

ເພື່ອຮ່ວມມືນເບຣນຈາກຍາງຫຼຽມຫາດີເອພອກຈີໄດ້

ນາງສາວກັກທຣ ວັດນຸດ

ວິທະນີພົນຮົ້ນນີ້ເປັນສ່ວນໜຶ່ງຂອງການສຶກໝາຕາມຫລັກສູດປະລຸງວິທະນາຄາສຕຣມຫານັ້ນທີ່

ສານປົກກະຕົງແລະວິທະນາຄາສຕຣ໌ພອລິເມອ່ວ່າ

ຫລັກສູດປົກກະຕົງແລະວິທະນາຄາສຕຣ໌ພອລິເມອ່ວ່າ

ຄະວິທະນາຄາສຕຣ໌ຈຸພາລັງການຮັ່ງມາວິທະນາລັຍ

ປີການສຶກໝາ 2545

ISBN 974-17-3072-1

ລຶບສິທີ່ຂອງຈຸພາລັງການຮັ່ງມາວິທະນາລັຍ

PERVAPORATION MEMBRANE FROM EPOXIDIZED NATURAL RUBBER

Miss Kornpat Wattanakul

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science

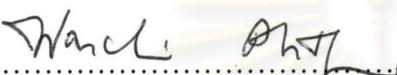
Program of Petrochemistry and Polymer Science

Faculty of Science
Chulalongkorn University

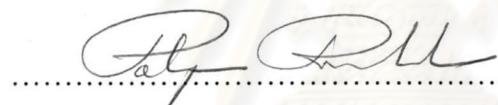
Academic Year 2002
ISBN 974 – 17 – 3072 - 1

Thesis Title Pervaporation membrane from epoxidized natural rubber.
By Miss Kornpat Wattanakul
Field of Study Petrochemistry and Polymer science
Thesis Advisor Assistant Professor Surachai Pornpakakul, Ph.D.

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

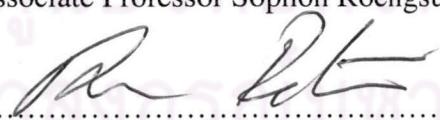
 Dean of Faculty of Science
(Associate Professor Wanchai Phothiphichitr, Ph.D.)

Thesis Committee

 Chairman
(Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.)

 Thesis Advisor
(Assistant Professor Surachai Pornpakakul, Ph.D.)

 Member
(Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.)

 Member
(Associate Professor Amorn Petsom, Ph.D.)

 Member
(Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph.D.)

กรภัท วัฒนกุล : เพอร์เวพอเรชันเมมเบรนจากยางธรรมชาติอีพอกซิไดซ์
(PERVAPORATION MEMBRANE FROM EPOXIDIZED NATURAL RUBBER)
อ. ที่ปรึกษา : ผศ. ดร. สุรชัย พรากคุณ; 88 หน้า. ISBN 974-17-3072-1

การวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อสังเคราะห์เพอเวพอเรชันเมมเบรน จากยางธรรมชาติ อีพอกซิไดซ์ ที่ผ่านการเชื่อมขวางด้วยแอมีน ซึ่งเหมาะสมสำหรับการแยกของผสมตัวทำละลาย อินทรีย์ เมมเบรนเตรียมขึ้นได้โดยการทำปฏิกิริยาของ ENR กับเอธิลีนไคลอเรน, ไคลอเรนไทร แอมีน และพารา-เฟนิลีนไคลอเรน ที่ความเข้มข้นของแอมีนต่าง ๆ อุณหภูมิในการอบบ่มต่าง ๆ และเวลาในการอบบ่มต่าง ๆ เมมเบรน ENR ที่ผ่านการเชื่อมขวางด้วยแอมีนเหล่านี้ได้ศึกษาสมบัติ เชิงกล, ปริมาณเจล, การบวนในตัวทำละลาย, ความสามารถในการแพร่ผ่าน และการเลือกแพร่ ผ่านระหว่างคลอโรฟอร์มและเอทานอล ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าสภาพที่เหมาะสมสำหรับการ เตรียมเมมเบรนที่เหมาะสมคือ อุณหภูมิในการอบบ่ม 105 °C (10 นาที) โดยใช้เอธิลีนไคลอเรน 3 phr สำหรับเมมเบรน ENR ที่ผ่านการเชื่อมขวางด้วยเอธิลีนไคลอเรน, อุณหภูมิในการ อบบ่ม 110 °C (10 นาที) โดยใช้ไคลอเรนไทรแอมีน 3 phr สำหรับเมมเบรน ENR ที่ผ่าน การเชื่อมขวางด้วยไคลอเรนไทรแอมีนและอุณหภูมิในการอบบ่ม 120 °C (10 นาที) โดยใช้ พารา-เฟนิลีนไคลอเรน 3 phr สำหรับเมมเบรน ENR ที่ผ่านการเชื่อมขวางด้วยพารา-เฟนิลีน ไคลอเรน เมมเบรนที่เหมาะสมเหล่านี้ได้ศึกษาความสามารถในการแพร่ผ่านสำหรับคลอโรฟอร์ม สำหรับเอทานอลและสำหรับของผสมคลอโรฟอร์มและเอทานอล พนวจคลอโรฟอร์มแพร่ผ่าน เมมเบรน ได้เร็วกว่าเอทานอล ทั้งที่เป็นตัวทำละลายบริสุทธิ์หรือของผสมตัวทำละลาย ด้วยเหตุนี้ เมมเบรน ENR ที่เชื่อมขวางด้วยแอมีนจึงสามารถเป็นประโยชน์ในการพัฒนาไปสู่เมมเบรนที่มี ประสิทธิภาพในการแยกคลอโรฟอร์มออกจากของผสมคลอโรฟอร์มและเอทานอล

ภาควิชา ลายมือชื่อนิสิต . ภร.สีดา..... อุษานาถ
สาขาวิชา ปีโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา . สุรชัย พรากคุณ
ปีการศึกษา 2545

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4372202723 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE
KEYWORDS : PERVAPORATION MEMBRANE EPOXIDIZED NATURAL
RUBBER. THESIS ADVISOR : ASSISTANT PROFESSOR SURACHAI
PORNPAKAKUL, Ph.D. ISBN 974-17-3072-1

This research aims to synthesis pervaporative membranes from amine crosslinked epoxidised natural rubber suitable for separation of organic solvent mixture. The membranes were prepared by treatment of ENR with ethylenediamine, diethylenetriamine and *p*-phenylenediamine at various amine concentration, various curing temperature and various curing time. These amine crosslinked ENR membranes were investigated their mechanical properties, gel content, solvent swelling, permeability and permselectivity between chloroform and ethanol. The results showed that the suitable conditions for preparing the appropriate membranes were curing temperature of 105 °C (10 min) using 3 phr of ethylenediamine for the ethylenediamine crosslinked ENR membrane, curing temperature of 110 °C (10 min) using 3 phr of diethylenetriamine for the diethylenetriamine crosslinked ENR membrane and curing temperature of 120 °C (10 min) using 3 phr of *p*-phenylenediamine crosslinked ENR membrane. These appropriate membranes were investigated their permeability for chloroform, for ethanol and for chloroform and ethanol mixture. It was found that chloroform permeated through the membranes faster than ethanol either pure solvent or the solvent mixture. Thus, The amine crosslinked ENR membranes could be useful to develop into efficient membranes for separation of chloroform from chloroform and ethanol mixture.

Department

Student's signature Kornpat Wattanakul

Field of study Petrochemistry and Polymer science

Advisor's signature Surachai Pompakakul

Academic year 2002

ACKNOWLEDGMENTS

I would like to express sincere thanks my advisor, Assistant Professor Dr. Surachai Pornpakakul, for his supervisions, helpful suggestions throughout this research. I am also greatful to Professor Dr. Pattarapan Prasassarakich, Associate Professor Dr. Sophon Roengsumran, Associate Professor Dr. Amorn Petsom, Assistant Professor Dr. Warinthorn Chavasiri for serving as thesis committee, and for their valuable comments.

I appreciate the supports from the Rubber Research Institute for equipments, chemicals and facilities for characterization of membranes. Financial support from the Graduate School, Chulalongkorn University is gratefully acknowledged.

I deeply appreciate and thank my parents for their consistent supports and encouragements.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTENTS

	Page
ABSTRACT (IN THAI).....	iv
ABSTRACT (IN ENGLISH).....	v
ACKNOWLEDGEMENTS.....	vi
CONTENTS.....	vii
CHAPTER	
I INTRODUCTION.....	1
Objectives and scope of the research.....	2
II THEORY	
2.1 Epoxidized liquid natural rubber (ENR).....	3
2.1.1 Preparation of ENR.....	3
2.1.2 Epoxidation level determination.....	4
2.2 Ring opening reaction of epoxide group.....	5
2.2.1 Mechanism of ring opening reaction of epoxides.....	6
2.3 Membrane separation.....	8
2.3.1 Membrane materials.....	11
2.3.2 Transport in membrane.....	13
III EXPERIMENTAL	
3.1 Chemicals.....	14
3.2 Instruments and Apparatus.....	15
3.3 Experimental Procedure.....	15
3.3.1 Preparation of peracetic acid.....	15
3.3.2 Preparation of epoxidised natural rubber (ENR).....	16
3.3.2.1 Preparation of 25% ENR.....	16
3.3.2.2 Preparation of 50% ENR.....	16
3.3.3 Natural rubber (NR) and ENR characterization.....	16
3.4 Characterization.....	17
3.4.1 IR-spectroscopy.....	17
3.4.2 $^1\text{H-NMR}$ spectroscopy.....	17

	Page
3.5 Preparation of membrane.....	17
3.5.1 Crosslinked epoxidised natural rubber using <i>p</i> -phenylenediamine.....	17
3.5.2 Crosslinked epoxidised natural rubber using ethylenediamine and diethylenetriamine.....	18
3.5.3 Preparation of amine crosslinked membranes.....	18
3.6 Membrane Characterization.....	19
3.6.1 The gel content.....	19
3.6.2 Tensile property.....	19
3.6.3 Solvent swelling.....	21
3.6.4 Study effect of thickness of membrane.....	21
3.6.5 Permeability.....	21
3.7 Permeability of chloroform and ethanol mixture.....	22
3.7.1 Permeability of pure chloroform and ethanol.....	22
3.7.2 Permeability of chloroform and ethanol mixture.....	22
IV RESULTS AND DISCUSSIONS	
4.1 Characterization of epoxidised natural rubber.....	23
4.1.1 $^1\text{H-NMR}$ spectra.....	24
4.1.2 Infrared spectra.....	26
4.2 Preparation of membrane.....	28
4.2.1 Effect of various amines and amine concentration.....	28
4.2.2 Effect of curing time.....	45
4.2.3 Effect of curing temperature.....	59
4.2.4 The gel content	73
4.2.5 Effect of thickness.....	75
4.2.6 Permeability of pure chloroform pure ethanol	77
4.2.7 Permeability of chloroform and ethanol mixture.....	82

	Page
V CONCLUSION AND SUGGESTION.....	85
Conclusion.....	85
Suggestion	86
REFERENCES.....	87
VITA.....	90

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย