

บทที่ 3 การทดลอง

3.1 การสังเคราะห์อนุพันธ์เอสเทอร์ของน้ำมันรำข้าว และสารประกอบฟลูออรีน

3.1.1 สารเคมี

1. น้ำมันรำข้าว
2. สารประกอบฟลูออรีน
3. กรดฟอสฟอริก

หมายเหตุ

- น้ำมันรำข้าวที่ใช้ในการทดลอง จากบริษัทน้ำมันบริโภคไทยจำกัด

โดยประกอบด้วย

| | | |
|-----------------------------|-------|------|
| ไขมันทั้งหมด | 15 g | 100% |
| ไขมันอิ่มตัว | 3.5 g | 23% |
| ไขมันไม่อิ่มตัวตำแหน่งเดียว | 6.5 g | 44% |
| ไขมันไม่อิ่มตัวหลายตำแหน่ง | 5 g | 33% |

- สารประกอบฟลูออรีนที่ใช้ในการทดลองเป็นอินเทอร์มีเดีย (intermediate) ของ เปอร์ฟลูออโรอัลคิล (perfluoroalkyl) จากบริษัทดูปองก์

- กรดฟอสฟอริกที่ใช้ในการทดลอง ความเข้มข้น 85% จากบริษัทเมอร์ก (Merck)

3.1.2 อุปกรณ์

1. ขวดก้านกลม 3 คอ ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ท่อนำแก๊สไนโตรเจน
3. เทอร์โมมิเตอร์ (0-300° c)
4. เครื่องควบแน่น
5. แท่นความร้อน (heating mantle)
6. ก้อนแม่เหล็ก (magnetic bar)

3.1.3 เครื่องทดสอบ

1. แก๊สโครมาโทกราฟี [29] (Gas Chromatography) รุ่น GC-14A ของบริษัทชิมาสุ (SHIMA DZU) (รูปที่ 3.1)

3.1.4 วิธีการทดลอง

นำสารประกอบฟลูออรีน 0.03 โมล (10 กรัม) ใส่ในขวดก้นกลม 3 คอ โดยต่อกับเทอร์โมมิเตอร์ เครื่องควบแน่น และ ท่อแก๊สไนโตรเจน ให้ความร้อนภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนพร้อมทั้งกวนตลอดเวลา นำน้ำมันรำข้าว 0.01 โมล (7 กรัม) ใส่ในกรวยแยก ต่อกับขวดก้นกลม ค่อยๆหยดน้ำมันรำข้าวลงไปในช่วงก้นกลมอย่างช้าๆ เมื่อของผสมมีอุณหภูมิ 50°C นำกรดฟอสฟอริกซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา 0.12 กรัม (2 หยด) ใส่ลงในของผสม เมื่อของผสมมีอุณหภูมิของการเกิดปฏิกิริยาที่ 120°C นำของผสมที่กำลังทำปฏิกิริยาออกมาเมื่อเวลาของปฏิกิริยาผ่านไป 4 และ 12 ชั่วโมง และนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC

ทำปฏิกิริยาซ้ำดังที่กล่าวมาแต่เปลี่ยนอุณหภูมิที่ของผสมทำปฏิกิริยาที่ 140°C และ 160°C ภาวะต่างๆ ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันแสดงดังตารางที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แก๊สโครมาโตกราฟี

ตารางที่ 3.1 ภาวะต่างๆที่ใช้ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน

| ภาวะ | อุณหภูมิ(°C) | เวลา (ชั่วโมง) |
|------|----------------|----------------|
| 1 | 120 | 4 |
| 2 | 120 | 12 |
| 3 | 140 | 4 |
| 4 | 140 | 12 |
| 5 | 160 | 4 |
| 6 | 160 | 12 |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2 การสังเคราะห์อนุพันธ์เอสเทอร์ของน้ำมันปาล์มและสารประกอบฟลูออรีน

3.2.1 สารเคมี

1. น้ำมันปาล์ม
2. สารประกอบฟลูออรีน
3. กรดฟอสฟอริก

หมายเหตุ

- น้ำมันปาล์มผ่านกรรมวิธีที่ใช้ในการทดลองจากบริษัทมรกตอินดัสตรีส์ จำกัด มหาชน โดยมีส่วนผสมประกอบดังนี้

| | | |
|-----------------------------|-------|------|
| ไขมันทั้งหมด | 15 g | 100% |
| ไขมันอิ่มตัว | 7 g | 46% |
| ไขมันไม่อิ่มตัวหลายตำแหน่ง | 1.5 g | 10% |
| ไขมันไม่อิ่มตัวตำแหน่งเดียว | 6.5 g | 44% |

3.2.2 อุปกรณ์

1. ขวดก้นกลม 3 คอ ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ท่อนำแก๊สไนโตรเจน
3. เทอร์โมมิเตอร์ (0-300° c)
4. เครื่องควบแน่น
5. แท่นความร้อน (heating mantle)
6. ก้อนแม่เหล็ก (magnetic bar)

3.2.3 วิธีการทดลอง

นำสารประกอบฟลูออรีน 0.03 โมล (10 กรัม) ใส่ในขวดก้นกลม 3 คอ โดยต่อกับเทอร์โมมิเตอร์ เครื่องควบแน่น และ ท่อแก๊สไนโตรเจน ให้ความร้อน ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนพร้อมทั้งกวนตลอดเวลา นำน้ำมันปาล์ม 0.01 โมล (7 กรัม) ใส่ในกรวยแยก ต่อกับขวดก้นกลม ค่อยๆหยดน้ำมันปาล์มลงไป ในขวดก้นกลมอย่างช้าๆ เมื่อของผสมมีอุณหภูมิ 50° c นำกรดฟอสฟอริกซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา 0.12 กรัม (2 หยด) ใส่ลงในของผสม ให้ปฏิกิริยาดำเนินต่อไปโดยใช้ภาวะที่เหมาะสมของเวลาและอุณหภูมิที่ได้จากการทดลองที่ 3.1 คือ ภาวะที่ 140 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง

3.3 การสังเคราะห์อนุพันธ์เอสเทอร์ของน้ำมันดอกทานตะวันและสารประกอบฟลูออรีน

3.3.1 สารเคมี

1. น้ำมันดอกทานตะวัน
2. สารประกอบฟลูออรีน
3. กรดฟอสฟอริก

หมายเหตุ

น้ำมันดอกทานตะวันผ่านกรรมวิธีที่ใช้ในการทดลองจากบริษัท ธนากร ผลิตภัณฑ์น้ำมัน โดยมีส่วนผสมประกอบดังนี้

| | | |
|-----------------------------|------|------|
| ไขมันทั้งหมด | 15 g | 100% |
| ไขมันอิ่มตัว | 2 g | 13% |
| ไขมันไม่อิ่มตัวตำแหน่งเดียว | 5 g | 33% |
| ไขมันไม่อิ่มตัวหลายตำแหน่ง | 8 g | 54% |

3.3.2 อุปกรณ์

1. ขวดก้นกลม 3 คอ ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ท่อนำแก๊สไนโตรเจน
3. เทอร์โมมิเตอร์(0-300°c)
4. เครื่องควบแน่น
5. แท่นความร้อน(heating mantle)
6. ก้อนแม่เหล็ก(magnetic bar)

3.3.3 วิธีการทดลอง

นำสารประกอบฟลูออรีน 0.03 โมล (10 กรัม) ใส่ในขวดก้นกลม 3 คอ โดยต่อกับ เทอร์โมมิเตอร์ เครื่องควบแน่น และ ท่อแก๊สไนโตรเจน ให้ความร้อน ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนพร้อมทั้งกวนตลอดเวลา นำน้ำมันดอกทานตะวัน 0.01 โมล (7 กรัม) ใส่ในกรวยแยก ต่อกับขวดก้นกลม ค่อยๆหยดน้ำมันดอกทานตะวันลงไปขวดก้นกลมอย่างช้าๆ เมื่อของผสมมีอุณหภูมิ 50°c นำกรดฟอสฟอริกซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา 0.12 กรัม (2 หยด) ใส่ลงในของผสมของปฏิกิริยา ทั้งให้ปฏิกิริยาดำเนินต่อไปโดยใช้ภาวะที่เหมาะสมของเวลา และ อุณหภูมิที่ได้จากการทดลอง ที่ 3.1 คือ ภาวะที่ 140 องศาเซลเซียส เวลา 12 ชั่วโมง

