การสังเคราะห์เอพอกซีพอลิเมอร์ที่มีโลหะเป็นส่วนประกอบโดยใช้สารประกอบเชิงซ้อนของโลหะและมาลีอิกแอนไฮไดรด์เป็นสารเชื่อมขวาง

นางสาว นงนุช สุทธิวิเศษศักดิ์

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2541

ISBN 974-331-973-5

SYNTHESIS OF METAL-CONTAINING EPOXY POLYMER USING METAL COMPLEXES AND MALEIC ANHYDRIDE AS CROSSLINKING AGENTS

MISS NONGNUCH SUTIVISEDSAK

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science in Chemistry

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

Acadamic Year 1998

ISBN 974-331-973-5

Thesis Title	Synthesis of Metal-Containing Epoxy Polymer Using Metal Complexes and Maleic Anhydride as Crosslinking Agents
By	Miss Nongnuch Sutivisedsak
Department	Chemistry
Thesis Advisor	Assistant Professor Nuanphun Chantarasiri, Ph.D.
Co-advisor	Mongkol Sukwattanasinitt, Ph.D.

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree

....Dean of Graduate School

(Professor Supawat Chutivongse, M.D.)

Thesis Committee

....Chairman

(Associate Professor Udom Kokpol, Ph.D.)

....Thesis Advisor

(Assistant Professor Nuanphun Chantarasiri, Ph.D.)

....Co-advisor

(Mongkol Sukwattanasinitt, Ph.D.)

....Member

(Assistant Professor Thawatchai Tuntulani, Ph.D.)

....Member

(Buncha Pulpoka, Ph.D.)

นงนุช สุทธิวิเศษศักดิ์ : การสังเคราะห์เอพอกซีพอลิเมอร์ที่มีโลหะเป็นส่วนประกอบโดยใช้สารประกอบเชิงซ้อนของโลหะและมาลีอิกแอนไฮไดรด์เป็นสารเชื่อมขวาง (SYNTHESIS OF METAL-CONTAINING EPOXY POLYMER USING METAL COMPLEXES AND MALEIC ANHYDRIDE AS CROSSLINKING AGENTS) อ. ที่ปรึกษา : ผศ. ดร. นวลพรรณ จันทรศิริ, อ. ที่ปรึกษาร่วม : ดร. มงคล สุขวัฒนาสินิทธ์, 72 หน้า. ISBN 974-331-973-5.

การสังเคราะห์เอพอกซีพอลิเมอร์ที่มีโลหะเป็นส่วนประกอบทำได้โดยการทำปฏิกิริยาเชื่อมขวางของไดไกลซิดิลอีเทอร์ของบิสฟีนอลเอ (DGEBA) โดยใช้มาลีอิกแอนไฮไดรด์และสารประกอบเชิงซ้อนเททระเดนเทตชิฟเบสของโลหะทองแดง โคบอลต์ นิกเกิล และสังกะสี อุณหภูมิซึ่งใช้ในการทำปฏิกิริยาจะลดลงถ้าใช้เททระบิวทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Bu_4NOH) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา การศึกษาโดยการใช้เทคนิคอินฟราเรด สเปกโทรสโกปี (infrared spectroscopy) และไอโซเทอร์มัล ดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิง แคลอริเมตรี (isothermal differential scanning calorimetry) ทำให้ทราบอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมสำหรับใช้ในการทำปฏิกิริยาเชื่อมขวาง การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนและเชิงกลของเอพอกซีพอลิเมอร์ที่มีโลหะเป็นส่วนประกอบทำได้โดยการใช้เทคนิคไดนามิก แมคานิคอล แอนาไลซิส(dynamic mechanical analysis) เทอร์มอกราวิเมตริก แอนาไลซิส (thermogravimetric analysis) และการทดสอบความทนแรงดึง (tensile testing) เอพอกซีพอลิเมอร์ที่มีโลหะเป็นส่วนประกอบซึ่งได้จากการทำปฏิกิริยาเชื่อมขวางของ DGEBA เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจะให้สมบัติทางความร้อนและเชิงกลดีกว่าเมื่อไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา เอพอกซีพอลิเมอร์ที่มีทองแดงเป็นส่วนประกอบที่อัตราส่วนของสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะทองแดงต่อมาลีอิกแอนไฮไดรด์ต่อ DGEBA เท่ากับ 0.2 : 0.2 : 1 เป็นพอลิเมอร์ที่ให้สมบัติดีที่สุดโดยให้ค่าอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน (glass transition temperature) เท่ากับ 143 องศาเซลเซียส ค่าความแข็งแรงต่อการทนแรงดึง (tensile strength) เท่ากับ 62 นิวตันต่อตารางมิลลิเมตร และเมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง พอลิเมอร์จะสูญเสียน้ำหนักไปร้อยละ 2.8

ภาควิชา.....เคมี..... ลายมือชื่อนิสิต.....นงนุช สุทธิวิเศษศักดิ์.....

สาขาวิชา.....เคมี..... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....นวลพรรณ จันทรศิริ.....

ปีการศึกษา.....2541..... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม..........

3970724923 : MAJOR CHEMISTRY

KEY WORD : EPOXY POLYMER / METAL-CONTAINING EPOXY POLYMER

NONGNUCH SUTIVISEDSAK : SYNTHESIS OF METAL-CONTAINING EPOXY POLYMER USING METAL COMPLEXES AND MALEIC ANHYDRIDE AS CROSSLINKING AGENTS. THESIS ADVISOR : ASSIST. PROF. NUANPHUN CHANTARASIRI, Ph.D. THESIS CO-ADVISOR : MONGKOL SUKWATTANASINITT, Ph.D. 72 pp.

ISBN 974-331-973-5.

Metal-containing epoxy polymers were synthesized by crosslinking of diglycidyl ether of bisphenol-A (DGEBA) with maleic anhydride (MA) and tetradentate Schiff's base metal complexes (CuL, CoL, NiL and ZnL). The crosslinking temperature was decreased when tetrabutylammoniumhydroxide (Bu_4NOH) was used as a catalyst. Infrared spectroscopy and isothermal differential scanning calorimetry were employed to obtain the suitable crosslinking temperatures and time. The thermal and mechanical properties of metal-containing epoxy polymers were investigated by dynamic mechanical analysis, thermogravimetric analysis and tensile testing. Metal-containing epoxy polymers obtained from the reaction in the presence of Bu_4NOH had better thermal and mechanical properties than those obtained from the reactions without Bu_4NOH. Copper-containing epoxy polymer with the mole ratio of CuL : MA : DGEBA = 0.2 : 0.2 : 1 showed the best properties with glass transition temperature of 143 ^{o}C, tensile strength of 62 N/mm^2 and showed 2.8% weight loss after heating at 250 ^{o}C for 48 hours.

ภาควิชา......เคมี...... ลายมือชื่อนิสิต..................

สาขาวิชา......เคมี...... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา..................

ปีการศึกษา......2541...... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม..................

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to express my deepest gratitude to my advisor, Assistant Professor Dr. Nuanphun Chantarasiri and my co-advisor, Dr. Mongkol Sukwattanasinitt for the kindness, guidance, suggestions and assistant throughout the course of this thesis. I am also grateful to Associate Professor Dr. Udom Kokpol, Assistant Professor Dr. Thawatchai Tuntulani and Dr. Buncha Pulpoka as chairman and members of the thesis committee, respectively whose comments have been especially valuable.

I also thank the Thailand Research Fund and Chulalongkorn University for financial support. Sample testing results from the Scientific and Technological Research Equipment Center (STREC), the Institute of Biotechnology and Genetic Engineering at Chulalongkorn University and the Department of Chemistry at Mahidol University are appreciated. Thanks go towards to everyone who has contributed suggestions and support throughout this work. Finally, I owe my family a deep gratitude for love, support and encouragement.

Nongnuch Sutivisedsak

CONTENTS

LIST OF FIGURES

LIST OF TABLES

LIST OF SCHEMES

LIST OF ABBREVIATIONS

CoL	Schiff's base cobalt complex
CuL	Schiff's base copper complex
DGEBA	Diglycidyl ether of bisphenol-A
DMA	Dynamic mechanical analysis
DSC	Differential scanning calorimetry
DETA	Diethylenetriamine
MA	Maleic anhydride
ML	Schiff's base metal complex
NiL	Schiff's base nickel complex
phr	part per hundred
T_g	Glass transition temperature
TGA	Thermogravimetric analysis
ZnL	Schiff's base zinc complex