



โครงการ  
การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

**ชื่อโครงการ** การเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งเร่งปฏิกิริยาด้วยบิสมัทสนีโอเดคาโนเอตและโพแทสเซียมออกโทเอต  
Preparation of rigid polyurethane foams catalyzed by bismuth neodecanoate and potassium octoate

**ชื่อนิสิต** นางสาวอรณัชชา เชี่ยวชาญ

**ภาควิชา** เคมี

**ปีการศึกษา** 2559

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งเร่งปฏิกิริยาด้วยบิสมัทนีโอเดคาโนเอต  
และโพแทสเซียมออกโทเอต

Preparation of rigid polyurethane foams catalyzed by bismuth neodecanoate  
and potassium octoate

โดย

นางสาวอรณัชชา เชี่ยวชาญ

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ปีการศึกษา 2559

เรื่อง การเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งเร่งปฏิกิริยาด้วยบิสมีสนีไอเตคาโนเอตและโพแทสเซียมออกโทเอต  
โดย นางสาวอรณัชชา เชี่ยวชาญ

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

ดร. อนุชิต ..... ประธานกรรมการ  
(อาจารย์ ดร.นวพร วินยเวทิน)

รองพรพร ปัทมรังษิ์ ..... อาจารย์ที่ปรึกษา  
(รองศาสตราจารย์ ดร.นवलพรรณ จันทร์ศิริ)

พร.ป. สีสาดิ์ ..... กรรมการ  
(อาจารย์ ดร.พรรณณี สีสาดิ์)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

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

วันที่ ..... เดือนพฤษภาคม พ.ศ. 2560

คุณภาพของการเขียนรายงานเล่มนี้อยู่ในระดับ  ดีมาก  ดี  พอใช้

ชื่อโครงการ                      การเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งเร่งปฏิกิริยาด้วยบิสมัทสนีไอเดคาโนเอตและ  
   โฟแทสเซียมออกโทเอต  
ชื่อนิสิตในโครงการ            นางสาวอรณัชชา เชี่ยวชาญ            เลขประจำตัว 5533169923  
ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา            รองศาสตราจารย์ ดร.นवलพรรณ จันทศิริ  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2559

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดร่วมกัน คือ บิสมัทสนีไอเดคาโนเอตและโฟแทสเซียมออกโทเอต เพื่อศึกษาผลการเสริมกัน ของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิด ในปริมาณอัตราส่วนที่แตกต่างกัน ดังนี้ สูตรที่ 1 ( $Bi=0.1:K-15=0.1$ ) สูตรที่ 2 ( $Bi=0.1:K-15=0.05$ ) และสูตรที่ 3 ( $Bi=0.05:K-15=0.1$ ) ที่ isocyanate index = 100 จากผลการทดลองพบว่า สูตรที่ 1 ( $Bi=0.1:K-15=0.1$ ) เหมาะสมที่จะนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุดสำหรับการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง โดยพิจารณาจาก เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ความหนาแน่นของโฟม ความเร็วในการฟู และ อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน

คำสำคัญ: พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง, ตัวเร่งปฏิกิริยา

Project Title            Preparation of rigid polyurethane foams catalyzed by bismuth neodecanoate and potassium octoate

Student name            Onnatcha Chiewchan            Student ID 5533169923

Advisor name            Associate Professor Nuanphun Chantarasiri, Ph.D.

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic year 2016

### **Abstract**

This research involved the preparation of rigid polyurethane foams by using two combined catalysts, bismuth neodecanoate and potassium octoate, for study synergistic effect. The mole ratio used were Formulation 1 (Bi=0.1:K-15=0.1), Formulation 2 (Bi=0.1:K-15=0.05) and Formulation 3 (Bi=0.05:K-15=0.1) at isocyanate index of 100. The experimental results showed that use of Formulation 1 (Bi=0.1:K-15=0.1) was the most suitable for preparation of rigid polyurethane foams. The factors investigated in the preparation of rigid polyurethane foams were polymerization times, foam density, rise profile and temperature profile.

Keywords: rigid polyurethane foam, catalyst

## กิตติกรรมประกาศ

การวิจัยและรายงานฉบับนี้จะสำเร็จไม่ได้หากไม่ได้รับความกรุณาอย่างสูงจาก รองศาสตราจารย์ ดร. นवलพรรณ จันทศิริ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการที่กรุณาให้ความรู้ คำแนะนำ อีกทั้งสละเวลาในการให้ความช่วยเหลือในด้านต่างๆ มาโดยตลอดเป็นอย่างดี และขอบคุณอาจารย์ ดร.นวพร วินยเวคิน และ อาจารย์ ดร. พรรณี ลีลาตี ที่ยินดีสละเวลาในการตรวจทานแก้ไขและให้เกียรติเป็นกรรมการในการสอบวิจัยครั้งนี้

ขอบคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดวงฤทัย ศรีแดง ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยรังสิต และนิสิตปริญญาโทในกลุ่มวิจัย Supramolecular Chemistry ที่ให้คำแนะนำ คำปรึกษาให้ความรู้เกี่ยวกับเทคนิคการใช้เครื่องมือต่างๆ และให้ความช่วยเหลือตลอดการทำงานวิจัย

ขอบคุณภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และโครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ทุนสนับสนุนในการดำเนินการวิจัยครั้งนี้

ขอบคุณบริษัท Huntsman (Thailand) Limited ที่ให้ความอนุเคราะห์สารเคมี (Daltolac<sup>®</sup> R180, Suprasec<sup>®</sup> 5005, Tegostab<sup>®</sup> B8460, DMCHA และ Dabco<sup>®</sup> K-15) และบริษัท Umicore Marketing services (Thailand) Co. Ltd. ที่ให้ความอนุเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา (Valikat<sup>®</sup> Bi 2010 และ Valikat<sup>®</sup> Zn 1910) ที่ใช้ในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟม

สุดท้ายนี้ ขอขอบคุณกำลังใจและความช่วยเหลือจากครอบครัว รวมทั้งเพื่อน พี่ น้อง ในภาควิชาเคมี ผู้วิจัยขอระลึกในความกรุณาของทุกท่านที่ได้กล่าวมาข้างต้น และบุคคลที่ไม่ได้เอ่ยนามไว้ ณ ที่นี้ด้วย

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญแผนภาพ	ช
สารบัญตาราง	ฌ
สารบัญรูป	ฎ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ	1
1.2 ขอบเขตของงานวิจัย	3
1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการ	7
1.5 ประโยชน์ที่ได้รับ	7
บทที่ 2 การทดลอง	8
2.1 เครื่องมือ	8
2.2 สารเคมี	8
2.3 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง	8
2.4 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง	11
2.5 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วม bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน	13
2.6 การศึกษา isocyanate conversion (% $\alpha$ ) ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ด้วยเทคนิค FT-IR spectroscopy	15

บทที่ 3 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง	17
3.1 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็ง	17
3.1.1 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งโดยใช้ DMCHA, bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง	17
3.1.2 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน	21
3.2 ความเร็วในการฟู (rise profile)	25
3.2.1 rise profile ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate	25
3.2.2 rise profile ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน	26
3.3 การศึกษาอุณหภูมิของปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (temperature profile)	27
3.3.1 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate	27
3.3.2 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน	28
3.3 การศึกษา Isocyanate conversion	29
3.3.1 การศึกษา isocyanate conversion ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่สังเคราะห์จากตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate และ potassium octoate	29
บทที่ 4 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	33
4.1 สรุปผลการทดลอง	33
เอกสารอ้างอิง	35
ภาคผนวก	36
ประวัติผู้วิจัย	49



## สารบัญแผนภาพ

แผนภาพที่	หน้า
1.1 Gelling reaction	1
1.2 Blowing reaction	2
1.3 กลไกการเร่งปฏิกิริยาแบบ tin-amine synergism	2
2.1 ขั้นตอนการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟม	10



## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง ที่ isocyanate index = 100	9
2.2 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิงที่ isocyanate index = 100	12
2.3 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งโดยใช้ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิงที่ isocyanate index = 100	12
2.4 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน ที่ isocyanate index = 100	13
2.5 ค่า wavenumber ของ polymeric diphenyl methane diisocyanate และ polyurethane (PUR)	16
3.1 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งโดยใช้ DMCHA, bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวในปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100	18
3.2 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมในปริมาณอัตราส่วนที่แตกต่างกัน ที่ isocyanate index = 100	22
3.3 NCO conversion ของพื้นที่ใต้พีคของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA, bismuth neodecanoate และ potassium octoate และอัตราส่วน PIR/PUR	30
ก.1 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวในปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100	37

ตารางที่	หน้า
ก.2 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวในปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100	38
ก.3 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งโดยใช้ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวในปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100	39
ก.4 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมในปริมาณอัตราส่วน 0.1:0.1 ที่ isocyanate index = 100	40
ก.5 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมในปริมาณอัตราส่วน 0.1:0.05 ที่ isocyanate index = 100	41
ก.6 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมในปริมาณอัตราส่วน 0.05:0.1 ที่ isocyanate index = 100	42
ก.7 rise profile ของพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate ในปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100	43
ก.8 rise profile ของพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน ที่ isocyanate index = 100	44
ก.9 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate ในปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100	45
ก.10 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน ที่ isocyanate index = 100	47

## สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1 สูตรโครงสร้างของ bismuth neodecanoate (Bi)	3
1.2 สูตรโครงสร้างของ potassium octoate (K-15)	3
1.3 สูตรโครงสร้างของ triphenylenediamine (TEDA)	4
1.4 สูตรโครงสร้างของ tin tributylacetate (Bu <sub>3</sub> SnOAc)	4
1.5 สูตรโครงสร้างของ tin(II) 2-ethylhexanoate [Sn(Oct) <sub>2</sub> ]	5
1.6 สูตรโครงสร้างของ N,N-Dimethylcyclohexylamine (DMCHA)	5
1.7 สูตรโครงสร้างของ N,N-dibutyltin dilaurate (DBTDL)	6
2.1 สูตรโครงสร้างของ polymeric diphenyl methane diisocyanate (PMDI)	10
2.2 สูตรโครงสร้างของ polyether polyol	10
2.3 สูตรโครงสร้างของ silicone surfactant	11
3.1 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้ว กระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านบน (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านล่าง	20
3.2 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate (a) โฟมที่ได้จาก การเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านบน (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านล่าง	20
3.3 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา potassium octoate (a) โฟมที่ได้จากการเตรียม ในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านบน (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านล่าง	21
3.4 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา Formulation 1 (Bi=0.1:K-15=0.1) (a) โฟมที่ได้ จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านบน (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านล่าง	23
3.5 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา Formulation 2 (Bi=0.1:K-15=0.05) (a) โฟม ที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านบน (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง ด้านล่าง	24

รูปที่	หน้า
3.6 พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา Formulation 3 ( $B_i=0.05:K-15=0.1$ ) (a) โพลีเมอร์ที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โพลีเมอร์ที่ถูกต้องตามแนวขวางด้านบน (c) โพลีเมอร์ที่ถูกต้องตามแนวขวางด้านล่าง	24
3.7 rise profile ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate	25
3.8 rise profile ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน	26
3.9 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate	27
3.10 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน	28
3.11 IR spectrum ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่เตรียมโดยใช้ isocyanate index = 100 และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (a) bismuth neodecanoate 1.0 pbw (b) potassium octoate 1.0 pbw (c) Formulation 1 ( $B_i=0.1:K-15=0.1$ ) (d) Formulation 2 ( $B_i=0.1:K-15=0.05$ ) (e) Formulation 3 ( $B_i=0.05:K-15=0.1$ )	31

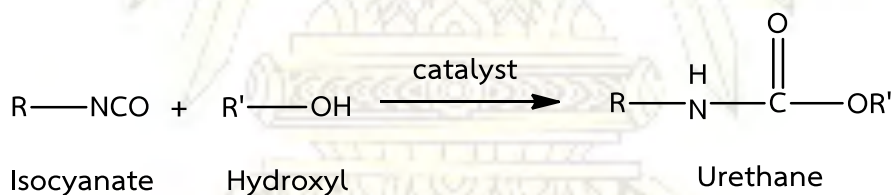
## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ

พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง (rigid polyurethane foam)<sup>1-3</sup> มีความสำคัญและนิยมนำมาใช้ในภาคอุตสาหกรรมด้านต่างๆ เป็นอย่างมาก เนื่องจากพอลิยูรีเทนโฟมมีสมบัติเป็นฉนวนกันความร้อน น้ำหนักเบา และสามารถทนต่อแรงอัดได้ดี ในปัจจุบันจึงได้มีการนำพอลิยูรีเทนโฟมมาใช้กันอย่างแพร่หลาย เช่น ฉนวนกันความร้อนภายในอาคารบ้านเรือน อุปกรณ์ในตู้เย็นหรือเครื่องทำความเย็น เป็นต้น ซึ่งในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งจำเป็นต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) ของสารตั้งต้น 2 ชนิด<sup>4</sup> คือ ไอโซไซยาเนต (isocyanate) และ พอลิโออล (polyol) ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล ทำให้ได้สายโซ่พอลิยูรีเทน (-NH-COO-) และยังมีสารประกอบอื่นที่สำคัญที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้เร็วยิ่งขึ้น คือ สารช่วยฟู (blowing agent) สารลดแรงตึงผิว (surfactant) และตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) โดยมีขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาหลักดังต่อไปนี้

ปฏิกิริยาที่ 1 Gelling reaction เป็นการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยาเนตกับพอลิโออลได้ผลิตภัณฑ์ คือ หมู่ยูรีเทนในพอลิยูรีเทนโฟม

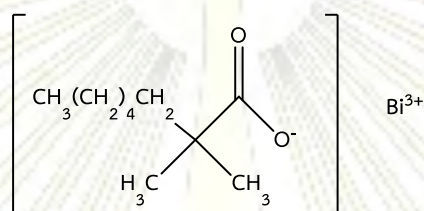


แผนภาพที่ 1.1 Gelling reaction

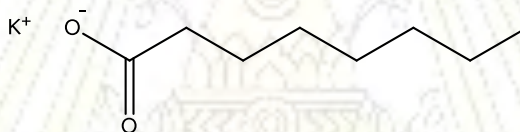


## 1.2 ขอบเขตของงานวิจัย

ขอบเขตของงานวิจัยนี้ คือ ต้องการเตรียมพอลิยูรีเทนโพลิเมอร์แบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดร่วมกันในอัตราส่วนที่แตกต่างกัน คือ บิสมัทนีโอเดคาโนเอต (bismuth neodecanoate; Bi) (รูปที่ 1.1) และโพแทสเซียมออกโทเอต (potassium octoate; K-15) (รูปที่ 1.2) โดยต้องการพอลิยูรีเทนโพลิเมอร์ที่มีคุณสมบัติใกล้เคียงกับพอลิยูรีเทนโพลิเมอร์ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA เช่น มีความหนาแน่นต่ำ สามารถเกิดปฏิกิริยาได้เร็ว เป็นต้น



รูปที่ 1.1 สูตรโครงสร้างของ bismuth neodecanoate (Bi)

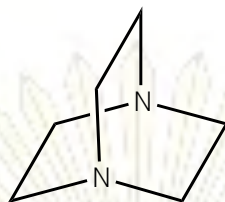


รูปที่ 1.2 สูตรโครงสร้างของ potassium octoate (K-15)

## 1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

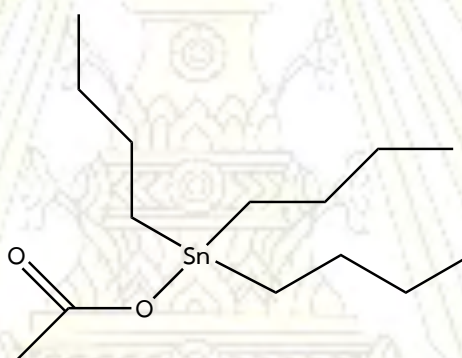
งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับตัวเร่งปฏิกิริยาของการเตรียมพอลิยูรีเทนโพลิเมอร์มีดังนี้ ในปี 1998, 2000 Sojecki และ Trzcinski<sup>6,7</sup> ได้ศึกษา synergistic effect ของปฏิกิริยาระหว่าง 2,4-tolylene diisocyanate กับ macrodiols โดยมี di(tributyltin)carbo-diimide (TBCK) และ triethylenediamine (TEDA) (รูปที่ 1.3) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งผู้วิจัยสันนิษฐานว่าอาจเกิดจากกระบวนการ self organization ระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาและโมเลกุลของสารตั้งต้นโดยตัวเร่งปฏิกิริยาจับกันเกิดเป็น complex ทำให้มีพื้นที่สัมผัสเพิ่มขึ้นระหว่างสารตั้งต้นและประจุภายในโมเลกุลที่เกิดขึ้นในสถานะ transition state ซึ่งผู้วิจัยอธิบายว่าไอโซไซยานาตสามารถเข้าไปทำปฏิกิริยากับสารประกอบตบึกซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ง่ายขึ้นเมื่อหมู่อะมิโนสองหมู่จับตัวกับพอลิออล





**รูปที่ 1.3** สูตรโครงสร้างของ triethylenediamine (TEDA)

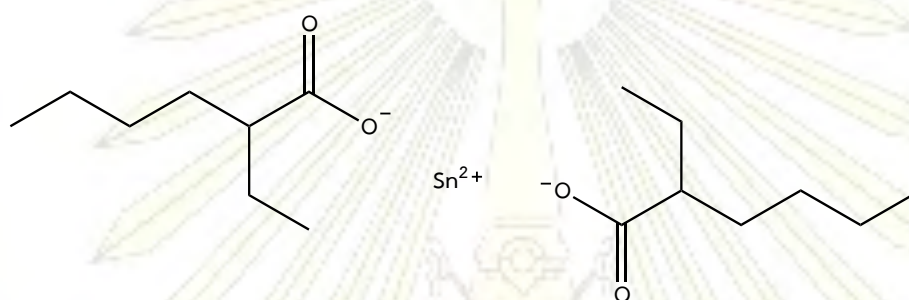
ในปี 2000 Tarasov และ คณะ<sup>8</sup> ได้ศึกษา synergistic effect ของปฏิกิริยาระหว่าง m-Cl-phenyl isocyanate กับ n-butanol โดยมี tin tributylacetate ( $\text{Bu}_3\text{SnOAc}$ ) (รูปที่ 1.4) และ triethylenediamine (TEDA) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเตรียมพอลิยูรีเทน ซึ่งผู้วิจัยได้ตั้งสมมติฐานว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสองชนิดสามารถเกิดเป็น donor-acceptor complex ซึ่งทำให้ปฏิกิริยาเกิดเร็วขึ้น และเมื่อ complex ทำปฏิกิริยากับ n-butanol จะสามารถเกิดเป็น monomer และ dimer โดยมี productive pathway สองเส้นทางการเกิดเป็นผลิตภัณฑ์



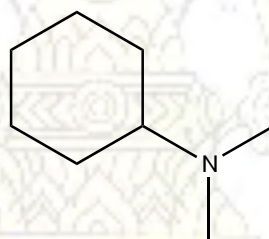
**รูปที่ 1.4** สูตรโครงสร้างของ tin tributylacetate ( $\text{Bu}_3\text{SnOAc}$ )

ในปี 2008 Strachota และ คณะ<sup>9</sup> ได้ศึกษาเปรียบเทียบระยะเวลาในการฟูของโฟม คุณภาพของโฟม และตรวจวัดการยุบของโฟม พอลิยูรีเทนโฟมเตรียมจากปฏิกิริยาระหว่าง polybutadienediol กับ toluenediisocyanate โดยมี tin(II) 2-ethylhexanoate  $\text{Sn}(\text{Oct})_2$ , N,N-Dimethylcyclohexylamine (DMCHA), N,N-dibutyltin dilaurate (DBTDL) และ triethylenediamine (TEDA) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว และมีตัวเร่งปฏิกิริยาร่วม คือ TEDA- $\text{Sn}(\text{Oct})_2$ , TEDA-DBTDL, DMCHA- $\text{Sn}(\text{Oct})_2$  พบว่าทั้งตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว และตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมให้ผลทางด้าน selectivity และ activity ต่างกัน โดย  $\text{Sn}(\text{Oct})_2$ , DMCHA, DBTDL และ

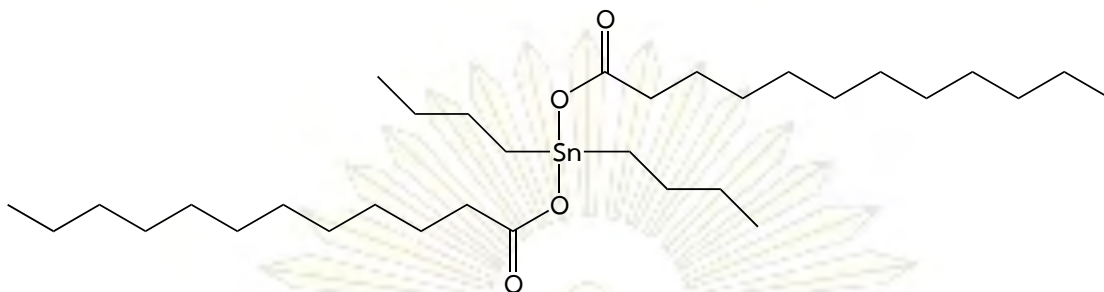
TEDA มี gelation time ที่ 32 นาที, 10 นาที, 4.30 นาที และ 4 นาทีตามลำดับ ซึ่งหากใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมกัน ระหว่าง TEDA-DBTDL จะลด gelation time เหลือเพียง 2 นาที และ TEDA-Sn(Oct)<sub>2</sub> จะลด gelation time เหลือเพียง 15 นาที โดย gelation time แสดงให้เห็นถึง synergistic effect ระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยา TEDA และ Sn(Oct)<sub>2</sub> เมื่อเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว Sn(Oct)<sub>2</sub> แต่ก็ยังให้ผล gelation time ที่แย่เมื่อเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว TEDA และสำหรับ DMCHA-Sn(Oct)<sub>2</sub> ลด gelation time เหลือเพียง 7.30 นาที ซึ่งเร็วกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ gelation time ของตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว DMCHA



รูปที่ 1.5 สูตรโครงสร้างของ tin(II) 2-ethylhexanoate [Sn(Oct)<sub>2</sub>]



รูปที่ 1.6 สูตรโครงสร้างของ N,N-Dimethylcyclohexylamine (DMCHA)



รูปที่ 1.7 สูตรโครงสร้างของ N,N-dibutyltin dilaurate (DBTDL)

ในปี 2012 Novakov และ คณะ<sup>10</sup> ได้ศึกษา synergistic effect ของตัวเร่งปฏิกิริยาในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบยืดหยุ่น (flexible polyurethane foams) โดยมี tertiary amines ได้แก่ trimethylethylamine (TEA), N-tributylamine (TBA), dimethylbenzylamine (DMBA) และ organotin compound ได้แก่ N,N-dibutyltin dilaurate (DBTDL) และ dioctyl tin mercaptide (DOTM) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา DBTDL ที่ความเข้มข้นคงที่ร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยา TBA หรือ TEA พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา tertiary amine อัตราการฟูของโฟมมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นและเมื่อเปรียบเทียบการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมกับการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวยังพบว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมมีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว นอกจากนั้นค่า density, compression stress และ tensile strength ที่ได้ดีกว่าอีกด้วย เนื่องจากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมจะเกิดการเสริมกัน (synergistic effect)

เนื่องจากยังไม่มียานวิจัยที่ศึกษาเกี่ยวกับ synergistic effect ของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง (rigid polyurethane foams) โดยใช้ bismuth carboxylate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงได้เตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมกัน เพื่อศึกษาหาอัตราส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมเพื่อให้ได้พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่มีคุณสมบัติทางกายภาพและเชิงกลที่เหมาะสมที่สุด

#### 1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1. เตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน
2. ศึกษาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันและสมบัติของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง

#### 1.5 ประโยชน์ที่ได้รับ

ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมที่อัตราส่วนที่เหมาะสมที่ให้ผลเสริมกันในการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง



## บทที่ 2

### การทดลอง

#### 2.1 เครื่องมือ

- 2.1.1 เครื่อง FT-IR spectrometer รุ่น Nicolet 6700
- 2.1.2 เครื่องกวนความเร็วสูง (mechanical stirrer) IKA รุ่น RW 20 digital
- 2.1.3 เครื่องชั่งน้ำหนัก Precisa รุ่น XT920M

#### 2.2 สารเคมี

- 2.2.1 พอลิอีเทอร์ พอลิโออล (polyether polyol; Polimaxx<sup>®</sup> 4221; OH-number = 440 mgKOH/g; functionality = 4.3)
- 2.2.2 สารประกอบไอโซไซยานต (polymeric diphenyl methane diisocyanate; PMDI, Raycore<sup>®</sup> B9001; % NCO = 31.0; functionality = 2.7)
- 2.2.3 สารลดแรงตึงผิว (silicone surfactant; polysiloxane, Tegostab<sup>®</sup> B8460)
- 2.2.4 สารช่วยฟู (water, H<sub>2</sub>O)
- 2.2.5 ไดเมทิลไซโคลเฮกซิลเอมีน (dimethylcyclohexylamine, DMCHA)
- 2.2.6 บิสมัทนีโอเดคาโนเอต (bismuth neodecanoate; Valikat<sup>®</sup> Bi 2010; metal content 19.3-20.7%)
- 2.2.7 โพแทสเซียมออกโทเอต (potassium octoate; Dabco<sup>®</sup> K-15; เป็นสารละลายโพแทสเซียมออกโทเอตในไดเอทิลีนไกลคอล 30% W/W)

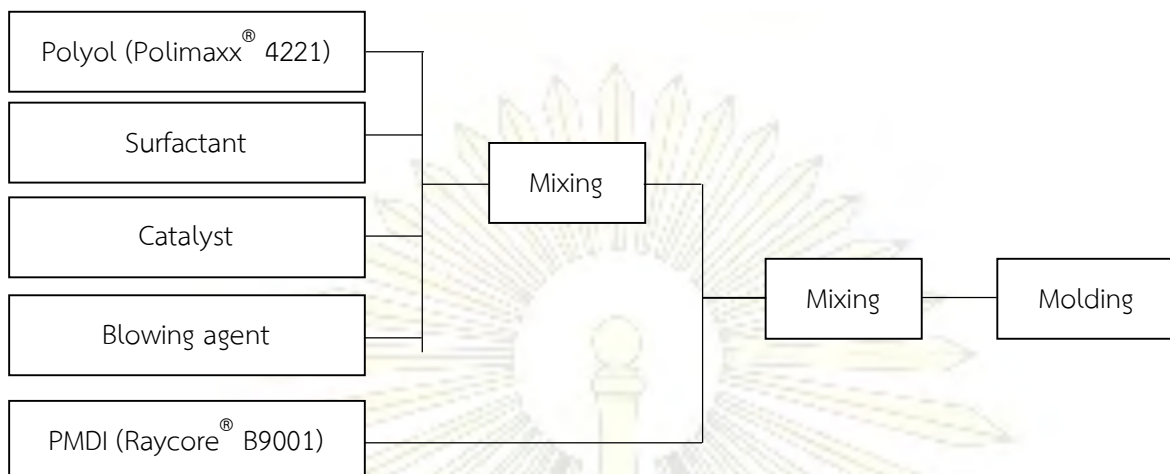
#### 2.3 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง

การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งมี 2 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนที่ 1 เป็นการผสมพอลิโออล สารลดแรงตึงผิว สารช่วยฟู (H<sub>2</sub>O) และตัวเร่งปฏิกิริยา (DMCHA) ให้เป็นเนื้อเดียวกัน โดยใช้เครื่องกวนความเร็วสูงด้วยความเร็ว 2000 รอบต่อนาที (rpm) และขั้นตอนที่ 2 คือ เติมไอโซไซยานต (PMDI) ลงในสารผสมที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 และผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องกวนแบบกลอีกครั้ง ดังแผนภาพที่ 2.1 (รูปที่ 1.6 และ รูปที่ 2.1-2.3 แสดงโครงสร้างของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง) โดยจะศึกษาที่

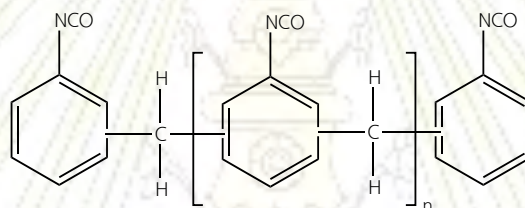
isocyanate = 100 ตามตารางที่ 2.1 ซึ่งเวลาในการบันทึกในการเกิดพอลิยูรีเทนโฟม จะแบ่งออกเป็น 4 ระยะ คือ เวลาที่สารผสมเป็นเนื้อครีม (cream time), เวลาที่สารผสมเป็นเนื้อเจล (gel time) หรือเวลาโฟมเริ่มฟู, เวลาที่โฟมไม่เกาะติดกับผิววัสดุ (tack free time) และเวลาที่โฟมหยุดฟู (rise time) ซึ่งจะเก็บชิ้นโฟมไว้ 2 วัน หลังจากสังเคราะห์เสร็จเพื่อให้ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเกิดอย่างสมบูรณ์เพื่อนำมาศึกษาสมบัติทางกายภาพของโฟม คือ หาความหนาแน่น โดยคำนวณจากชิ้นงานโฟมที่มีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm และเพื่อดูความสมบูรณ์ในการเกิดปฏิกิริยาจึงศึกษาเอกลักษณ์สมบัติของโฟม โดยหา % conversion of isocyanate (%  $\alpha$ ) ด้วย FTIR spectroscopy ศึกษาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันและความเร็วในการฟู (rise profile) และศึกษาอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (temperature profile)

**ตารางที่ 2.1** สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิงที่ isocyanate index = 100)

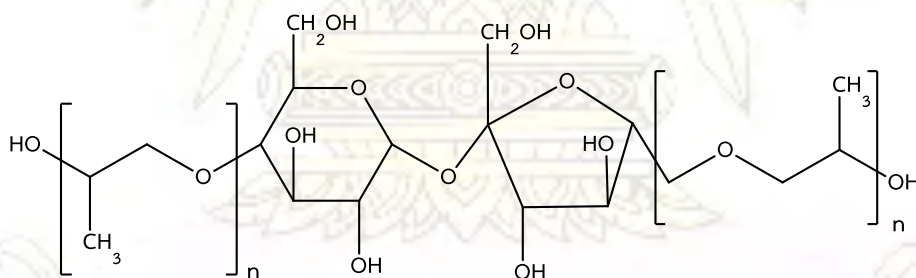
Starting materials	Amount in parts by weight (pbw)	Amount in grams (g)
1. Polyether polyol (Polimaxx <sup>®</sup> 4221; OH-number = 440 mgKOH/g; functionality = 4.3)	100	10.0
2. Silicone surfactant (polysiloxane, Tegostab <sup>®</sup> B8460)	2.5	0.25
3. Blowing agent (water, H <sub>2</sub> O)	3.0	0.30
4. Catalyst (dimethylcyclohexylamine, DMCHA)	1.0	0.10
5. Polymeric diphenyl methane diisocyanate (PMDI, Raycore <sup>®</sup> B9001; % NCO = 31.0; functionality = 2.7)	151.4	15.14



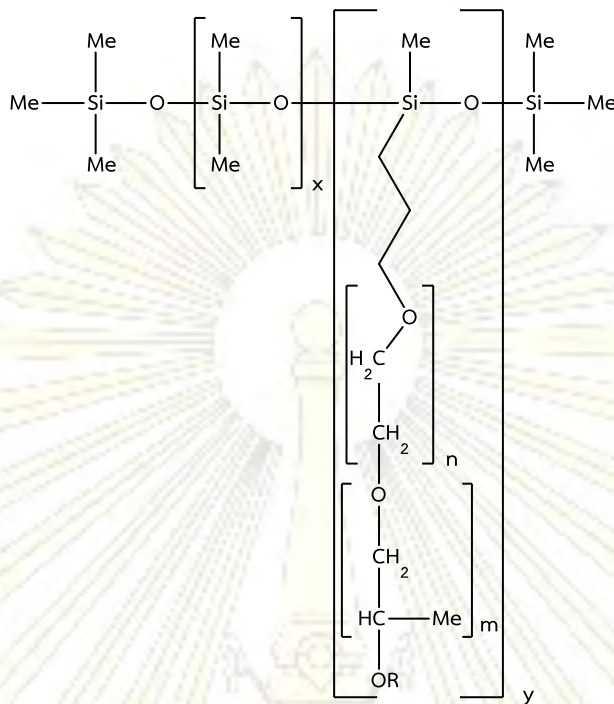
แผนภาพที่ 2.1 ขั้นตอนการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟม



รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างของ polymeric diphenyl methane diisocyanate (PMDI)



รูปที่ 2.2 สูตรโครงสร้างของ polyether polyol



รูปที่ 2.3 สูตรโครงสร้างของ silicone surfactant

#### 2.4 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง

การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว bismuth neodecanoate (รูปที่ 1.1) และ potassium octoate (รูปที่ 1.2) โดยใช้ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา = 1.0 pbw และศึกษาที่ isocyanate = 100 ตามตารางที่ 2.2 และ 2.3 ซึ่งจะใช้วิธีการสังเคราะห์เช่นเดียวกับการสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง โดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อศึกษาความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งและใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง และนำมาศึกษาสมบัติทางกายภาพของโฟม คือ หาความหนาแน่น โดยคำนวณจากชิ้นงานโฟมที่มีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm และเพื่อดูความสมบูรณ์ในการเกิดปฏิกิริยาจึงศึกษาเอกลักษณ์ของโฟม โดยหา % conversion of isocyanate (%  $\alpha$ ) ด้วย FTIR spectroscopy ศึกษาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันและความเร็วในการฟู (rise profile) และศึกษาอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยา พอลิเมอไรเซชัน (temperature profile)



**ตารางที่ 2.2** สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิงที่ isocyanate index = 100

Starting materials	Amount in parts by weight (pbw)	Amount in grams (g)
1. Polyether polyol (Polimaxx <sup>®</sup> 4221; OH-number = 440 mg KOH/g; functionality = 4.3)	100	10.0
2. Silicone surfactant (polysiloxane, Tegostab <sup>®</sup> B8460)	2.5	0.25
3. Blowing agent (water, H <sub>2</sub> O)	3.0	0.30
4. Catalyst (Bismuth neodecanoate)	1.0	0.10
5. Polymeric diphenyl methane diisocyanate (PMDI, Raycore <sup>®</sup> B9001; % NCO = 31.0; functionality = 2.7)	151.4	15.14

**ตารางที่ 2.3** สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิงที่ isocyanate index = 100

Starting materials	Amount in parts by weight (pbw)	Amount in grams (g)
1. Polyether polyol (Polimaxx <sup>®</sup> 4221; OH-number = 440 mgKOH/g; functionality = 4.3)	100	10.0
2. Silicone surfactant (polysiloxane, Tegostab <sup>®</sup> B8460)	2.5	0.25
3. Blowing agent (water, H <sub>2</sub> O)	3.0	0.30
4. Catalyst (potassium octoate)	1.0	0.10
5. Polymeric diphenyl methane diisocyanate (PMDI, Raycore <sup>®</sup> B9001; % NCO = 31.0; functionality = 2.7)	151.4	15.14

## 2.5 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาร่วม bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน

การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดร่วมกัน คือ bismuth neodecanoate (รูปที่ 1.1) และ potassium octoate (รูปที่ 1.2) โดยใช้ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาต่างกัน และศึกษาที่ isocyanate = 100 ตามตารางที่ 2.4 ซึ่งจะใช่วิธีการสังเคราะห์เช่นเดียวกับการสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อศึกษาผลการเสริมกัน (synergistic effect) ของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิด และนำมาศึกษาสมบัติทางกายภาพของโพลีเมอร์ คือ หาความหนาแน่น โดยคำนวณจากชิ้นงานโพลีเมอร์ที่มีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm และเพื่อดูความสมบูรณ์ในการเกิดปฏิกิริยาจึงศึกษาเอกลักษณ์ของโพลีเมอร์โดยหา % conversion of isocyanate (%  $\alpha$ ) ด้วย FTIR spectroscopy ศึกษาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันและความเร็วในการฟู (rise profile) และศึกษาอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (temperature profile)

**ตารางที่ 2.4** สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน ที่ isocyanate index = 100

Starting materials	Formulation 1		Formulation 2		Formulation 3	
	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 <sup>®</sup> 4221; OH-number = 440 mgKOH/g; functionality = 4.3)	100	10.0	100	10.0	100	10.0

2. Silicone surfactant (polysiloxane, Tegostab <sup>®</sup> B8460)	2.5	0.25	2.5	0.25	2.5	0.25
3. Blowing agent (H <sub>2</sub> O)	30	0.30	30	0.30	30	0.30
4. Bismuth neodecanoate (catalyst 1; Bi)	1.0	0.10	1.0	0.10	0.5	0.05
5. Potassium octoate (catalyst 2; K-15)	1.0	0.10	0.5	0.05	1.0	0.10
6. Polymeric diphenyl methane diisocyanate (PMDI, Raycore <sup>®</sup> B9001; % NCO = 31.0; functionality = 2.7)	151.4	15.14	151.4	15.14	151.4	15.14

การคำนวณปริมาณสารตั้งต้นใน foam formulation ใช้วิธีดังนี้

การคำนวณปริมาณสารตั้งต้นที่ NCO index = 100

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

การหา Equivalent weight of OH in foam formulation

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

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

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

$$\text{Equivalent weight of H}_2\text{O} = \frac{18}{2} = 9$$

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 H<sub>2</sub>O in foam 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<sup>®</sup> B90001 (parts by weight) in foam formulation

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

Isocyanate index 100; (parts by weight) = 160.14

2.6 การศึกษา isocyanate conversion (%  $\alpha$ ) ของพอลิยูรีเทนโฟมด้วยเทคนิค FT-IR spectroscopy  
 ใน isocyanate conversion สามารถหาได้จากกฎของ Beer Lamber's Law และอัตราส่วนระหว่าง  
 isocyanate : urethane (PIR : PUR) ในพอลิยูรีเทนโฟม สามารถศึกษาด้วยเทคนิค FT-IR  
 spectroscopy ดังนี้

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 แปรผันตามปริมาณความเข้มข้นของสารที่ทดสอบหรือ  
 ปริมาณหมู่ฟังก์ชันของสารที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง

สำหรับการคำนวณ % isocyanate conversion (%  $\alpha$ ) สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2 ดังนี้

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

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

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

ตารางที่ 2.5 ค่า wavenumber ของหมู่ฟังก์ชันของโพลีเอทิลีน

Chemical bond	Wavenumber (cm <sup>-1</sup> )	Chemical structure
Isocyanate (NCO)	2272	N=C=O
Phenyl	1595	Ar-H
Isocyanurate (PIR)	1413	PIR
Urethane	1221	-C-O

### บทที่ 3

#### ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

##### 3.1 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพรหมแบบแข็ง

การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพรหมแบบแข็งจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดร่วมกันคือ bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยงานวิจัยจะศึกษาผลการเสริมกัน (synergistic effect) ของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิด โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน ที่ isocyanate index = 100 เทียบกับพอลิยูรีเทนโพรหมแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว คือ bismuth neodecanoate และ potassium octoate และเทียบกับพอลิยูรีเทนโพรหมแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง (DMCHA)

##### 3.1.1 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพรหมแบบแข็งโดยใช้ DMCHA, bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง

ในการทดลองจะใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบเนื่องจาก DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตโพรหม และใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันน้อย โดยจะศึกษาที่ isocyanate index = 100

จากการเตรียมพอลิยูรีเทนโพรหมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิงเป็น DMCHA และ ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate ซึ่งจะศึกษาช่วงเวลาในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชัน โดยมีทั้งหมด 4 ระยะ คือ เวลาที่สารผสมเป็นเนื้อครีม (cream time) เวลาที่สารผสมเป็นเนื้อเจล (gel time) ซึ่งเป็นเวลาที่โพรหมเริ่มฟู เวลาที่โพรหมไม่เกาะติดกับผิววัสดุ (tack free time) และเวลาที่โพรหมหยุดฟู (rise time) โดยมีการเกิดปฏิกิริยาที่สำคัญคือ ปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานาตกับพอลิออลได้เป็นยูรีเทน (แผนภาพที่ 1.1) และ ปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานาตกับน้ำได้แอมีนและ CO<sub>2</sub> (แผนภาพที่ 1.2)

แผนภาพที่ 1.2 เป็นปฏิกิริยาการฟู (blowing reaction) โดยเป็นปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานาตกับน้ำ ซึ่งเป็นปฏิกิริยาการเริ่มต้นของการเกิดพอลิยูรีเทนโพรหม วิธีการสังเกตในขั้นตอนนี้ คือ สีของของเหลวจะเปลี่ยนจากสีน้ำตาลเข้มเป็นสีครีมเมื่อนำมาทำปฏิกิริยาในช่วงเวลาที่สารผสมเป็นเนื้อครีม (cream time) และแผนภาพที่ 1.1 คือ ปฏิกิริยาการเกิดเจล (gelling reaction) โดยเป็นปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานาตกับพอลิออล เป็นการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชัน (polymerization) ได้เป็นพอลิยูรีเทนโพรหม วิธีการสังเกตใน

ขั้นตอนนี้ คือ ในช่วงเวลาที่สารผสมเป็นเนื้อเจล (gel time) ของเหลวจะเริ่มเป็นเนื้อเจลหนืดไม่ไหล และช่วงเวลาที่โฟมไม่เกาะติดกับผิววัสดุ (tack free time) คือ เมื่อสารทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันสมบูรณ์ พอลิยูรีเทนโฟมจะแห้งและไม่เกาะติดกับผิววัสดุ และเมื่อพอลิยูรีเทนทำปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์ จะนำไปใช้ศึกษาหาความหนาแน่นโดยคำนวณจากชิ้นงานโฟมที่มีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm

ในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดร่วมกัน คือ bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน ซึ่งใช้วิธีในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมเช่นเดียวกับการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง และเปรียบเทียบข้อมูลที่ได้ออกมาได้จากตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว คือ bismuth neodecanoate และ potassium octoate และตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง DMCHA โดยจะศึกษาที่ isocyanate index = 100

**ตารางที่ 3.1** ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ DMCHA, bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวในปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100

เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา และสมบัติของโฟม	DMCHA (ตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง)	bismuth neodecanoate (ตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง)	potassium octoate (ตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง)
Cream time (sec)	22±0.00	10±0.00	18±0.00
Gel time (sec)	31±1	12±0.00	53±0.00
Tack free time (sec)	102±5	22±1	165±1
Rise time (sec)	90±6	34±1	208±1
Density (Kg/m <sup>3</sup> )	40.1±1.95	45±1.82	43±1.38
Foam Height (cm)*	13.8	12.2	12.5
ลักษณะทางกายภาพของโฟม	เนื้อโฟมมีสีเหลืองอ่อน ผิวละเอียด ไม่เป็นขุย	เนื้อโฟมมีสีเหลืองอ่อน ผิวละเอียด ไม่เป็นขุย	เนื้อโฟมมีสีเหลืองอ่อน ผิวละเอียด เป็นขุย

\*ขึ้นรูปโฟมในแก้วกระดาษที่มีความสูง 16 cm และมีปริมาตร 750 ml

จากผลการทดลอง (ตารางที่ 3.1) เมื่อพิจารณา cream time พบว่าพอลิยูรีเทนโพลีเมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA และ potassium octoate มี cream time มากกว่าเมื่อใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งมีลำดับความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาดังนี้  $DMCHA < potassium\ octoate < bismuth\ neodecanoate$

เมื่อพิจารณา gel time พบว่าพอลิยูรีเทนโพลีเมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA และ potassium octoate มี gel time มากกว่าเมื่อใช้ bismuth neodecanoate โดยมีลำดับความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาดังนี้  $potassium\ octoate < DMCHA < bismuth\ neodecanoate$  ซึ่งจากเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา cream time และ gel time พบว่าพอลิยูรีโพลีเมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate เกิดปฏิกิริยาเร็วที่สุด

เมื่อพิจารณา tack free time พบว่าพอลิยูรีเทนโพลีเมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA และ potassium octoate มี tack free time ที่นานกว่า bismuth neodecanoate โดยมีลำดับความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาดังนี้  $potassium\ octoate < DMCHA < bismuth\ neodecanoate$  ซึ่งแสดงว่าพอลิยูรีเทนโพลีเมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate จะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเสร็จสมบูรณ์ได้เร็วกว่า potassium octoate และ DMCHA

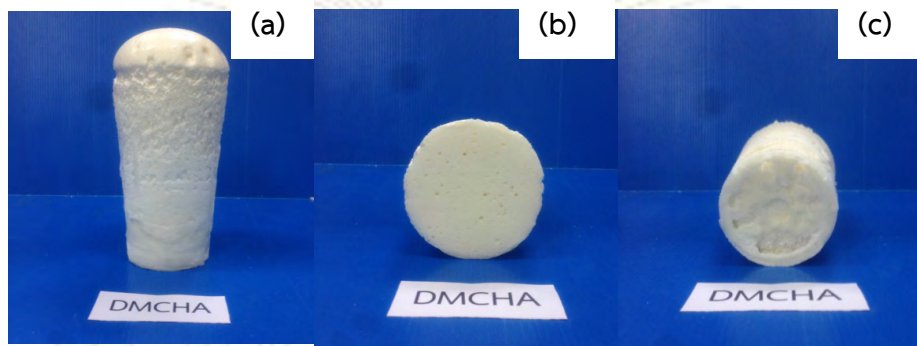
เมื่อพิจารณา rise time พบว่าพอลิยูรีเทนโพลีเมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate และ DMCHA มี rise time น้อยกว่า potassium octoate อย่างมาก โดยมีลำดับความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาดังนี้  $potassium\ octoate < DMCHA < bismuth\ neodecanoate$

เมื่อพิจารณาทั้ง rise time และ tack free time ของพอลิยูรีเทนโพลีเมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างกัน จะพบว่า rise time ของพอลิยูรีเทนโพลีเมที่ใช้ bismuth neodecanoate กับ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จะใช้เวลามากกว่า tack free time แสดงว่าทั้ง bismuth neodecanoate กับ potassium octoate ทำให้เกิด gelling reaction เร็วขึ้น ซึ่งก็คือจะทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้ดีกว่า blowing reaction แต่ DMCHA จะมี tack free time มากกว่า rise time ซึ่งแสดงว่าสามารถเกิด blowing reaction ได้ดีกว่า gelling reaction เมื่อพิจารณาความสูงของโพลีเมที่เตรียมในแก้วกระดาษ จะพบว่าพอลิยูรีเทนโพลีเมที่ใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีความสูงมากที่สุด และพอลิยูรีเทนโพลีเมที่ใช้ bismuth neodecanoate กับ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีความสูงที่ใกล้เคียงกัน

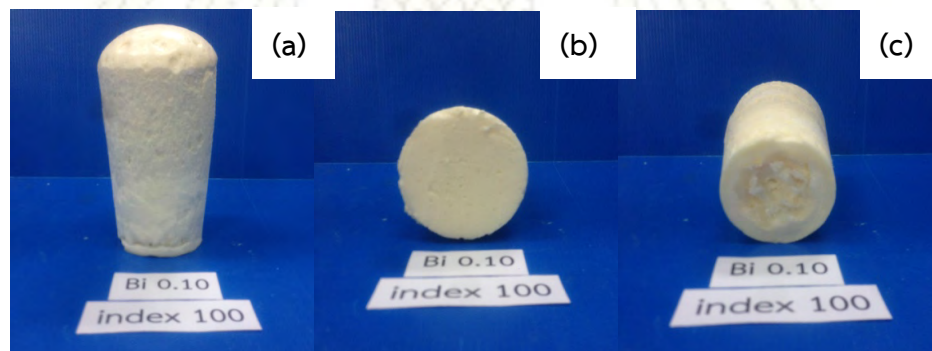
ในส่วนของความหนาแน่นของโพลีเม จะพบว่า bismuth neodecanoate มีความหนาแน่นมากกว่า potassium octoate และ DMCHA ตามลำดับ จึงสามารถสรุปได้ว่า bismuth neodecanoate มีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเตรียมพอลิยูรีเทนโพลีเมได้ดีกว่า potassium octoate



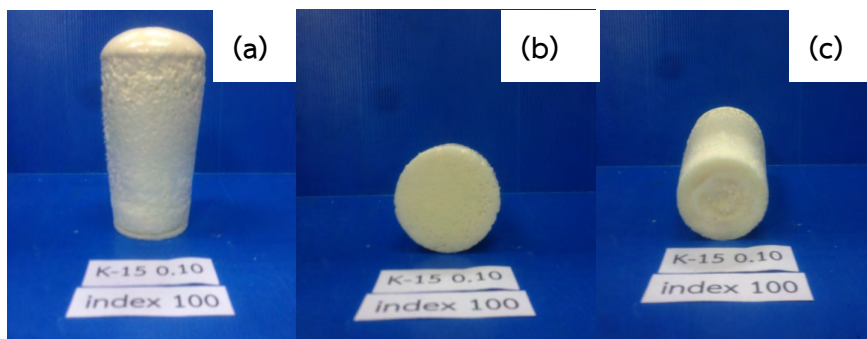
รูปที่ 3.1-3.3 แสดงพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA bismuth neodecanoate และ potassium octoate ที่ isocyanate index = 100 และใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา = 1.0 pbw โดย (a) คือ โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) คือ โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านบนของแก้วกระดาษซึ่งเป็นแนวตั้งฉากกับแนวที่โฟมฟูขึ้น (c) คือ โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านล่างของแก้วกระดาษซึ่งเป็นแนวตั้งฉากกับแนวที่โฟมฟูขึ้น



รูปที่ 3.1 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านบน (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านล่าง



รูปที่ 3.2 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านบน (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านล่าง



**รูปที่ 3.3** พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา potassium octoate (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านบน (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านล่าง

### 3.1.2 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน

จากการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยผสมตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิดในสูตรการเตรียมโฟมและใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกันเพื่อศึกษาผลการเสริมกัน (synergistic effect) ของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิดที่มีต่อสมบัติของโฟม มีวิธีในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมเช่นเดียวกับการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง ซึ่งจะศึกษาเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว คือ bismuth neodecanoate และ potassium octoate และตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง DMCHA โดยจะศึกษาที่ isocyanate index = 100

**ตารางที่ 3.2** ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมในปริมาณอัตราส่วนที่แตกต่างกัน ที่ isocyanate index = 100

เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา และสมบัติของโฟม	Formulation 1 (Bi=0.1:K-15=0.1)	Formulation 2 (Bi=0.1:K-15=0.05)	Formulation 3 (Bi=0.05:K-15=0.1)
Cream time (sec)	10±0.00	10±1	10±0.00
Gel time (sec)	12±0.00	11±1	13±1
Tack free time (sec)	22±1	22±1	27±1
Rise time (sec)	32±1	33±1	39±1
Density (Kg/m <sup>3</sup> )	41±2.50	44.2±1.94	43.1±2.58
Foam Height (cm)	13	12.1	12.9
ลักษณะทางกายภาพของโฟม	เนื้อโฟมมีสีเหลืองอ่อน ผิวละเอียด ไม่เป็นขุย	เนื้อโฟมมีสีเหลือง อ่อน ผิวละเอียด ไม่เป็นขุย	เนื้อโฟมมีสีเหลือง อ่อน ผิวละเอียด ไม่เป็นขุย

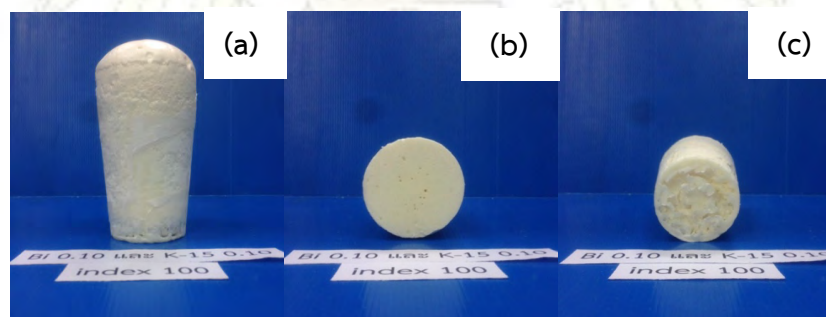
จากการทดลอง (ตารางที่ 3.2) พบว่า cream time และ gel time ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ bismuth neodecanoate (Bi) และ potassium octoate (K-15) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมในปริมาณอัตราส่วนที่แตกต่างกัน คือ Formulation 1 (Bi=0.1:K-15=0.1), Formulation 2 (Bi=0.1:K-15=0.05) และ Formulation 3 (Bi=0.05:K-15=0.1) ไม่มีความแตกต่างของเวลามากนัก โดยในส่วนของ cream time เป็นการเริ่มทำ blowing reaction สำหรับ gel time นั้น คือ การเริ่มทำ gelling reaction และในส่วน tack free time และ rise time พบว่า Formulation 1 (Bi=0.1:K-15=0.1) และ Formulation 2 (Bi=0.1:K-15=0.05) มีช่วงเวลาที่ใกล้เคียงกันไม่มีความแตกต่างกันมากนัก แต่ Formulation 3 (Bi=0.05:K-15=0.1) เริ่มมีความแตกต่างของเวลามากขึ้น โดย tack free time ซึ่งเป็นขั้นที่ gelling reaction ทำปฏิกิริยาสมบูรณ์จะพบว่ามีความแตกต่างของเวลาที่ชัดเจน โดยพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วน Bi มากกว่า K-15 ปฏิกิริยาจะเสร็จสมบูรณ์เร็วกว่าอย่างชัดเจน ในส่วน

rise time ซึ่งเป็นขั้นที่ blowing reaction ทำปฏิกิริยาสมบูรณ์ก็เป็นเช่นกัน คือ พอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วน Bi มากกว่า K-15 ปฏิกิริยาจะเสร็จสมบูรณ์เร็วกว่าเช่นเดียวกัน

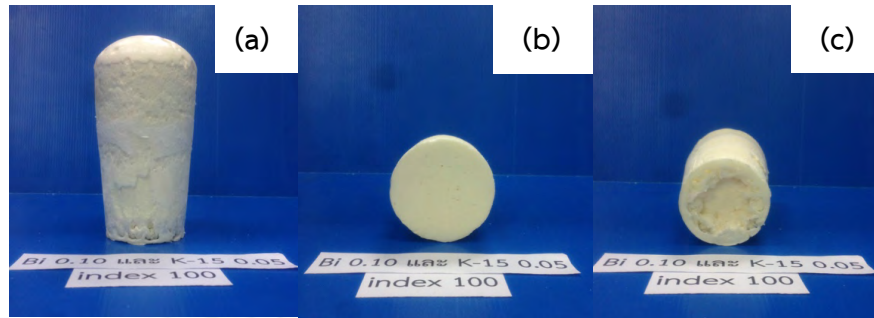
ซึ่งหากพิจารณาทั้ง tack free time และ rise time จะพบว่า Formulation 1 ( $Bi=0.1:K-15=0.1$ ), Formulation 2 ( $Bi=0.1:K-15=0.05$ ) และ Formulation 3 ( $Bi=0.05:K-15=0.1$ ) จะให้ tack free time เร็วกว่า rise time เนื่องจากเกิด gelling reaction เสร็จสมบูรณ์ก่อน blowing reaction และจากความหนาแน่นของพอลิยูรีเทนโฟมทั้ง 3 Formulation ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกัน มีค่าเรียงตามลำดับดังนี้ คือ Formulation 1 < Formulation 3 < Formulation 2

จึงสรุปได้ว่า Formulation 1 ( $Bi=0.1:K-15=0.1$ ) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมที่เหมาะสมที่สุดสำหรับใช้เตรียมพอลิยูรีเทนโฟมเนื่องจากให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาใกล้เคียงกับ Formulation 2 ( $Bi=0.1:K-15=0.05$ ) แต่เมื่อพิจารณาความหนาแน่นของพอลิยูรีเทนโฟม พบว่าโฟมที่เตรียมจาก Formulation 1 และ DMCHA ที่ปริมาณ 1.0 pbw มีความหนาแน่นใกล้เคียงกัน

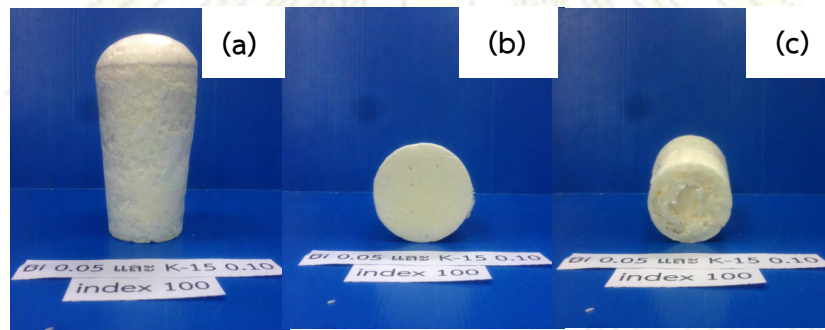
รูปที่ 3.4-3.6 แสดงพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมในปริมาณอัตราส่วนที่แตกต่างกัน คือ Formulation 1 ( $Bi=0.1:K-15=0.1$ ), Formulation 2 ( $Bi=0.1:K-15=0.05$ ) และ Formulation 3 ( $Bi=0.05:K-15=0.1$ ) ที่ isocyanate index = 100 โดย (a) คือ โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) คือ โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านบนของแก้วกระดาษซึ่งเป็นแนวตั้งฉากกับแนวที่โฟมฟูขึ้น (c) คือ โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านล่างของแก้วกระดาษซึ่งเป็นแนวตั้งฉากกับแนวที่โฟมฟู



รูปที่ 3.4 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา Formulation 1 ( $Bi=0.1:K-15=0.1$ ) (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านบน (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านล่าง



รูปที่ 3.5 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา Formulation 2 ( $Bi=0.1:K-15=0.05$ ) (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านบน (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านล่าง

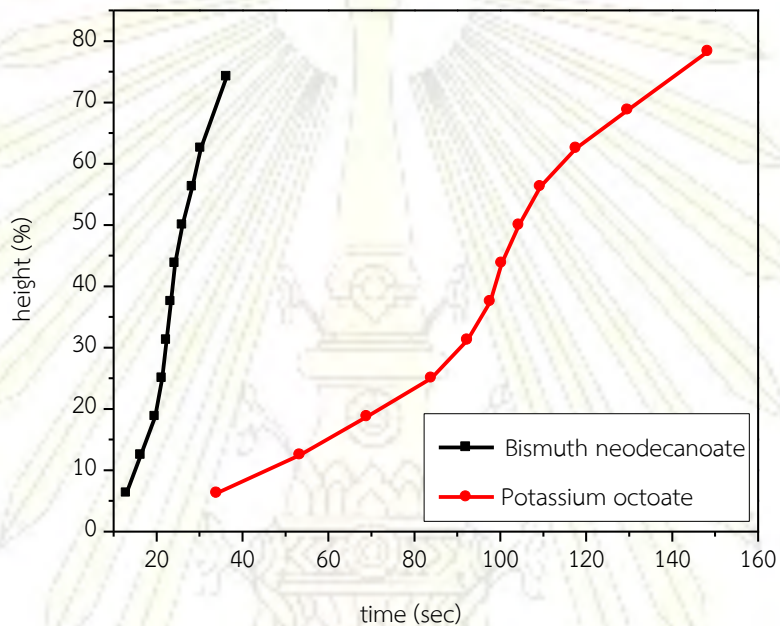


รูปที่ 3.6 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา Formulation 3 ( $Bi=0.05:K-15=0.1$ ) (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านบน (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางด้านล่าง

### 3.2 ความเร็วในการฟู (rise profile)

#### 3.2.1 rise profile ของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate

รูปที่ 3.7 แสดง rise profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate ที่ปริมาณ 1.0 pbw โดยใช้ isocyanate index = 100 ซึ่งใช้เป็นสูตรอ้างอิง

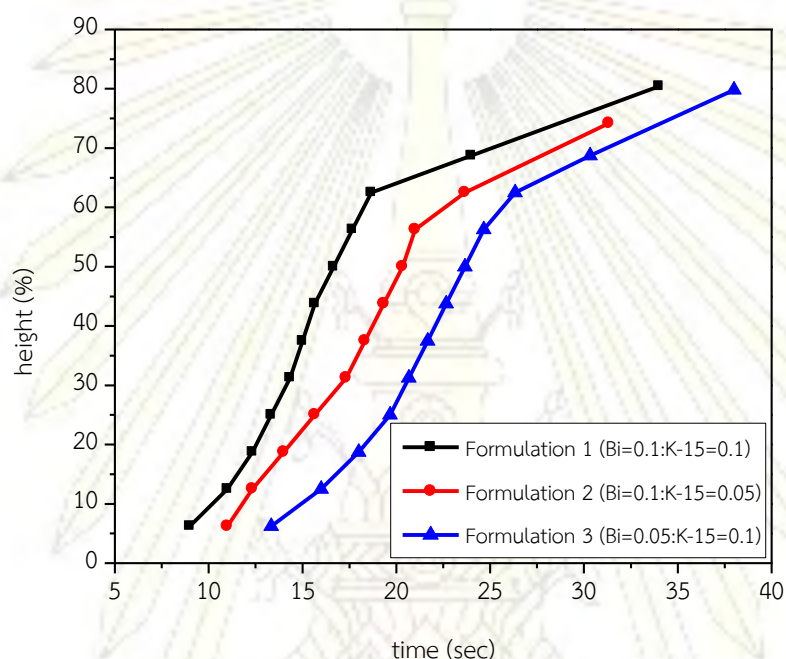


รูปที่ 3.7 rise profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate

จากรูปที่ 3.7 พบว่าพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีความชัน (slope) ของกราฟสูงแต่มีความสูงของโฟมที่ต่ำและพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา potassium octoate มีความชันของกราฟต่ำแต่มีความสูงของโฟมที่สูงกว่า ซึ่งข้อมูลเหล่านี้สอดคล้องกับข้อมูลในตารางที่ 3.1 คือ potassium octoate ให้ค่า rise time นานกว่า bismuth neodecanoate

### 3.2.2 rise profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน

จากการทดลองพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมระหว่าง bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟม จึงศึกษา rise profile ของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาร่วม คือ bismuth neodecanoate และ potassium octoate ที่อัตราส่วนแตกต่างกัน



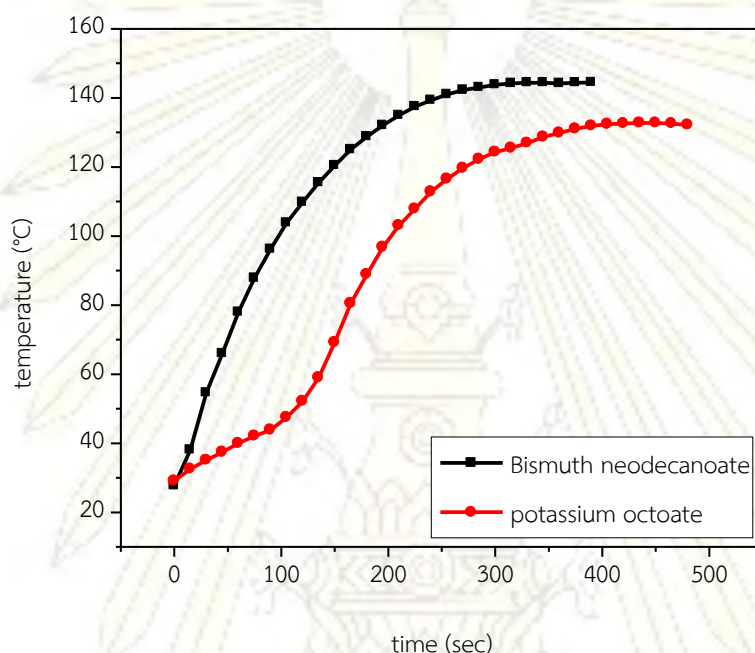
รูปที่ 3.8 rise profile พอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน

จากรูปที่ 3.8 พบว่าพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น Formulation 1 (Bi=0.1:K-15=0.1) จะมีความชันและความสูงมากกว่าพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น Formulation 2 (Bi=0.1:K-15=0.05) และ Formulation 3 (Bi=0.05:K-15=0.1)

### 3.3 การศึกษาอุณหภูมิของปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (temperature profile)

#### 3.3.1 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate

temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ศึกษาเป็นพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate ที่ปริมาณ 1.0 pbw โดยใช้ isocyanate index = 100 ซึ่งใช้เป็นสูตรอ้างอิง



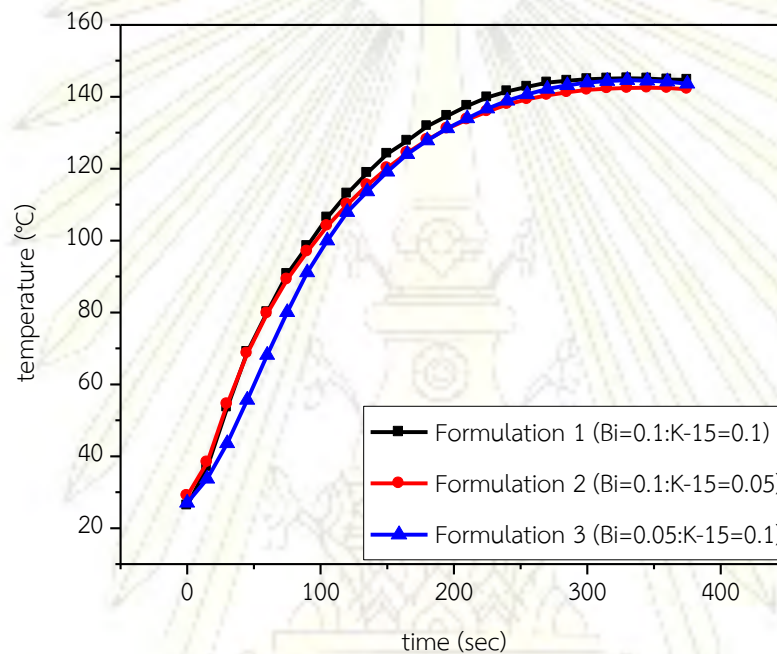
รูปที่ 3.9 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate

จากรูปที่ 3.9 พบว่าพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีความชันของกราฟและอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา potassium octoate ซึ่งจะใช้เวลานานกว่าที่อุณหภูมิจะคงที่ โดยพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีอุณหภูมิสูงสุดในการเกิดปฏิกิริยาที่ 144.4 °C และพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ potassium octoate 132.7 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีอุณหภูมิสูงสุดในการเกิดปฏิกิริยาที่ 132.7 °C



### 3.2.2 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน

จากการทดลองพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมระหว่าง bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟม จึงศึกษา temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาร่วม คือ bismuth neodecanoate และ potassium octoate ที่อัตราส่วนแตกต่างกัน



**รูปที่ 3.10** temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน

จากรูปที่ 3.10 พบว่าพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น Formulation 1 ( $Bi=0.1:K-15=0.1$ ), Formulation 2 ( $Bi=0.1:K-15=0.05$ ) และ Formulation 3 ( $Bi=0.05:K-15=0.1$ ) จะมีความชันของกราฟและความสูงที่ใกล้เคียงกัน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมทั้ง 3 Formulation เหมาะที่จะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมที่ใช้เตรียมพอลิยูรีเทนโฟม

### 3.3 การศึกษา Isocyanate conversion

#### 3.3.1 การศึกษา isocyanate conversion ของพอลิยูรีเทนโพลิมที่สังเคราะห์จากตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate และ potassium octoate

Modesti และคณะ<sup>11</sup> ปี 2001 ได้ศึกษา isocyanate (NCO) conversion และคำนวณอัตราส่วนระหว่าง polyisocyanurate/polyurethane (PIR/PUR) ในพอลิยูรีเทนโพลิมและพอลิไอโซไซยานูเรตโพลิม ด้วยเทคนิค IR spectroscopy สำหรับการคำนวณ % conversion of isocyanate (% $\alpha$ ) แสดงในสมการที่ 2

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

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

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

ในงานวิจัยนี้จะคำนวณ % conversion of isocyanate (% $\alpha$ ) จากพื้นที่ใต้พีคของ isocyanate หลังการทำปฏิกิริยา ใน IR spectrum โดยนำมาเทียบกับพื้นที่ใต้พีคของ isocyanate ก่อนทำปฏิกิริยา เมื่อพิจารณา IR spectrum ของ PMDI ก่อนและหลังทำปฏิกิริยาพบว่าปริมาณของหมู่ฟีนิล (Ar-H) จะคงที่ ดังนั้นจึงใช้พีคของหมู่ฟีนิลเป็นตัวเทียบปริมาณสารตั้งต้นให้มีปริมาณเท่ากัน

ตารางที่ 3.3 NCO conversion ของพื้นที่ใต้พีคของพอลิยูรีเทนโพลิมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate และ potassium octoate และอัตราส่วน PIR/PUR

catalyst	peak area					NCO conversion	PIR/PUR
	NCO 2272 cm <sup>-1</sup>	ArH 1595 cm <sup>-1</sup>	PIR 1413 cm <sup>-1</sup>	PUR 1221 cm <sup>-1</sup>	NCO <sup>f</sup> Ar-H=1		
NCO index = 100							
Bismuth neodecanoate (Bi) 1.0 pbw	1.571	1.993	0.989	5.768	0.788	99.20	0.171
Potassium octoate (K-15) 1.0 pbw	1.405	1.989	0.965	5.479	0.706	99.28	0.176
Bi=0.1:K-15=0.1	1.413	1.995	0.971	5.732	0.708	99.28	0.170
Bi=0.1:K-15=0.05	1.343	1.981	0.968	5.575	0.678	99.31	0.174
Bi=0.05:K-15=0.1	1.319	1.974	0.952	5.493	0.668	99.32	0.173

การคำนวณ % conversion of isocyanate (% $\alpha$ ) และ  $\frac{\text{PIR}}{\text{PUR}}$  ของพอลิยูรีเทนโพลิม

คำนวณ % conversion of isocyanate (% $\alpha$ ) ของพอลิยูรีเทนโพลิม

จาก IR spectrum ของ PMDI

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

$$\% \text{ absorbance ของ Ar-H} = 1.0 \text{ (absorbance อ้างอิงจาก isocyanate)}$$

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

จาก IR spectrum ของพอลิยูรีเทนโพลิม มี NCO ดังตารางที่ 3.3

ยกตัวอย่างการคำนวณของ bismuth neodecanoate (Bi) 1.0 pbw

$$\% \text{ absorbance ของ NCO} = 1.571$$

$$\% \text{ absorbance ของ Ar-H} = 1.993$$

คำนวณปริมาณ NCO ที่เหลือจริงได้ดังนี้

% absorbance ของ Ar-H= 1.993      มี NCO เหลือในระบบ = 1.571

ถ้า % absorbance ของ Ar-H= 1.0      จะมี NCO เหลือในระบบ =  $\frac{1.0 \times 1.571}{1.993} = 0.788 = \text{NCO}^f$

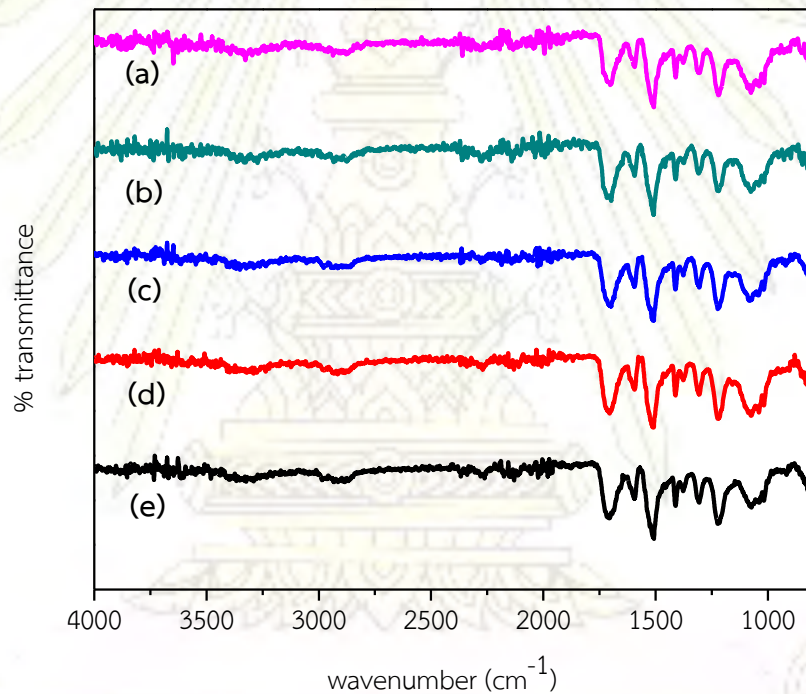
$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น } \% \text{ conversion of isocyanate } (\% \alpha) &= \left[ 1 - \frac{\text{NCO}^f}{\text{NCO}^i} \right] \times 100 \\ &= \left[ 1 - \frac{0.788}{98.00} \right] \times 100 = 99.20\% \end{aligned}$$

คำนวณอัตราส่วน  $\frac{\text{PIR}}{\text{PUR}}$  จากตารางที่ 3.6

% absorbance ของ isocyanurate (PIR) = 0.989

% absorbance ของ urethane (PUR) = 5.768

$$\text{ดังนั้น } \frac{\text{PIR}}{\text{PUR}} = \frac{0.989}{5.768} = 0.171$$



**รูปที่ 3.11** IR spectrum ของพอลิยูรีเทนโฟมที่เตรียมโดยใช้ isocyanate index = 100 และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (a) bismuth neodecanoate 1.0 pbw (b) potassium octoate 1.0 pbw (c) Formulation 1 (Bi=0.1:K-15=0.1) (d) Formulation 2 (Bi=0.1:K-15=0.05) (e) Formulation 3 (Bi=0.05:K-15=0.1)

จากรูปที่ 3.11 IR spectrum ของพอลิยูรีเทนโพลีที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate และพอลิยูรีเทนโพลีที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น Formulation 1 (Bi=0.1:K-15=0.1), Formulation 2 (Bi=0.1:K-15=0.05) และ Formulation 3 (Bi=0.05:K-15=0.1) ที่ isocyanate index = 100 พบว่ามีพีคของพอลิยูรีเทน ปรากฏที่ประมาณ  $1221 \text{ cm}^{-1}$  หมู่อิโซไซยานูเรตที่ประมาณ  $2272 \text{ cm}^{-1}$  ซึ่งจากการคำนวณ % conversion of isocyanate แสดงให้เห็นว่าสารตั้งต้นเข้าทำปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์ เนื่องจากพอลิยูรีเทนโพลีที่ใช้ isocyanate index = 100 มี % conversion of isocyanate มากกว่า 99% และจากการคำนวณอัตราส่วน  $\frac{\text{PIR}}{\text{PUR}}$  พบว่ามีค่าน้อยกว่า 1 แสดงว่าไอโซไซยานูเรตส่วนใหญ่เกิดปฏิกิริยากับพอลิอลและได้ผลิตภัณฑ์เป็นพอลิยูรีเทนมากกว่า การเกิด ปฏิกิริยาไตรเมอไรเซชันระหว่างไอโซไซยานูเรตและได้ผลิตภัณฑ์เป็นไอโซไซยานูเรต

## บทที่ 4

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### 4.1 สรุปผลการทดลอง

จากการสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว คือ bismuth neodecanoate และ potassium octoate ที่ปริมาณ 1.0 pbw เทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง DMCHA ที่ isocyanate index = 100 เมื่อพิจารณาพบว่าพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate และ potassium octoate จะมีความหนาแน่นมากกว่า DMCHA เมื่อพิจารณาเนื้อโพลีเมอร์พบว่าทั้ง bismuth neodecanoate และ potassium octoate ให้เนื้อโพลีเมอร์ที่มีสีเหลืองอ่อนและละเอียด แต่โพลีเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา potassium octoate จะมีลักษณะของเนื้อโพลีเมอร์เป็นขุยมากกว่า และมีความสูงมากกว่า bismuth neodecanoate

เมื่อพิจารณาพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดร่วมกัน คือ bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกันดังนี้ Formulation 1 (Bi=0.1:K-15=0.1), Formulation 2 (Bi=0.1:K-15=0.05) และ Formulation 3 (Bi=0.05:K-15=0.1) ที่ isocyanate index =100 จะพบว่า Formulation 1 (Bi=0.1:K-15=0.1) ให้โพลีเมอร์ที่มีลักษณะของเนื้อโพลีเมอร์เป็นสีเหลืองอ่อน รูพรุนน้อย ผิวละเอียด ไม่เป็นขุย และมีความหนาแน่นของโพลีเมอร์ใกล้เคียงกับ DMCHA และโพลีเมอร์มีความสูงมากที่สุดจึงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่สุด

เมื่อพิจารณาลักษณะการฟูของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน โดยศึกษา rise profile ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว bismuth neodecanoate และ potassium octoate ที่ปริมาณ 1.0 pbw และพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดร่วมกัน คือ bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกันที่ isocyanate index = 100 พบว่าพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา potassium octoate จะมีความสูงมากกว่าแต่เวลาในการเกิดปฏิกิริยาจะช้ากว่า bismuth neodecanoate และ Formulation 1 จะมีความสูงมากที่สุดจากทั้ง 3 Formulation และเวลาในการเกิดปฏิกิริยาเร็วที่สุด แสดงว่า Formulation 1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่สุด

เมื่อพิจารณาอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันโดยศึกษา temperature profile ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว bismuth neodecanoate และ potassium octoate ที่ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1.0 pbw และพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดร่วมกัน คือ bismuth

neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกันที่ isocyanate index = 100 พบว่า bismuth neodecanoate จะให้อุณหภูมิที่สูงกว่า แต่อุณหภูมิจะหยุดคงที่และต่ำลงใช้เวลาเร็วกว่า potassium octoate ส่วนทั้ง Formulation 1 (Bi=0.1:K-15=0.1), Formulation 2 (Bi=0.1:K-15=0.05) และ Formulation 3 (Bi=0.05:K-15=0.1) จะมีอุณหภูมิที่ใกล้เคียงกันแต่เมื่อพิจารณาความหนาแน่นและ rise profile จะพบว่า Formulation 1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่สุด

เมื่อคำนวณค่า % conversion of isocyanate ( $\alpha$ ) จากพื้นที่ใต้พีคไอโซไซยานาตหลังทำปฏิกิริยาใน IR spectrum เทียบกับพื้นที่ใต้พีคของไอโซไซยานาตก่อนทำปฏิกิริยาใน IR spectrum เพื่อหาปริมาณของหมู่ไอโซไซยานาตที่เหลือจากการสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate และพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดร่วมกัน คือ bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน พบว่าค่า % conversion of isocyanate มีค่ามากกว่า 99 % แสดงว่าสารตั้งต้นเข้าทำปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์ และเมื่อคำนวณอัตราส่วน PIR/PUR พบว่ามีค่าน้อยกว่า 1 แสดงว่าไอโซไซยานาตส่วนใหญ่เกิดปฏิกิริยากับพอลิออลและได้ผลิตภัณฑ์เป็นพอลิยูรีเทนมากกว่าการเกิดปฏิกิริยาไตรเมอไรเซชันระหว่างไอโซไซยานาตและได้ผลิตภัณฑ์เป็นไอโซไซยานูเรต

#### 4.2 ข้อเสนอแนะ

ศึกษาการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดร่วมกัน คือ bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยปรับเปลี่ยนปริมาณตัวแปรต่างๆ เพื่อให้ได้โฟมที่มีสมบัติที่ดี เช่น ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ปริมาณ blowing agent และ isocyanate index

## เอกสารอ้างอิง

1. Lee, S. T. and Ramesh, N. S. Polymeric foams. New York: CRC Press, **2004**.
2. Klemptner, D. and Sendjarevic, J. Handbook of polymeric foams and foam technology. 2<sup>nd</sup> Edition. Munich: Hanser Publisher, **2004**.
3. Ashida, K. Handbook of Polyurethane and related foams. New York, Taylor & Francis Group, **2007**.
4. Woods, G. In the ICI polyurethanes book; Wiley: The Netherlands, **1990**; Chapter 7, pp 127-131.
5. Randal, D.; Lee, S. In Huntsman polyurethanes-The polyurethanes book; Wiley: *The United Kingdom*, **2002**; Chapter 9, pp 141-145; Chapter 15, pp 229-233.
6. Sojecki, R. and Trzxinski, S. The synergetic effect of catalytic system in 2,4-tolylene diisocyanate reactions with macrodiols—I. A reaction model with catalysts molar ratio 1:1. *European Polymer Journal*. **1998**, 34, 1793-1799.
7. Sojecki, R. and Trzxinski, S. The synergetic effect of catalytic system in 2,4-tolylene diisocyanate reactions with macrodiols II. A reaction model with varying catalysts molar ratios and general approach. *European Polymer Journal*. **2000**, 36, 1511-1517.
8. Tarasov, D. N.; Tiger, R. P.; Chirokov, Yu. N.; Entelis, S. G.; Tondeur, J.-J. Molecular Organization of Reactants in the Kinetics and Catalysis of Liquid Phase Reactions: X. Synergism in the Combined Catalysis of Urethane Formation by Organotin Compounds and Tertiary Amines. *Kinetics and Catalysis*. **2000**, 41, 391-395.
9. Strachota, A.; Strachotová, B.; Špirková, M. Comparison of Environmentally Friendly, Selective Polyurethane Catalysts. *Materials and Manufacturing Processes*. **2008**, 23, 566 – 570.
10. Novakov, I. A.; Nistratov, A. V.; Pyl'nov, D. V.; Gugina, S. Yu.; Titova, E. N. *Polymer Science, Series D*. **2012**, 5, 22-26.





ภาคผนวก

## ภาคผนวก ก

## ตารางบันทึกผลการทดลอง

**ตารางที่ ก.1** ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวใน ปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100

catalyst	DMCHA					
	ความสูง (cm)	Cream time (sec)	Gel time (sec)	Rise time (sec)	Tack free time (sec)	Density (kg/m <sup>3</sup> )
ครั้งที่ 1	13.9	22	30	79	94	41.06
ครั้งที่ 2	13.5	22	30	85	105	33.94
ครั้งที่ 3	14	22	30	85	100	39.64
ครั้งที่ 4	14	23	32	93	106	42.76
ครั้งที่ 5	14	22	30	94	100	40.52
ครั้งที่ 6	14	22	32	92	110	40.52
ครั้งที่ 7	13.5	22	31	95	102	41.25
ครั้งที่ 8	13.8	22	32	95	102	40.99
ค่าเฉลี่ย	13.8	22	31	90	102	40.09
SD	-	0	1	6	5	2.63

**ตารางที่ ก.2** ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวในปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100

catalyst	bismuth neodecanoate					
	ความสูง (cm)	Cream time (sec)	Gel time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Density (kg/m <sup>3</sup> )
ครั้งที่ 1	12.2	10	12	23	35	45.21
ครั้งที่ 2	12	10	13	23	34	46.01
ครั้งที่ 3	12	10	12	22	33	47.48
ครั้งที่ 4	12.4	9	12	22	33	44.38
ครั้งที่ 5	12.5	9	12	22	33	45.19
ครั้งที่ 6	12.2	10	13	23	36	45.12
ครั้งที่ 7	12	9	12	22	34	42.04
ครั้งที่ 8	12.5	10	13	22	35	45.26
ครั้งที่ 9	12.4	10	12	22	34	46.12
ครั้งที่ 10	12.1	10	12	22	34	43.03
ครั้งที่ 11	11.5	10	12	22	33	48.01
ครั้งที่ 12	12.2	10	13	23	36	45.59
ครั้งที่ 13	12.2	10	12	23	33	47.96
ครั้งที่ 14	12.5	10	12	23	34	43.78
ครั้งที่ 15	12.5	10	12	22	35	45.43
ครั้งที่ 16	12.2	10	13	22	34	45.21
ครั้งที่ 17	12.2	10	12	22	34	44.62
ครั้งที่ 18	12	10	12	22	34	40.45
ครั้งที่ 19	12	9	12	23	34	45.15
ครั้งที่ 20	12.1	10	13	23	35	44.04
ค่าเฉลี่ย	12.2	10	12	22	34	45.00
SD	-	0	0	1	1	1.82

**ตารางที่ ก.3** ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ potassium octoate เป็น

ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวในปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100

catalyst	potassium octoate					
	ความสูง (cm)	Cream time (sec)	Gel time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Density (kg/m <sup>3</sup> )
ครั้งที่ 1	12.8	18	52	164	208	42.53
ครั้งที่ 2	12.6	18	52	164	208	44.01
ครั้งที่ 3	12.5	18	53	165	208	43.80
ครั้งที่ 4	12.5	18	53	166	209	44.07
ครั้งที่ 5	12.8	18	52	164	208	43.06
ครั้งที่ 6	12.7	18	53	167	208	42.30
ครั้งที่ 7	12.5	19	52	167	211	41.08
ครั้งที่ 8	12.3	18	53	165	209	44.98
ครั้งที่ 9	12	18	53	167	208	44.43
ครั้งที่ 10	12.8	19	53	166	208	42.54
ครั้งที่ 11	12.2	19	53	164	208	44.38
ครั้งที่ 12	12.3	18	52	164	207	43.89
ครั้งที่ 13	12.8	18	53	167	209	40.39
ครั้งที่ 14	13	18	52	164	207	40.54
ครั้งที่ 15	12.8	18	53	167	210	41.31
ครั้งที่ 16	12.2	19	53	164	207	44.97
ครั้งที่ 17	12.7	18	53	164	207	42.59
ครั้งที่ 18	12.4	18	53	165	210	42.46
ครั้งที่ 19	12.2	18	53	166	210	43.56
ครั้งที่ 20	12.4	18	53	164	209	43.15
ค่าเฉลี่ย	12.5	18	53	165	208	43.00
SD	-	0	0	1	1	1.38

**ตารางที่ ก.4** ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมในปริมาณอัตราส่วน 0.1:0.1 ที่ isocyanate index = 100

catalyst	Bi=0.1:K-15=0.1					
	ความสูง (cm)	Cream time (sec)	Gel time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Density (kg/m <sup>3</sup> )
ครั้งที่ 1	12.5	10	12	22	30	41.23
ครั้งที่ 2	12	10	11	20	30	44.32
ครั้งที่ 3	13	9	11	20	32	42.24
ครั้งที่ 4	13.5	10	12	23	33	39.44
ครั้งที่ 5	13	9	11	22	32	40.42
ครั้งที่ 6	13.5	10	12	23	33	39.47
ครั้งที่ 7	13	10	12	22	33	41.44
ครั้งที่ 8	14	10	12	23	33	37.20
ครั้งที่ 9	13.8	10	12	21	32	41.49
ครั้งที่ 10	13.5	10	12	22	32	41.17
ครั้งที่ 11	13	10	12	21	33	41.43
ครั้งที่ 12	12	9	11	20	31	45.93
ครั้งที่ 13	13	10	12	22	33	40.89
ครั้งที่ 14	12	10	12	22	33	42.52
ครั้งที่ 15	13.2	10	12	22	33	40.70
ครั้งที่ 16	12	9	11	20	30	42.56
ครั้งที่ 17	13.5	10	12	22	33	38.03
ครั้งที่ 18	13	10	12	23	34	40.77
ครั้งที่ 19	13	9	11	21	33	39.72
ครั้งที่ 20	13.5	9	12	22	33	41.06
ค่าเฉลี่ย	13	10	12	22	32	41.10
SD	-	0	0	1	1	1.95

ตารางที่ ก.5 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมในปริมาณอัตราส่วน 0.1:0.05 ที่ isocyanate index = 100

catalyst	Bi=0.1:K-15=0.05					
	ความสูง (cm)	Cream time (sec)	Gel time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Density (kg/m <sup>3</sup> )
ครั้งที่ 1	11.8	9	11	23	34	46.02
ครั้งที่ 2	12.2	9	10	21	33	44.54
ครั้งที่ 3	12.4	9	11	22	33	44.93
ครั้งที่ 4	11.8	9	10	20	30	47.42
ครั้งที่ 5	12	9	10	21	32	42.66
ครั้งที่ 6	11.7	10	11	22	33	41.94
ครั้งที่ 7	12	10	11	22	33	42.66
ครั้งที่ 8	12.3	10	11	22	33	41.53
ครั้งที่ 9	12.1	9	10	22	33	42.60
ครั้งที่ 10	12.2	9	10	21	33	40.51
ครั้งที่ 11	11.7	9	12	23	35	45.54
ครั้งที่ 12	12	10	12	22	33	46.09
ครั้งที่ 13	11.9	10	13	23	33	46.87
ครั้งที่ 14	12.1	10	12	22	33	42.66
ครั้งที่ 15	12	9	12	22	35	46.83
ครั้งที่ 16	12.3	10	12	23	35	44.18
ครั้งที่ 17	12.2	10	12	23	35	44.20
ครั้งที่ 18	12.1	10	13	23	34	43.91
ครั้งที่ 19	12	10	12	22	33	45.53
ครั้งที่ 20	12.4	10	12	23	34	44.08
ค่าเฉลี่ย	12.1	10	11	22	33	44.24
SD	-	1	1	1	1	1.94

**ตารางที่ ก.6** ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมในปริมาณอัตราส่วน 0.05:0.1 ที่ isocyanate index = 100

catalyst	Bi=0.05:K-15=0.1					
	ความสูง (cm)	Cream time (sec)	Gel time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Density (kg/m <sup>3</sup> )
ครั้งที่ 1	13	10	11	26	38	41.65
ครั้งที่ 2	13	10	12	26	39	42.41
ครั้งที่ 3	13.4	10	12	26	38	40.29
ครั้งที่ 4	13	10	13	26	39	42.10
ครั้งที่ 5	13	10	12	25	37	42.11
ครั้งที่ 6	13.8	10	12	27	40	40.48
ครั้งที่ 7	13	11	13	26	38	42.90
ครั้งที่ 8	13	10	12	26	38	37.62
ครั้งที่ 9	13.2	10	11	25	37	40.13
ครั้งที่ 10	13.2	11	13	27	40	41.18
ครั้งที่ 11	12.5	10	12	27	39	45.95
ครั้งที่ 12	12.3	10	13	28	40	46.77
ครั้งที่ 13	12.3	10	13	26	39	45.86
ครั้งที่ 14	12.8	9	13	26	38	47.08
ครั้งที่ 15	12.5	10	14	27	40	45.46
ครั้งที่ 16	13.2	10	13	26	40	43.97
ครั้งที่ 17	13	10	13	27	40	45.10
ครั้งที่ 18	12.5	10	13	26	39	46.00
ครั้งที่ 19	12.8	10	14	28	40	43.23
ครั้งที่ 20	13	10	13	28	40	42.46
ค่าเฉลี่ย	12.9	10	13	26	39	43.14
SD	-	0	1	1	1	2.58

ตารางที่ ก.7 rise profile ของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate ในปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100

Height (cm)	Time (s)	
	bismuth neodecanoate	Potassium octoate
1	13	34
2	16	53
3	20	69
4	21	84
5	22	92
6	23	98
7	24	100
8	26	104
9	28	109
10	30	118
11	36 (stop time)	130
12	-	148 (stop time)



ตารางที่ ก.8 rise profile ของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potaasium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน ที่ isocyanate index = 100

Height (cm)	Time (s)		
	Bi=0.1:K-15=0.1	Bi=0.1:K-15=0.05	Bi=0.05:K-15=0.1
1	13	9	11
2	16	11	12
3	18	12	14
4	20	13	16
5	21	14	17
6	22	15	18
7	23	16	19
8	24	17	20
9	25	18	21
10	26	19	24
11	30	24	31 (stop time)
12	38 (stop time)	34 (stop time)	-

ตารางที่ ก.9 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวเป็น bismuth neodecanoate และ potassium octoate ในปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100

Time (s)	Temperature (°C)	
	bismuth neodecanoate	potassium octoate
0	27.8	29.1
15	38.0	32.6
30	54.5	35.0
45	65.9	37.4
60	77.9	40.0
75	87.8	42.1
90	96.2	43.9
105	103.8	47.5
120	109.8	52.1
135	115.5	59.0
150	120.4	69.1
165	125.0	80.5
180	128.8	88.9
195	132.1	96.7
210	134.9	103.0
225	137.4	107.8
240	139.3	112.8
255	141	116.5

ก.9 (ต่อ)

270	142.3	119.6
285	143.1	122.2
300	143.8	124.3
315	144.2	125.5
330	144.4	126.9
345	144.4	128.7
360	144.2	129.9
375	144.4	131.0
390	144.4 (stop time)	131.9
405	-	132.4
420	-	132.6
435	-	132.7
450	-	132.7
465	-	132.5
480	-	132.2 (stop time)

ตารางที่ ก.10 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมเป็น bismuth neodecanoate และ potaasium octoate โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนแตกต่างกัน ที่ isocyanate index = 100

Time (s)	Temperature (°C)		
	Bi=0.1:K-15=0.1	Bi=0.1:K-15=0.05	Bi=0.05:K-15=0.1
0	26.6	29.0	26.7
15	37.0	38.3	36.4
30	53.7	54.5	50.6
45	69.1	68.6	64.6
60	80.5	79.7	76.6
75	90.9	89.2	86.9
90	99.2	97.0	96.1
105	106.8	104.0	104.8
120	113.6	110.0	113.8
135	119.2	115.5	118.6
150	124.6	120.1	123.8
165	128.2	124.4	128.5
180	132.2	128.0	131.8
195	135.2	131.1	134.8
210	137.9	133.7	137.2
225	140.3	135.9	139.3
240	141.9	137.9	140.8
255	143.2	139.3	141.8

ก.10 (ต่อ)

270	144.5	140.4	142.4
285	144.9	141.5	142.7
300	145.3	141.9	142.8
315	145.6	142.1	142.7
330	145.6	142.2	142.5
345	145.5	142.2	141.0 (stop time)
360	145.2	142.0	-
375	144.4	142.1	-
390	143.7 (stop time)	141.6 (stop time)	-
405	-	-	-

## ประวัติผู้วิจัย

นางสาวอรณัชชา เชี่ยวชาญ เกิดเมื่อวันที่ 12 มกราคม 2538 ที่จังหวัดอุทัยธานี สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมปลายจากโรงเรียนอุทัยวิทยาคม จังหวัดอุทัยธานี เมื่อปีการศึกษา 2555 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2556 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 198/1 ถนนมณีนีรัตน์ ตำบลอุทัยใหม่ อำเภอเมือง จังหวัดอุทัยธานี รหัสไปรษณีย์ 61000