3.4 เตรียมสารสะท้อนน้ำจากน้ำมันพืชที่ถูกดัดแปร

3.4.1 สารเคมี

1. สารอนุพันธ์จากการดัดแปรน้ำมันพืชชนิดต่างๆ (น้ำมันรำข้าว น้ำมันปาล์ม และ น้ำมันดอกทานตะวัน)
2. สารลดแรงตึงผิวแบบไม่มีประจุ (non-ionic surfactant) (NE 105)
3. น้ำกลั่น

หมายเหตุ

สาร non-ionic ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทวี พี ซี เคมีคอล จำกัด

3.4.2 อุปกรณ์

1. เครื่องกวน
2. บีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร
3. แท่งแก้วคนสาร

3.4.3 วิธีการทดลอง

เตรียมสารละลายจากน้ำกลั่น 100 กรัม ผสม NE 105 3 % [14, 30] เตรียมสารสะท้อนน้ำโดยสารละลายที่ได้ ผสมกับสารอนุพันธ์ ที่ความเข้มข้น ในอัตราส่วนต่างๆกัน ดังตารางที่ 3.2 นำสารสะท้อนน้ำที่ได้ กวนด้วยเครื่องกวนความเร็วรอบ 1500 รอบ/นาที จนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกับสารอนุพันธ์ เตรียมสารสะท้อนน้ำเพื่อขั้นตอนการตกแต่งบนผ้าต่อไป

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนของสารละลาย (น้ำกลั่น+ NE 105) และ สารอนุพันธ์

| สารอนุพันธ์ | สารละลาย(กรัม) | ปริมาณสารอนุพันธ์ (กรัม) | เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ของสารอนุพันธ์ |
|--------------------------------------|----------------|-----------------------------|---|
| อนุพันธ์ของ น้ำมันรำข้าว | 99 | 1 | 1 |
| | 98 | 2 | 2 |
| | 97 | 3 | 3 |
| | 96 | 4 | 4 |
| | 94 | 6 | 6 |
| อนุพันธ์ของ น้ำมันปาล์ม | 99 | 1 | 1 |
| | 98 | 2 | 2 |
| | 97 | 3 | 3 |
| | 96 | 4 | 4 |
| | 94 | 6 | 6 |
| อนุพันธ์ของ น้ำมันดอก ทานตะวัน | 99 | 1 | 1 |
| | 98 | 2 | 2 |
| | 97 | 3 | 3 |
| | 96 | 4 | 4 |
| | 94 | 6 | 6 |

3.5 ตกแต่งสารสะท้อนน้ำบนผ้า

3.5.1 สารเคมี

1. สารสะท้อนน้ำที่เตรียมได้จาก 3.4

3.5.2 อุปกรณ์

1. ถาดสแตนเลสขนาด 8x 10 นิ้ว
2. แท่งแก้วคนสาร
3. คีมเหล็ก
4. ผ้าฝ้าย 100% ขนาด 3x2.5 นิ้ว
5. เครื่องจุ่มอัด (padding)
6. ตู้ดูดความชื้น
7. เครื่องอบ (stenter)

3.5.3 วิธีการทดลอง

นำผ้าขนาด 3x2.5 นิ้ว เข้าตู้ดูดความชื้น เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จดบันทึกน้ำหนักผ้าแต่ละผืน ก่อนที่จะผ่านการตกแต่ง จดบันทึกค่าที่ได้ นำสารสะท้อนน้ำที่เตรียมได้จากตารางที่ 3.4 ไปตกแต่งบนผ้าฝ้ายด้วยเครื่องจุ่มอัด โดยจำนวนผ้าที่ใช้สูตรละ 5 ผืน กำหนดค่า ร้อยละ pick up 70-80 [30] จากนั้น ซ้ำผ้าหลังจากผ่านการตกแต่ง แล้วจดบันทึกค่าที่ได้ นำผ้าที่ผ่านการตกแต่งแล้วเข้าเครื่องอบโดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 4 นาที แล้วชั่งน้ำหนักผ้าหลังจากออกจากเครื่องอบ โดยกำหนดค่า ร้อยละ add on มีค่า 2-3 นำผ้าที่ผ่านการตกแต่งสารสะท้อนน้ำไปทดสอบสมบัติทางกายภาพ
หมายเหตุ [3, 13]

ร้อยละ pick up คือ ปริมาณที่สารเคมีลงบนผ้า

$$\text{ร้อยละ pick up} = \frac{\text{น้ำหนักผ้าหลังผ่านเครื่องอัดรีด(กรัม)} - \text{น้ำหนักผ้าก่อนผ่านเครื่องอัดรีด}}{\text{น้ำหนักก่อนผ่านเครื่องอัดรีด}} \times 100$$

ร้อยละ add on คือปริมาณสารเคมีสุทธิบนผ้า

$$\text{ร้อยละ add on} = \frac{\text{น้ำหนักผ้าหลังอบ (กรัม)} - \text{น้ำหนักผ้าก่อนผ่านเครื่องอัดรีด (กรัม)} \times 100}{\text{น้ำหนักผ้าก่อนผ่านเครื่องอัดรีด}}$$

3.6 ทดสอบการสะท้อนน้ำ

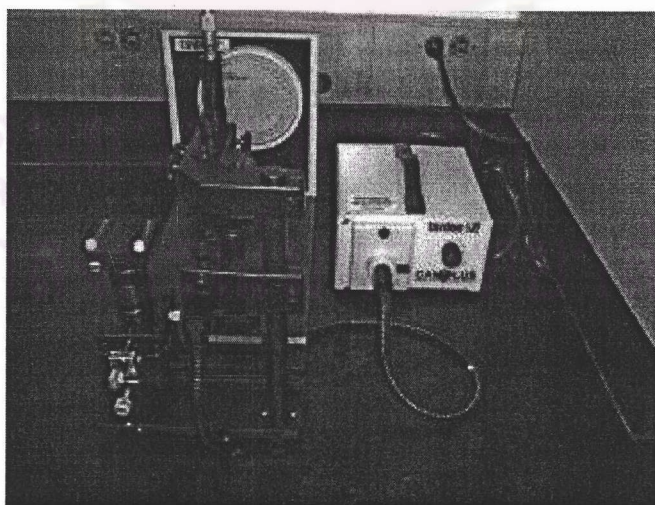
3.6.1 ตรวจสอบเวลาการดูดซึมน้ำบนผ้า

ผ้าที่ผ่านการตกแต่งสารสะท้อนน้ำจะมีประสิทธิภาพที่สามารถสะท้อนน้ำได้ทันทีหลังหยดน้ำลงบนผ้า และชะลอการดูดซึมน้ำอย่างสม่ำเสมอทั่วทั้งผืน การทดสอบความสามารถในการดูดซึมน้ำจะทดสอบตาม มาตรฐานทดสอบ AATCC 79-2000 โดยนำผ้าที่ผ่านการตกแต่งสำเร็จ วางบนโต๊ะพื้นราบ หยดน้ำลงบนผ้า เริ่มจับเวลาจนกระทั่งน้ำซึมผ่านผ้าจนหมดจึงทำการจดบันทึกผล

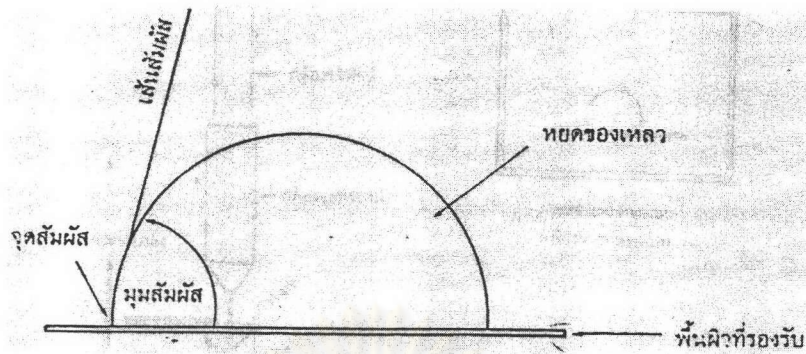
3.6.2 ใช้เครื่องจินีโอมิเตอร์เพื่อวัดมุมสัมผัสของน้ำ

การทดสอบความสามารถในการสะท้อนน้ำตามมาตรฐาน ASTM D 5725-1999 โดยวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำด้วยเครื่อง จินีโอมิเตอร์ รุ่นแคมพลัสไมโคร (cam-plus micro) โดยการหยดน้ำกลั่น ลงบนผืนผ้าที่ผ่านการตกแต่ง จากนั้นทำการวัดมุมของหยดน้ำ โดยจะต้องระมัดระวังไม่ให้หยดของเหลวเกิดการสั่นหรือผิดรูปไป

ณ จุดที่ขอบของหยดของเหลวสัมผัสกับพื้นผิวของของแข็งนั้น เรียกว่า จุดสัมผัส (contact point) โดย ณ จุดสัมผัสหนึ่งๆ ถ้าลากเส้นสัมผัสผ่านผิวของหยดน้ำไปยังจุดสัมผัสดังรูป 3.3 จะเกิดมุมระหว่างเส้นสัมผัสกับพื้นผิวของวัสดุที่รองรับของเหลว เรียกว่า มุมสัมผัส (contact angle, θ)



รูปที่ 3.2 จินีโอมิเตอร์

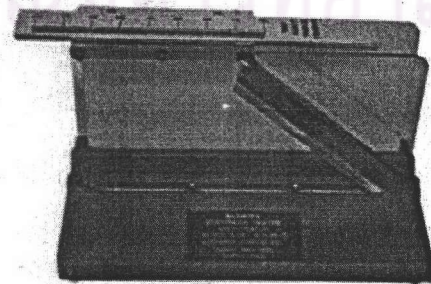


รูปที่ 3.3 มุมสัมผัส จุดสัมผัส และเส้นสัมผัส

3.7 ทดสอบสมบัติอื่นๆของผ้าที่ผ่านการตกแต่ง

3.7.1 ทดสอบค่าความนุ่ม

เป็นการวัดความแข็งกระด้างของผ้า (ซึ่งเป็นค่าความต้านทานต่อการหักงอของผ้า) หลังผ่านการตกแต่ง การทดสอบค่าความนุ่มใช้มาตรฐาน JIS 1096-1999 วัดด้วยเครื่องเซอร์เลย์ (shirley stiffness tester) เลขที่ 248 โดยนำชิ้นผ้าทดสอบวางบนเครื่องวัด แสดงดังรูปที่ 3. 4 ซึ่งมีพื้นเรียบสม่ำเสมอโดยถูกกดทับด้วยไม้บรรทัด แล้วค่อยๆเลื่อนไม้บรรทัดไปพร้อมกับผ้าขึ้นทดสอบจนผ้าขึ้นทดสอบโค้งงอพอดีกับเส้นขีดบนกระจกที่กำหนดไว้ อ่านค่าความยาวของไม้บรรทัดที่ยื่นออกไป แล้วทำการจดบันทึก โดยการประเมินผลที่ทดสอบ ถ้าผ้ามีค่าความยาวในการโค้งงอสูง แสดงว่าผ้านั้นมีความแข็งกระด้างสูง หากผ้านั้นมีค่าความยาวในการโค้งงอลำแสดงว่าผ้านั้นมีความแข็งกระด้างต่ำ



รูปที่ 3.4 เครื่องทดสอบความนุ่ม

3.7.2 ทดสอบความเหลืองด้วยเกรย์สเกล

เป็นการทดสอบคุณภาพของผ้าที่ผ่านการตกแต่ง ว่ามีผลต่อการเปลี่ยนของสีผ้ามากน้อยเพียงใด โดยการประเมินค่าความคงทนของสีทำได้โดยการเปรียบเทียบระดับการเปลี่ยนแปลงของสีบนวัสดุสิ่งทอก่อน และ หลังการตกแต่งผ้า ใช้มาตรฐาน ISO 105-A02 โดยใช้เกรย์สเกลสำหรับการเปลี่ยนแปลงเฉดสี ทำในสภาพการมองเห็นที่เป็นมาตรฐานคือ วาง 45 องศา ระหว่างต้นกำเนิดแสงกับตานำเกรย์สเกลกับผ้าชิ้นทดสอบมาเปรียบเทียบกัน ประเมินค่าพร้อมทั้งจดบันทึกหมายเหตุ

โดยการทดลองนี้ใช้เกรย์สเกลสำหรับประเมินระดับ การเปลี่ยนแปลงเฉดสีในชิ้นงานทดสอบ โดยจะประกอบด้วยแถบสีเทาคู่ที่มีความเข้มของสีข้างหนึ่งคงที่ ส่วนอีกข้างหนึ่งมีระดับความเข้มลดลงตามลำดับดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 เกรย์สเกล

3.7.3 ทดสอบความขาวด้วยเครื่องวัดสี

เป็นการทดสอบคุณภาพของผ้าที่ผ่านการตกแต่ง ว่ามีผลต่อการเปลี่ยนของสีผ้ามากน้อยเพียงใดโดยการประเมินค่าความคงทนของสีทำได้โดยระบบซีไออี (CIE) ใช้มาตรฐาน AATCC 110-1995 โดยวัดด้วยเครื่องแมคเบทรีเฟล็กแตนซ์ สเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (macbeth reflectance spectrophotometer) นำผ้าที่ผ่านการตกแต่งสำเร็จ เข้าวัดค่าความขาวในเครื่องวัดสี ตัวอย่างชุดละ 5 ผืน โดยแต่ละผืนทำการหาค่าเฉลี่ยของผ้าจากการวัด 3 ตำแหน่ง แล้วทำการวิเคราะห์ผลที่ได้

3.7.4 ทดสอบความคงทนต่อการซัก

เพื่อประเมินผลกระทบจากการซักว่ามีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของสมบัติสะท้อนน้ำบนผ้า มากน้อยเพียงใด การทดสอบความคงทนต่อการซัก ใช้มาตรฐาน BS 1006 C 01 โดยเตรียม สारละลายของสารซักฟอก ใส่ลงในกระบอกแอสตันเลส แล้วทำการซักตามภาวะต่างๆของการ ทดสอบ ซึ่งขึ้นกับ มาตรฐานการทดสอบ BS 1006 C 01 ดังแสดงดังตารางที่ 3.3 เมื่อสิ้นสุดตาม เวลาของการทดสอบ แล้วนำไปล้างให้หมดสารซักฟอก บีบน้ำออกจากชิ้นทดสอบ นำไปตากให้ แห้งที่อุณหภูมิห้อง ประเมินการเปลี่ยนแปลงของเวลาการดูดซึมน้ำบนผ้าหลังผ่านการซัก

ตารางที่ 3.3 แสดงภาวะการทดสอบตามมาตรฐาน BS 1006 C01-05

| ภาวะการ ทดสอบที่ | อุณหภูมิ การซัก (°C) | เวลา ในการซัก (นาที) | ปริมาณสบู่ (กรัม) | โซเดียมคาร์โบเนต (กรัม) | ลูกเหล็กแอสตันเลส (ลูก) |
|---------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------|----------------------------|----------------------------|
| 01 | 40±2 | 30 | 5 | - | - |
| 02 | 50±2 | 45 | 5 | - | - |
| 03 | 60±2 | 30 | 5 | 2 | - |
| 04 | 95±2 | 30 | 5 | 2 | 10 |
| 05 | 95±2 | 240 | 5 | 2 | 10 |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย