมื่อมีไอโซไซยานูเรตที่เหลือจากการทำปฏิกิริยากับพอลิออลโดยไอโซไซยานูเรตที่เหลือจะทำปฏิกิริยากันเองเกิดเป็นสายโซ่ของไอโซไซยานูเรต และเมื่อโฟมหยุดฟูขึ้นตอนนี้คือ blowing reaction จะเสร็จสมบูรณ์นั่นเอง

ทำการทดลองโดยสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตแล้วบันทึกเวลาที่ความสูงต่างๆ ดังตารางที่ ก.8 เมื่อพิจารณา rise profile ของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่นำมาศึกษาโดยเป็นโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 160, 200 และ 250 ซึ่งเป็นอัตราส่วนที่ให้สมบัติโฟมที่ดีกว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5



รูปที่ 3.10 rise profile ของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 160, 200 และ 250

จากรูปที่ 3.10 พบว่าโพลีโพลีไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ในทุก NCO index มีความชัน (slope) ของกราฟ และความสูงมีแนวโน้มไปในทางทิศเดียวกัน โดยความสูงของเส้นกราฟเมื่อโพลีโพลีไอโซไซยานูเรตมีค่าตามลำดับดังนี้ NCO index 250 > NCO index 200 > NCO index 160 และเวลาที่โพลีโพลีไอโซไซยานูเรตมีค่าตามลำดับนี้ NCO index 160 จะใช้เวลาน้อยที่สุด แต่ NCO index 200 และ NCO index 250 ใช้เวลาใกล้เคียงกันในการทำปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์ เมื่อเปรียบเทียบข้อมูล rise profile กับตารางที่ 3.2, 3.3 และ 3.4 พบว่ามีความสัมพันธ์กับ rise time และความสูงของโพลีโพลีไอโซไซยานูเรต โดยพบว่า rise time และความสูงของโพลีโพลีไอโซไซยานูเรตมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่ม NCO index

3.5 การศึกษา Isocyanate conversion (%NCO conversion)

ในปี ค.ศ.2001 Modesti และคณะ¹² ได้ศึกษา NCO conversion และคำนวณอัตราส่วนระหว่าง polyisocyanurate/polyurethane (PIR/PUR) ในโพลีโพลีไอโซไซยานูเรตด้วยเทคนิค IR spectroscopy โดย NCO conversion จะแสดงการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นนั้นคือไอโซไซยานูเรต โดยเปรียบเทียบปริมาณหมู่ไอโซไซยานูเรตก่อน และหลังทำปฏิกิริยา หากปฏิกิริยาเกิดได้อย่างสมบูรณ์ %NCO conversion จะมีค่าเท่ากับ 100 โดยดูที่พื้นที่ใต้พีคที่ 2272 cm^{-1} ส่วนอัตราส่วน PIR/PUR จะแสดงการเปรียบเทียบการเกิดโพลีโพลีไอโซไซยานูเรตกับโพลีโพลีไอโซไซยานูเรตว่าเกิดปฏิกิริยาเป็น PIR หรือ PUR มากกว่ากัน หากมีค่าน้อยกว่า 1 แสดงว่าไอโซไซยานูเรตส่วนใหญ่เกิดปฏิกิริยากับพอลิโพลีไอโซไซยานูเรตได้ผลิตภัณฑ์เป็นโพลีโพลีไอโซไซยานูเรตมากกว่าการเกิด trimerization reaction ระหว่างไอโซไซยานูเรต และได้ผลิตภัณฑ์เป็นโพลีโพลีไอโซไซยานูเรต และหากมีค่ามากกว่า 1 แสดงว่าเกิด trimerization reaction ระหว่างไอโซไซยานูเรต และได้ผลิตภัณฑ์เป็นโพลีโพลีไอโซไซยานูเรตมากกว่าการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานูเรตกับพอลิโพลีไอโซไซยานูเรตได้ผลิตภัณฑ์เป็นโพลีโพลีไอโซไซยานูเรต

สำหรับการคำนวณ %NCO conversion สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2 (บทที่ 2 ข้อ 2.5) ดังนี้

$$\% \text{NCO conversion} = \left[1 - \frac{\text{NCO}^f}{\text{NCO}^i} \right] \times 100 \quad (2)$$

NCO^f = final concentration of isocyanate

NCO^i = initial concentration of isocyanate

ในงานวิจัยนี้จะคำนวณ %NCO conversion จากข้อมูลในตารางที่ 3.5 โดยคำนวณพื้นที่ใต้พีคของ isocyanate หลังทำปฏิกิริยา ใน IR spectrum โดยนำมาเปรียบเทียบกับพื้นที่ใต้พีคของ isocyanate ก่อนทำปฏิกิริยา เมื่อพิจารณา IR spectrum ของ PMDI ก่อนและหลังทำปฏิกิริยาพบว่าปริมาณของหมู่ฟีนิล (Ar-H) จะคงที่ ดังนั้นจึงใช้พีคของหมู่ฟีนิลเป็นตัวเทียบปริมาณสารตั้งต้นให้มีปริมาณเท่ากัน

ตารางที่ 3.5 %NCO conversion ของพื้นที่ใต้พีคของโพลีเมอริสที่สังเคราะห์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA ที่ NCO index = 100 และโพลีเมอริสไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 ที่ NCO index = 160, 200 และ 250

Catalyst	NCO index	Peak area					% NCO conversion	PIR/PUR	
		NCO 2272 cm^{-1}	ArH 1595 cm^{-1}	PIR 1413 cm^{-1}	PUR 1221 cm^{-1}	NCO ^f เทียบกับ ArH			
DMCHA	100	0.289	2.349	1.115	6.538	0.123	99.9	0.17	
$\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15	0.5 : 3	160	0.205	1.545	3.634	5.581	0.133	99.9	0.65
		200	0.576	1.127	5.070	5.025	0.511	99.5	1.01
		250	0.734	1.259	5.956	4.231	0.583	99.4	1.41
	0.5 : 5	160	0.918	1.953	4.520	4.705	0.470	99.5	0.96
		200	2.037	1.585	6.296	4.035	1.285	98.7	1.56
		250	3.877	1.145	6.452	2.53	3.386	96.5	2.55

การคำนวณ %NCO conversion และ PIR/PUR ของโพลีเมอริสที่สังเคราะห์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA
การคำนวณ %NCO conversion ของโพลีเมอริสไอโซไซยานูเรต

จาก IR spectrum ของ PMDI

$$\% \text{ absorbance ของ NCO} = 98.0 = \text{NCO}^i$$

$$\% \text{ absorbance ของ Ar-H} = 1 \text{ (absorbance อ้างอิงจาก isocyanate)}$$

$$\text{ดังนั้น } \text{NCO conversion ของ PMDI} = \frac{98.0}{1.0} = 98.0$$

จาก IR spectrum ของโพลีเมอริสไอโซไซยานูเรตมี NCO ดังตารางที่ 3.5

ยกตัวอย่างการคำนวณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เป็น DMCHA

$$\% \text{ absorbance ของ NCO} = 0.289$$

$$\% \text{ absorbance ของ Ar-H} = 2.349$$

คำนวณปริมาณ NCO ที่เหลือจริงได้ดังนี้

$$\% \text{ absorbance ของ Ar-H} = 2.349 \text{ มี NCO เหลือในระบบ} = 0.289$$

$$\text{ถ้า } \% \text{ absorbance ของ Ar-H} = 1.0 \text{ จะมี NCO เหลือในระบบ} = \frac{1.0 \times 0.289}{2.349} = 0.123 = \text{NCO}^f$$

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น \%NCO conversion} &= \left[1 - \frac{\text{NCO}^f}{\text{NCO}^i}\right] \times 100 \\ &= \left[1 - \frac{0.123}{98.0}\right] \times 100 = 99.9\% \end{aligned}$$

การคำนวณอัตราส่วน PIR/PUR ของโพลีเอทิลีน

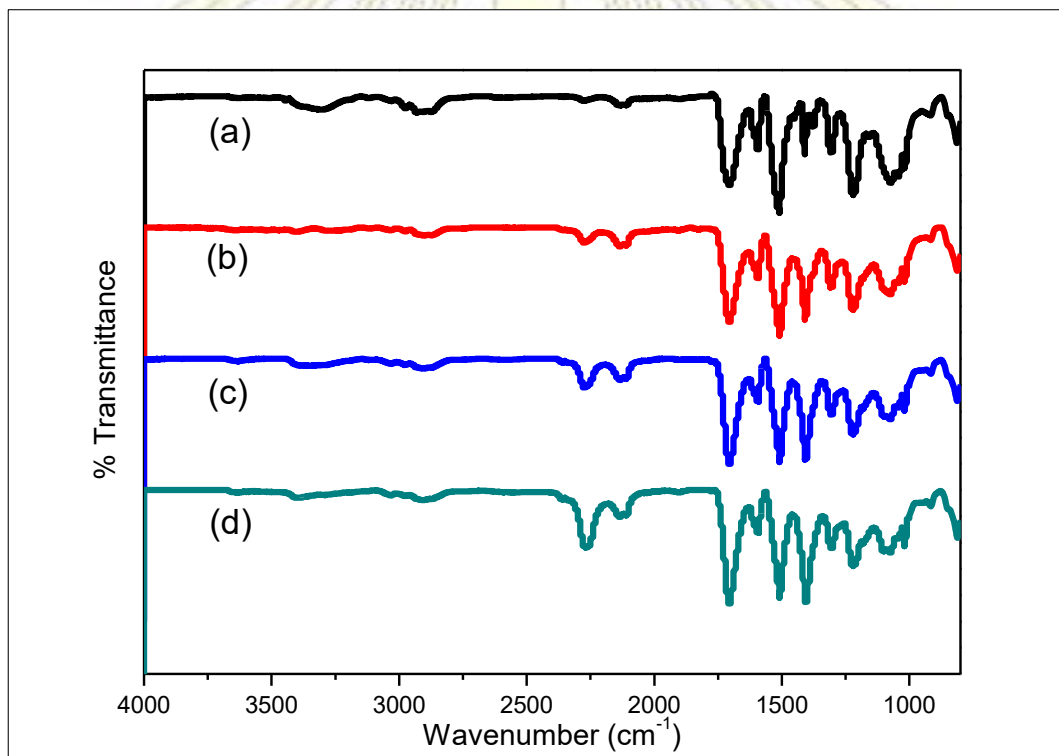
ยกตัวอย่างการคำนวณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เป็น DMCHA

% absorbance ของ isocyanurate (PIR) = 1.115

% absorbance ของ urethane (PUR) = 6.538

$$\text{ดังนั้น PIR/PUR} = \frac{1.115}{6.538} = 0.17$$

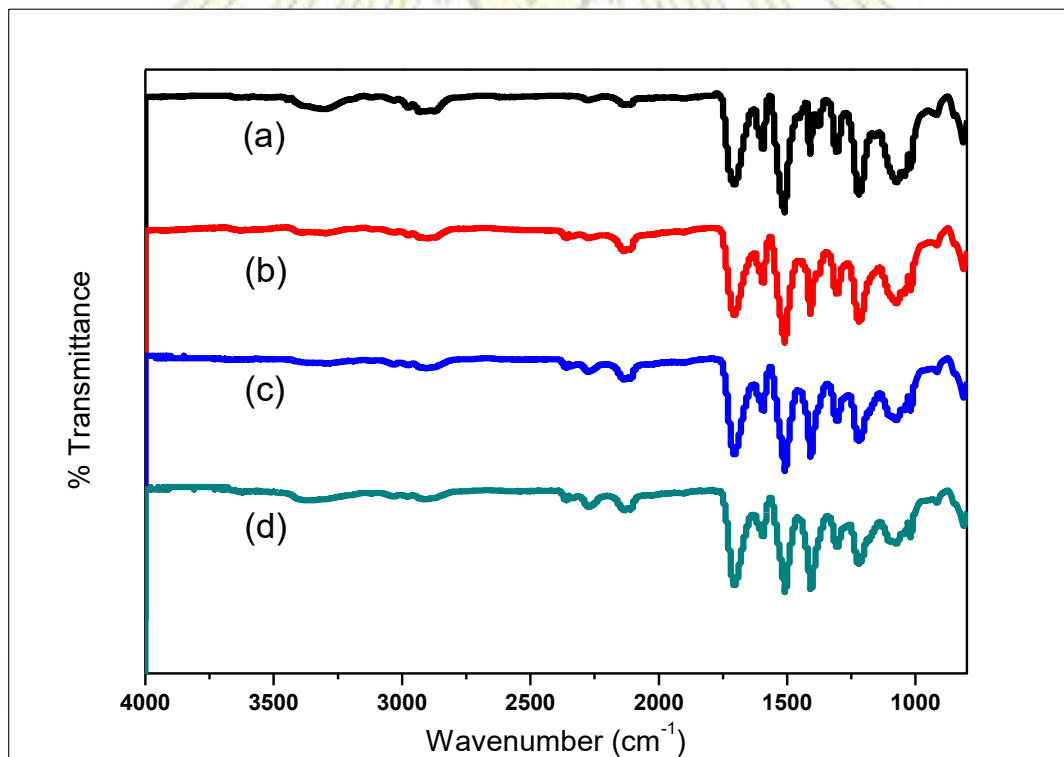
การคำนวณ %NCO conversion และ PIR/PUR ของโพลีเอทิลีนไอโซไซยานูเรตทำเช่นเดียวกันกับกรณีของโพลีเอทิลีน



รูปที่ 3.11 IR spectrum ของโพลีเอทิลีนที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA ที่ (a) NCO index = 100 และโพลีเอทิลีนไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ที่ (b) NCO index = 160 (c) NCO index = 200 (d) NCO index = 250

จากรูปที่ 3.11 ที่แสดง IR spectrum ของโฟมพอลิยูรีเทนที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA ที่ NCO index = 100 และโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 160, 200 และ 250 พบว่ามีพีคของไอโซไซยานูเรตปรากฏที่ประมาณ 2272 cm^{-1} พีคของพอลิยูรีเทนปรากฏที่ประมาณ 1221 cm^{-1} พีคของพอลิไอโซไซยานูเรตปรากฏที่ประมาณ 1413 cm^{-1} ซึ่งจากการคำนวณ %NCO conversion พบว่าโฟมพอลิยูรีเทนที่ NCO index = 100 มีค่ามากกว่า 99% แสดงว่าสารตั้งต้นทำปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์ ในส่วนของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ NCO index = 160, 200 และ 250 ต่างก็มีค่า %NCO conversion มากกว่า 99% แสดงว่าสารตั้งต้นทำปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์เช่นเดียวกัน

เมื่อพิจารณาอัตราส่วน PIR/PUR พบว่าโฟมพอลิยูรีเทนที่ NCO index = 100 มีค่า PIR/PUR น้อยกว่า 1 แสดงว่าไอโซไซยานูเรตส่วนใหญ่เกิดปฏิกิริยากับพอลิออลได้ผลิตภัณฑ์เป็นพอลิยูรีเทนมากกว่าการเกิดปฏิกิริยาไตรเมอไรเซชันระหว่างไอโซไซยานูเรต และได้ผลิตภัณฑ์เป็นไอโซไซยานูเรต ในส่วนของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ NCO index = 160, 200 และ 250 อัตราส่วน PIR/PUR พบว่ามีค่ามากกว่า 1 ในกรณีของ NCO index = 200 และ 250 ซึ่งแสดงถึงการเกิดปฏิกิริยาได้ผลิตภัณฑ์เป็นพอลิไอโซไซยานูเรตมากกว่าการเกิดปฏิกิริยาได้ผลิตภัณฑ์เป็นพอลิยูรีเทน แต่ที่ NCO index = 160 มีค่าน้อยกว่า 1 แสดงว่าเกิดพอลิไอโซไซยานูเรตน้อยกว่าการเกิดพอลิยูรีเทน



รูปที่ 3.12 IR spectrum ของโฟมพอลิยูรีเทนที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA ที่ (a) NCO index = 100 และโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 ที่ (b) NCO index = 160 (c) NCO index = 200 (d) NCO index = 250

จากรูปที่ 3.12 ที่แสดง IR spectrum ของโพลีเอไมด์ที่สังเคราะห์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA ที่ NCO index = 100 และโพลีเอไมด์ไฮดรอกซีที่สังเคราะห์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 160, 200 และ 250 พบว่ามีพีคของไฮดรอกซิลที่ประมาณ 2272 cm^{-1} พีคของโพลีเอไมด์ที่ประมาณ 1221 cm^{-1} พีคของโพลีเอไมด์ไฮดรอกซีที่ประมาณ 1413 cm^{-1} ซึ่งจากการคำนวณ %NCO conversion พบว่าโพลีเอไมด์ไฮดรอกซีที่ NCO index = 160 มีค่ามากกว่า 99% แสดงว่าสารตั้งต้นทำปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์ สำหรับโพลีเอไมด์ไฮดรอกซีที่ NCO index = 200 มี %NCO conversion มากกว่า 98% ซึ่งแสดงว่าสารตั้งต้นทำปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์ เช่นเดียวกันแต่น้อยกว่าที่ NCO index = 160 สำหรับโพลีเอไมด์ไฮดรอกซีที่ NCO index = 250 มี %NCO conversion เท่ากับ 96% ซึ่งแสดงว่าสารตั้งต้นทำปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์แต่น้อยกว่าเมื่อเทียบกับที่ NCO index = 160 และ 200

เมื่อพิจารณาอัตราส่วน PIR/PUR ของโพลีเอไมด์ไฮดรอกซีที่ NCO index = 160, 200 และ 250 อัตราส่วน PIR/PUR พบว่ามีค่ามากกว่า 1 ในกรณีของ NCO index = 200 และ 250 ซึ่งแสดงถึงการเกิดปฏิกิริยาเป็นโพลีเอไมด์ไฮดรอกซีมากกว่าการเกิดปฏิกิริยาเป็นโพลีเอไมด์ แต่ที่ NCO index = 160 มีค่าน้อยกว่า 1 แสดงว่าเกิดโพลีเอไมด์ไฮดรอกซีน้อยกว่าการเกิดโพลีเอไมด์ สามารถสังเกตได้ว่าโพลีเอไมด์ไฮดรอกซีที่สังเคราะห์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 จะเกิดโพลีเอไมด์ไฮดรอกซีมากกว่าโพลีเอไมด์ที่สังเคราะห์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 โดยสรุปได้ว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโมลของ K-15 ก็จะทำให้เกิดโพลีเอไมด์ไฮดรอกซีเพิ่มขึ้น และทั้ง 2 อัตราส่วนโมลของ $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่ NCO index = 160 จะให้โพลีเอไมด์ไฮดรอกซีน้อยเมื่อเทียบกับที่ NCO index = 200 และ 250

บทที่ 4

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

4.1 สรุปผลการทดลอง

จากการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์-เอทานอลามีน พบว่า UV-visible spectra ของ $\text{Cu}(\text{OAc})_2$ และ $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$ ในเอทิลีนไกลคอลที่วัดได้ให้ค่าตรงกับงานวิจัยตามเอกสารอ้างอิง ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารที่สังเคราะห์ได้นั้นคือ $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$

จากการสังเคราะห์โพลีเมอร์โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA ที่ NCO index = 100 และโพลีเอทิลีนไกลคอลที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 โดยเฉลี่ยแล้วพบว่าโพลีเอทิลีนไกลคอลให้ความหนาแน่นที่มากกว่าโพลีเมอร์

จากการสังเคราะห์โพลีเอทิลีนไกลคอล โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 และสังเคราะห์โพลีเอทิลีนไกลคอลที่ NCO index = 160, 200 และ 250 เมื่อพิจารณาความหนาแน่นพบว่าที่ NCO index = 160 โพลีเอทิลีนไกลคอลที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 ให้ค่าความหนาแน่นที่น้อยกว่าที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโมลของ K-15 จะทำให้ปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์ที่เร็วกว่า และเมื่อพิจารณาเนื้อโพลีของทั้ง 2 อัตราส่วนโมลจะพบว่าเนื้อโพลีมีสีน้ำตาลอ่อน และที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 เนื้อโพลีผิวละเอียดไม่เป็นขุย ไม่มีรอยแตก แต่ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 พบว่าเป็นขุยเล็กน้อย ส่วนความสูงของโพลีที่เตรียมในแก้วกระดาษที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 จะให้ความสูงมากกว่าอัตราส่วนโมล 0.5 : 3

เมื่อพิจารณาที่ NCO index = 200 โพลีเอทิลีนไกลคอลที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ให้ค่าความหนาแน่นที่มากกว่าที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 เมื่อพิจารณาเนื้อโพลีของทั้ง 2 อัตราส่วนโมลจะพบว่าเนื้อโพลีมีสีน้ำตาลอ่อน และที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 เนื้อโพลีผิวละเอียดไม่เป็นขุย ไม่มีรอยแตก แต่ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 พบว่าเป็นขุยส่วนความสูงของโพลีที่เตรียมในแก้วกระดาษทั้ง 2 อัตราส่วนโมลจะให้ความสูงที่เท่ากัน และเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโมลของ K-15 จะทำให้ปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์เร็วกว่า

เมื่อพิจารณาที่ NCO index = 250 โพลีเอทิลีนไกลคอลที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่ทั้ง 2 อัตราส่วนโมลพบว่าให้ค่าความหนาแน่นที่ใกล้เคียงกัน เมื่อพิจารณาเนื้อโพลีของทั้ง 2 อัตราส่วนโมลจะพบว่าเนื้อโพลีมีสีน้ำตาลอ่อน และที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 เนื้อโพลีผิวละเอียดไม่เป็นขุย ไม่มีรอยแตก แต่ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 พบว่าเป็นขุยส่วนความสูงของโพลีที่เตรียมในแก้วกระดาษที่ทั้ง 2 อัตราส่วนโมลจะให้ความสูงไม่ต่างกัน และเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโมลของ K-15 จะทำให้ปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์ที่เร็วกว่า

สรุปได้ว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 มีประสิทธิภาพที่ดีกว่าในด้านของลักษณะทางกายภาพของโฟม แต่ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 มีประสิทธิภาพที่ดีกว่าในด้านของเวลาที่ปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์เร็วกว่า ส่วนความหนาแน่นเมื่อเทียบกับ NCO index 200 และ 250 พบว่ามีค่าไม่ต่างกันมากนัก และในการนำมาใช้งานจริงลักษณะทางกายภาพของโฟมในเรื่องของเนื้อผิว ความไม่เป็นขุย และไม่มีรอยแตกจะมีผลมากกว่าเวลาในการเกิดปฏิกิริยา แสดงว่าที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่สุด

เมื่อพิจารณาลักษณะการฟูของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน โดยศึกษา rise profile ของโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 160, 200 และ 250 พบว่าที่ NCO index 160 จะใช้เวลาเร็วที่สุด แต่ NCO index 200 และ NCO index 250 ใช้เวลาใกล้เคียงกันในการทำปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์ เมื่อเปรียบเทียบข้อมูล rise profile กับผลการทดลองตารางที่ 3.2, 3.3 และ 3.4 พบว่ามีความสัมพันธ์กับเวลาในการเกิดปฏิกิริยา คือ rise time และความสูงของโฟม โดยพบว่า rise time และความสูงของโฟมก็มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่ม NCO index

เมื่อคำนวณค่า %NCO conversion จากพื้นที่ใต้พีคไอโซไซยานูเรตหลังทำปฏิกิริยาใน IR spectrum เทียบกับพื้นที่ใต้พีคของไอโซไซยานูเรตก่อนทำปฏิกิริยาใน IR spectrum เพื่อหาปริมาณของหมู่ไอโซไซยานูเรตที่เหลือจากการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 พบว่าค่า %NCO conversion ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 มีค่ามากกว่า 99% ในทุก NCO index ซึ่งแสดงว่าสารตั้งต้นทำปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์ แต่ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 มีค่ามากกว่า 99% ในกรณี NCO index 160 ที่ NCO index = 200 และ 250 มี %NCO conversion มากกว่า 98% และ 96% ตามลำดับ ซึ่งแสดงว่าสารตั้งต้นทำปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์เช่นเดียวกันแต่น้อยกว่าที่ NCO index = 160 จากการคำนวณ %NCO conversion พบว่าที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ไอโซไซยานูเรตจะเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์กว่าการใช้อัตราส่วนโมล 0.5 : 5 จึงสรุปได้ว่าอัตราส่วนโมล 0.5 : 3 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมกว่าอัตราส่วนโมล 0.5 : 5

เมื่อใช้อัตราส่วนโมลระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 = 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 ที่ NCO index = 200 และ 250 จะได้ค่า PIR/PUR มากกว่า 1 แสดงว่าได้ผลิตภัณฑ์เป็นโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตมากกว่าได้ผลิตภัณฑ์เป็นโฟมพอลิยูรีเทน แต่ที่ NCO index = 160 มีค่าน้อยกว่า 1 แสดงว่าเกิดโฟมพอลิไอโซไซยานูเรตน้อยกว่าการเกิดโฟมพอลิยูรีเทน จากผลการคำนวณอัตราส่วน PIR/PUR แสดงให้เห็นว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 และ 0.5 : 5 จะเหมาะสมในการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ NCO index = 200 และ 250

โดยจากการศึกษาลักษณะทางกายภาพ เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาการเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์โดยดู %NCO conversion และปริมาณการเกิดพอลิไอโซไซยานูเรตเทียบกับพอลิยูรีเทนจากอัตราส่วน PIR/PUR จึงสรุปได้ว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโมลของ K-15 ก็จะทำให้เกิดพอลิไอโซไซยานูเรตเพิ่มขึ้น การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 เหมาะสมในการนำมาสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ NCO index = 200 และ 250 และจากการศึกษาตัวแปรทั้งหมดแสดงให้เห็นว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตที่ NCO index = 200 และ 250

4.2 ข้อเสนอแนะ

ศึกษาการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 โดยปรับเปลี่ยนอัตราส่วนโมล และตัวแปรต่างๆเพื่อให้ได้สมบัติของโฟมที่ดีขึ้น เช่น ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ปริมาณ blowing agent และ NCO index



เอกสารอ้างอิง

1. Randall D, Lee S, editors. Huntsman polyurethanes – the polyurethanes book. United Kingdom: John Wiley & Sons; 2002; Chapter 9, pp 141-145; Chapter 15, pp 229-233.
2. Reymore HE, Jr, Carleton PS, Kolakowski RA, Sayigh AAR. Isocyanurate foams: chemistry, properties and processing. *J Cell Plast.* 1975;11(6):328-44.
3. Modesti M, Lorenzetti A. Flame retardancy of polyisocyanurate–polyurethane foams: use of different charring agents. *Polym Degrad Stab.* 2002;78(2):341-7.
4. Jongjitsatitmun N. Preparation of rigid polyurethane foams catalyzed by copper-ethanolamine complex. 44th Graduate Research Driven Thailand 4.0, Ubon Ratchathani University, Ubon Ratchathani, Thailand, Oct 19-20, 2017.
5. Imai Y, Inukai T, Tamashima M. Study on combustibility of urethane-modified polyisocyanurate foam. *J Fire Sci.* 1983;1(5):348-63.
6. Lövenich CJ, Raffel B. A Quantitative investigation of the effect of the recipe on the trimer-yield in polyisocyanurate foams. *J Cell Plast.* 2006;42(4):289-305.
7. Okuzono S, Tokumoto K, Tamano Y, Lowe DW. New polyisocyanurate catalysts which exhibit high activity at low temperature. *J Cell Plast.* 2001;37(1):72-89.
8. Modesti M, Lorenzetti A, Simioni F, Checchin M. Influence of different flame retardants on fire behaviour of modified PIR/PUR polymers. *Polym Degrad Stab.* 2001;74(3):475-9.
9. Liu Y, He J, Yang R. Effects of dimethyl methylphosphonate, aluminum hydroxide, ammonium polyphosphate, and expandable graphite on the flame retardancy and thermal properties of polyisocyanurate–polyurethane foams. *Ind Eng Chem Res.* 2015;54(22):5876-84.
10. Hejna A, Kirpluks M, Kosmela P, Cabulis U, Haponiuk J, Piszczyk Ł. The influence of crude glycerol and castor oil-based polyol on the structure and performance of rigid polyurethane-polyisocyanurate foams. *Ind Crops Prod.* 2017;95:113-25.
11. Sridaeng D, Jitaree W, Thiampanya P, Chantarasiri N. Preparation of rigid polyurethane foams using low-emission catalysts derived from metal acetates and ethanolamine. *e-Polymers.* 2016;16(4):265-75.
12. Modesti M, Lorenzetti A. An experimental method for evaluating isocyanate conversion and trimer formation in polyisocyanate–polyurethane foams. *Eur Polym J.* 2001;37(5):949-54.



ภาคผนวก

ภาคผนวก ก
ตารางบันทึกผลการทดลอง

ตารางที่ ก.1 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนที่ NCO index = 100 โดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw

ครั้งที่	Cream time (sec)	Gel Time (sec)	Rise time (sec)	Tack free time (sec)	Height (cm)	การหา Density				
						กว้าง (cm)	ยาว (cm)	สูง (cm)	น้ำหนัก (g)	Density (kg/m ³)
1	23	35	133	160	15.3	3.064	3.004	3.080	1.078	38.03
						3.040	2.982	3.040	1.060	38.46
						3.020	3.020	3.102	1.096	38.52
2	24	34	137	165	15.5	3.090	2.992	3.082	1.111	38.99
						3.060	3.020	3.100	1.114	38.89
						3.100	3.000	2.992	1.082	38.88
3	22	34	139	158	15.4	3.082	3.094	3.120	1.131	38.02
						3.070	3.080	3.108	1.128	38.38
						3.050	3.082	3.130	1.171	39.80
4	24	34	133	161	14.2	3.010	3.028	3.226	1.167	39.69
						3.018	2.962	3.150	1.133	40.24
						3.020	2.992	3.140	1.152	40.60
5	23	32	140	170	15.5	3.082	3.180	3.034	1.122	37.73
						3.040	3.122	3.030	1.129	39.26
						3.110	3.188	3.000	1.189	39.97
6	25	35	143	155	15.4	3.000	3.188	3.040	1.143	39.31
						3.140	3.068	2.972	1.137	39.71
						3.030	3.085	3.058	1.144	40.02
7	22	35	138	156	15.4	3.040	3.028	3.040	1.064	38.02
						3.040	3.050	3.046	1.079	38.20
						3.030	3.040	3.078	1.103	38.90
8	22	35	130	155	14.9	3.090	3.010	3.038	1.069	37.83
						3.080	3.060	2.996	1.081	38.28
						3.094	3.060	3.000	1.121	39.47
9	24	35	135	151	15.3	3.100	2.982	3.070	1.057	37.24
						3.110	3.068	3.000	1.066	37.24
						2.960	3.052	3.020	1.03	37.75

ตารางที่ ก.1 (ต่อ)

ครั้งที่	Cream time (sec)	Gel Time (sec)	Rise time (sec)	Tack free time (sec)	Height (cm)	การหา Density				
						กว้าง (cm)	ยาว (cm)	สูง (cm)	น้ำหนัก (g)	Density (kg/m ³)
10	22	33	132	158	14.8	3.090	3.140	3.060	1.125	37.89
						3.040	3.122	3.020	1.078	37.61
						3.038	3.052	3.020	1.072	38.28
ค่าเฉลี่ย	23	34	136	159	15.2					38.71
SD	1	1	4	5	0.4					1



ตารางที่ ก.2 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 = 0.5 : 3 ที่ NCO index 160

ครั้งที่	Cream time (sec)	Gel Time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Height (cm)	การหา Density				
						กว้าง (cm)	ยาว (cm)	สูง (cm)	น้ำหนัก (g)	Density (kg/m^3)
1	20	25	39	70	18.8	3.118	3.090	3.056	1.165	39.57
						3.010	3.000	3.030	1.162	42.47
						3.056	3.000	3.080	1.256	44.48
2	21	24	43	72	18.8	3.080	3.068	2.968	1.140	40.65
						3.014	3.000	2.950	1.167	43.75
						3.050	3.030	2.952	1.219	44.68
3	21	24	42	69	18.9	3.070	3.054	2.974	1.101	39.49
						3.040	2.980	2.960	1.114	41.54
						3.070	2.958	2.990	1.187	43.72
4	22	25	44	68	18.8	3.100	2.962	3.038	1.147	41.12
						3.080	3.054	3.028	1.206	42.34
						3.020	3.048	2.982	1.210	44.08
5	23	25	40	68	18.7	3.070	3.106	3.040	1.184	40.84
						3.138	2.980	3.000	1.201	42.81
						3.120	3.020	3.004	1.220	43.10
6	22	25	45	67	19	3.118	3.030	3.018	1.130	39.63
						3.000	3.000	2.970	1.106	41.38
						3.100	2.982	3.028	1.219	43.55
7	22	26	44	65	18.6	3.100	3.100	2.960	1.262	44.37
						3.100	2.988	2.990	1.285	46.40
						3.066	3.060	2.880	1.320	48.85
8	23	27	46	70	19.1	3.050	3.060	3.000	1.092	39.00
						3.000	2.984	2.988	1.072	40.08
						3.040	2.942	2.900	1.093	42.14
9	22	28	43	69	18.8	3.120	3.040	3.074	1.173	40.23
						3.070	3.000	3.060	1.201	42.61
						3.120	2.992	3.040	1.250	44.05
10	22	27	48	67	19	3.100	3.130	3.054	1.182	39.89
						3.080	3.050	3.040	1.190	41.67
						3.050	3.090	2.968	1.229	43.94
ค่าเฉลี่ย	22	26	43	69	18.8					42.41
SD	1	1	3	2	0.1					2

ตารางที่ ก.3 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 = 0.5 : 3 ที่ NCO index 200

ครั้งที่	Cream time (sec)	Gel Time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Height (cm)	การหา Density				
						กว้าง (cm)	ยาว (cm)	สูง (cm)	น้ำหนัก (g)	Density (kg/m^3)
1	26	36	83	102	21.0	3.050	3.112	3.224	1.312	42.87
						3.158	3.100	3.178	1.331	42.78
						3.068	3.080	3.112	1.309	44.51
2	28	34	77	104	20.5	3.092	3.128	3.110	1.328	44.15
						3.084	3.100	3.050	1.298	44.51
						3.040	3.100	3.050	1.321	45.96
3	27	31	70	103	20.5	3.078	3.118	3.062	1.302	44.31
						3.100	3.038	3.024	1.262	44.31
						3.070	3.000	2.970	1.255	45.88
4	26	35	70	97	20.0	3.042	3.200	3.100	1.486	49.24
						3.106	3.200	3.078	1.518	49.62
						3.060	3.200	3.138	1.608	52.33
5	26	34	79	101	20.5	3.100	3.070	3.170	1.377	45.64
						3.050	3.066	3.130	1.343	45.88
						3.100	3.060	3.124	1.399	47.21
6	27	34	72	104	21.0	3.066	3.100	3.108	1.249	42.28
						3.044	3.018	3.090	1.213	42.73
						3.026	3.010	3.056	1.233	44.30
7	28	35	70	103	20.5	3.088	3.088	3.086	1.253	42.58
						3.016	3.148	2.986	1.198	42.26
						3.010	3.150	3.070	1.272	43.70
8	27	34	64	92	19.5	3.050	3.050	3.200	1.268	42.60
						3.018	2.968	3.186	1.257	44.05
						3.070	2.976	3.200	1.328	45.42
9	27	31	69	103	20.5	3.050	3.200	3.128	1.509	49.43
						3.100	3.186	3.100	1.493	48.76
						3.124	3.148	3.100	1.558	51.10
10	27	34	72	99	20.5	3.040	3.158	3.150	1.278	42.26
						3.100	3.070	3.040	1.278	44.17
						3.038	3.120	3.108	1.324	44.94
ค่าเฉลี่ย	22	34	73	101	20.5					45.3
SD	1	1	5	4	0.4					3

ตารางที่ ก.4 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 = 0.5 : 3 ที่ NCO index 250

ครั้งที่	Cream time (sec)	Gel Time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Height (cm)	การหา Density				
						กว้าง (cm)	ยาว (cm)	สูง (cm)	น้ำหนัก (g)	Density (kg/m^3)
1	25	30	67	92	22.5	3.080	3.030	3.024	1.343	47.59
						3.040	3.026	2.932	1.268	47.01
						3.030	3.080	2.854	1.315	49.37
2	27	31	69	90	22.0	3.070	3.126	3.030	1.433	49.28
						3.040	3.040	3.138	1.428	49.24
						3.040	2.990	3.106	1.408	49.87
3	27	31	72	95	23.0	3.066	3.100	3.020	1.372	47.80
						3.000	3.142	2.950	1.337	48.08
						3.000	3.150	2.932	1.371	49.48
4	26	31	67	93	22.5	3.010	3.056	3.104	1.429	50.05
						3.000	2.982	3.048	1.387	50.87
						3.020	3.050	3.058	1.436	50.98
5	26	30	68	90	22.5	3.104	2.934	3.100	1.394	49.38
						3.030	2.940	3.000	1.350	50.52
						3.030	3.050	3.000	1.405	50.68
6	25	32	72	96	22.0	3.060	3.016	3.020	1.410	50.59
						3.050	3.040	3.000	1.371	49.29
						3.028	2.980	2.900	1.331	50.86
7	27	32	66	90	22.5	3.000	3.072	3.228	1.434	48.20
						3.000	3.018	3.158	1.390	48.61
						3.048	3.038	3.078	1.390	48.77
8	26	31	66	89	21.5	3.050	3.000	3.138	1.526	53.15
						3.000	2.978	3.080	1.468	53.35
						3.050	3.020	3.040	1.546	55.21
9	26	32	69	98	21.0	3.100	3.226	3.000	1.609	53.63
						3.038	3.138	3.050	1.556	53.51
						3.060	3.068	3.066	1.587	55.14
10	26	32	64	89	22.0	3.100	3.228	3.148	1.601	50.82
						3.000	3.190	3.090	1.514	51.20
						3.020	3.140	3.166	1.546	51.49
ค่าเฉลี่ย	26	31	68	92	22					50.5
SD	1	1	2	3	0.5					2

ตารางที่ ก.5 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง
 $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 = 0.5 : 5 ที่ NCO index 160

ครั้งที่	Cream time (sec)	Gel Time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Height (cm)	การหา Density				
						กว้าง (cm)	ยาว (cm)	สูง (cm)	น้ำหนัก (g)	Density (kg/m^3)
1	22	28	43	52	20	3.060	3.138	3.050	0.919	31.38
						3.038	3.030	3.098	0.925	32.44
						3.048	3.094	3.070	0.960	33.16
2	23	27	42	52	21	3.108	3.080	3.132	0.988	32.95
						3.070	3.068	3.094	0.986	33.83
						3.070	3.058	3.104	1.002	34.39
3	22	27	42	54	20	3.120	3.108	3.102	1.022	33.98
						3.050	3.010	3.040	0.966	34.61
						3.058	3.080	3.044	1.030	35.93
4	24	27	44	56	20.5	3.050	3.068	3.150	1.006	34.13
						3.100	3.104	3.030	1.019	34.95
						3.108	3.028	3.070	1.004	34.75
5	24	27	42	52	20.4	3.022	3.150	3.138	0.997	33.38
						3.150	3.072	3.064	1.028	34.67
						3.102	3.092	3.140	1.072	35.59
6	23	27	42	52	20.5	3.108	3.100	3.080	1.040	35.05
						3.050	3.084	3.072	1.025	35.47
						3.118	3.104	3.022	1.040	35.56
7	24	27	42	53	20.5	3.068	3.100	3.170	0.979	32.47
						3.100	3.080	3.040	0.974	33.56
						3.052	3.084	3.046	0.987	34.43
8	24	26	43	54	21.5	3.080	3.090	3.230	0.974	31.68
						2.990	3.130	3.196	0.962	32.16
						3.080	3.108	3.150	1.037	34.40
9	22	28	42	56	20	3.066	3.030	3.240	1.008	33.49
						3.050	3.090	3.128	1.015	34.43
						3.108	3.058	3.170	1.035	34.35

ตารางที่ ก.5 (ต่อ)

ครั้งที่	Cream time (sec)	Gel Time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Height (cm)	การหา Density				
						กว้าง (cm)	ยาว (cm)	สูง (cm)	น้ำหนัก (g)	Density (kg/m ³)
10	23	28	42	57	20.5	3.130	3.140	3.070	0.978	32.41
						3.030	3.050	3.074	0.983	34.60
						3.108	3.120	3.146	1.060	34.75
11	24	27	44	54	20	3.030	3.166	3.104	1.014	34.05
						3.064	3.090	3.072	1.020	35.07
						3.108	3.120	3.052	1.041	35.17
12	24	28	42	55	22	3.040	3.118	3.042	0.962	33.36
						3.110	3.080	3.002	0.985	34.25
						3.020	3.040	3.080	0.975	34.48
ค่าเฉลี่ย	23	27	43	54	20.5					34.0
SD	1	1	1	2	0.6					1

ตารางที่ ก.6 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง
 $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 = 0.5 : 5 ที่ NCO index 200

ครั้งที่	Cream time (sec)	Gel Time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Height (cm)	การหา Density				
						กว้าง (cm)	ยาว (cm)	สูง (cm)	น้ำหนัก (g)	Density (kg/m^3)
1	26	35	52	72	20.1	3.100	3.210	3.008	1.219	40.72
						3.068	3.150	3.002	1.225	42.22
						3.066	3.102	3.038	1.323	45.79
2	27	34	53	73	20.0	2.982	3.108	3.200	1.196	40.33
						3.130	3.168	3.180	1.307	41.45
						3.054	3.118	3.110	1.288	43.49
3	26	29	53	66	19.0	3.070	3.050	3.142	1.103	37.49
						3.068	3.064	3.118	1.168	39.85
						3.082	3.086	3.056	1.223	42.08
4	26	30	50	62	20.5	3.138	3.200	3.126	1.481	47.18
						3.040	3.178	3.132	1.545	51.06
						3.102	3.240	3.056	1.591	51.80
5	29	31	54	65	21.0	3.128	3.090	3.176	1.219	39.71
						3.054	3.070	3.148	1.232	41.74
						3.158	3.098	3.074	1.308	43.49
6	26	29	50	65	21.0	3.108	3.126	3.200	1.121	36.06
						3.020	3.128	3.080	1.121	38.53
						3.158	3.098	3.074	1.308	43.49
7	28	31	48	63	21.0	3.146	3.238	3.109	1.197	37.80
						3.050	3.160	3.190	1.181	38.41
						3.000	3.018	2.900	1.105	42.08
8	26	31	50	65	21.0	3.120	3.260	3.108	1.167	36.92
						3.108	3.200	3.200	1.265	39.75
						3.100	3.100	3.144	1.292	42.76
9	27	30	48	63	20.5	3.108	3.250	3.182	1.216	37.83
						3.170	3.190	3.100	1.263	40.29
						3.158	3.070	3.068	1.276	42.90
10	28	30	50	64	21.0	3.100	3.210	3.078	1.167	38.10
						3.128	3.130	3.124	1.234	40.35
						3.094	3.223	3.078	1.320	43.01
ค่าเฉลี่ย	27	31	51	66	20.5					41.6
SD	1	1	2	3	0.6					4

ตารางที่ ก.7 ผลการทดลองการสังเคราะห์โฟมพอลิไอโซไซยานูเรตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง
 $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 = 0.5 : 5 ที่ NCO index 250

ครั้งที่	Cream time (sec)	Gel Time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Height (cm)	การหา Density				
						กว้าง (cm)	ยาว (cm)	สูง (cm)	น้ำหนัก (g)	Density (kg/m^3)
1	26	34	57	76	22	3.160	3.080	3.050	1.383	46.59
						3.125	3.162	3.010	1.413	47.51
						3.110	3.150	2.872	1.376	48.91
2	25	32	56	77	21.5	3.100	3.314	3.168	1.602	49.22
						3.088	3.364	3.148	1.591	48.65
						3.100	3.276	3.128	1.575	49.58
3	25	34	56	75	22	3.180	3.316	3.200	1.620	48.01
						3.100	3.180	3.148	1.578	50.85
						3.138	3.180	3.204	1.664	52.05
4	25	36	58	76	21.5	3.186	3.140	3.200	1.615	50.45
						3.158	3.120	3.230	1.670	52.47
						3.138	3.178	3.360	1.738	51.87
5	25	34	58	78	22	3.178	3.170	3.150	1.504	47.39
						3.170	3.068	3.170	1.476	47.88
						3.152	3.000	3.084	1.461	50.10
6	26	34	55	79	21.5	3.188	3.068	3.168	1.604	51.77
						3.170	3.150	3.172	1.665	52.57
						3.246	3.200	3.100	1.695	52.64
7	25	35	56	77	21.5	3.168	2.934	3.250	1.500	49.65
						3.200	3.000	3.162	1.523	50.17
						3.120	3.052	3.130	1.547	51.90
8	27	34	56	76	21.5	3.180	3.200	3.044	1.465	47.30
						3.200	3.118	3.050	1.477	48.53
						3.118	3.060	3.150	1.519	50.54
9	27	32	56	70	21.5	3.150	3.140	3.200	1.521	48.06
						3.100	3.118	3.214	1.539	49.54
						3.150	3.168	3.084	1.495	48.58
10	28	34	53	76	21.5	3.170	3.160	3.122	1.516	48.48
						3.100	3.098	3.086	1.438	48.52
						3.150	3.168	3.084	1.495	48.58
ค่าเฉลี่ย	26	34	56	76	21.6					49.6
SD	1	1	1	2	0.2					2

ตารางที่ ก.8 rise profile ของโพนพอลิไอโซไซยานูเรตที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง $\text{Cu}(\text{OAc})_2(\text{EA})_2$: K-15 ที่อัตราส่วนโมล 0.5 : 3 ที่ NCO index = 160, 200 และ 250

Height (cm)	Time (sec)		
	NCO Index 160	NCO Index 200	NCO Index 250
1	15	15	15
2	22	24	22
3	27	29	29
4	30	34	34
5	32	37	37
6	34	40	41
7	35	42	44
8	37	44	46
9	38	45	48
10	39	46	50
11	40	47	51
12	41	48	53
13	42	49	54
14	43	50	56
15	45	51	57
16	49	53	59
17	54	55	61
18	63	59	64
19	67 (stop time)	62	69
20	-	75	76
21	-	97 (stop time)	81
22	-	-	87
23	-	-	96 (stop time)

ประวัติผู้วิจัย

นางสาวประภัสสรพรรณ หมั่นมานะ เกิดเมื่อวันที่ 23 เดือนพฤษภาคม พ.ศ. 2538 ที่จังหวัด กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนราชวินิต มัธยม จังหวัด กรุงเทพมหานคร เมื่อปีการศึกษา 2556 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะ วิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2557 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 19 แขวงบาง อ้อ เขตบางพลัด จังหวัดกรุงเทพมหานคร รหัสไปรษณีย์ 10700 อีเมล prapassawan0104@gmail.com

