โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ ผลของ PANi ต่อปฏิกิริยา stabilization ของพอลิอะคริโลไนไตรในกระบวนการการผลิตเส้นใยคาร์บอน

Effect of Polyaniline on Stabilization PAN in Carbon Fiber Process

ชื่อนิสิต นายณัฐนนท์ กิตติอมรพงศ์ **เลขประจำตัว** 5933224023

นางสาวกรกช ตั้งเสถียรกิจ 5933202123

ภาควิชา วัสดุศาสตร์

แขนงพอลิเมอร์และสิ่งทอ

ปีการศึกษา 2562

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

โครงงานวิจัยระดับปริญญาตรี

เรื่อง

ผลของ PANi ต่อปฏิกิริยา stabilization ของพอลิอะคริโลไนไตรในกระบวนการการผลิตเส้นใยคาร์บอน

เสนอ

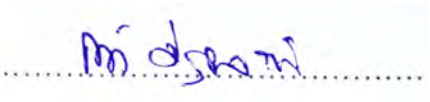
ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ตามระเบียบการศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวัสดุศาสตร์

นายณัฐนนท์ กิตติอมรพงศ์ 5933224023

นางสาวกรกช ตั้งเสถียรกิจ 5933202123

อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ รศ.ดร. กาวี ศรีกูลกิจ

อนุมัติโดย



(รศ.ดร. กาวี ศรีกูลกิจ)

อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ

ปีการศึกษา 2562

คำนำ

โครงงานวิจัยระดับปริญญาตรี เป็นกระบวนการเรียนรู้ที่มุ่งเน้นให้นิสิตระดับชั้นปริญญาตรีเกิดการผสมผสานความรู้ ความเข้าใจ โดยใช้ความรู้ทั้งด้านทฤษฎีและด้านปฏิบัติ ในการคิด วิเคราะห์ แยกแยะ สังเกตุ ให้เหตุผล แก้ปัญหาที่เกิดขึ้น อีกทั้งสามารถในการทำงานร่วมกับผู้อื่นอย่างมีประสิทธิภาพ

งานวิจัยจัดทำเพื่อบรรลุวัตถุประสงค์ของโครงงานวิจัยระดับปริญญาตรี โดยศึกษาผลของพอลิอะนิลีนต่อปฏิกิริยา stabilization ของพอลิอะคริโลไนไตร์ในกระบวนการการผลิตเส้นใยคาร์บอน โดยเป้าหมายคือสามารถพัฒนาคุณภาพของเส้นใยอะคริลิกให้มีประสิทธิภาพใกล้เคียงเส้นใยคาร์บอน โดยทดลองเคลือบสารพอลิอะนิลีน บนเส้นใยอะคริลิก ผ่านกระบวนการเสถียรภาพ วัตถุประสงค์เพื่อให้เส้นใยอะคริลิกให้มีเสถียรภาพมากขึ้น ด้านความเป็นผลึก น้ำหนัก โครงสร้างทางเคมีของสาร ความแข็งแรง เป็นต้น วารสารปริทรรศน์อันประกอบด้วยทฤษฎี งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง และวิธีการดำเนินงานวิจัย ได้รวบรวมในรายงานฉบับนี้

คณะผู้จัดทำหวังเป็นอย่างยิ่งว่าโครงงานจะช่วยเพิ่มพูนความรู้ประสบการณ์ด้านวิทยาศาสตร์ เพื่อเป็นประโยชน์ต่อผู้ศึกษา ผู้สนใจประกอบการศึกษา และ เป็นข้อมูลความรู้ในงานวิจัยภายภาคหน้า หากมีข้อผิดพลาดประการใด คณะผู้จัดทำขออภัยมา ณ ที่นี้ ด้วย

คณะผู้จัดทำ

บทคัดย่อ

เส้นใยเป็นหนึ่งในวัตถุดิบหลักในการผลิตเครื่องนุ่งห่ม ซึ่งเป็นปัจจัยสี่ที่สำคัญของมนุษย์ เส้นใยมีประโยชน์หลายด้าน อาทิ เครื่องนุ่งห่ม อีกด้านที่น่าสนใจคือการใช้ประโยชน์ในด้านอุตสาหกรรม ได้แก่ เส้นใยคาร์บอน ด้วยเส้นใยคาร์บอนมีความสามารถในด้าน ความแข็งแรง ต้านทานแรงดึง น้ำหนักเบา ทนต่อสารเคมีทนต่ออุณหภูมิ และอัตราการขยายตัวต่อความร้อนต่ำ จึงทำให้เส้นใยคาร์บอนเป็นวัสดุที่ได้รับความนิยมมากในอุตสาหกรรมการบินและวิศวกรรมอวกาศการทหาร มอเตอร์สปอร์ต การแข่งขันกีฬาและอีกมากมาย แต่ข้อจำกัดของเส้นใยคาร์บอนคือ เส้นใยคาร์บอนมีราคาสูงเมื่อเทียบกับเส้นใยชนิดอื่น กระบวนการสังเคราะห์ทำได้ยาก ต้องใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์สูง ซึ่งเป็นการสิ้นเปลืองพลังงานและเวลา

งานวิจัยเล่มนี้จึงนำเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตร์ล(PAN)ดึงยืดและเคลือบโดยพอลิอะนิลีน(PANi) ผ่านการดึงยืดPANให้ได้เส้นใยอะคริลิก หลังจากนั้นนำเส้นใยผ่านกระบวนการรักษาเสถียรภาพ โดยทำการเคลือบโดยพอลิอะนิลีน จึงทำการเลือกเส้นใยอะคริลิคเนื่องจากเส้นอะคริลิคมีหมู่ไนโตรเจนในโครงสร้าง และเป็นวัตถุดิบหลักในการผลิตเส้นใยคาร์บอน ที่สามารถหาได้ง่ายที่สุด ราคาต้นทุนต่ำที่สุด เทียบกับเส้นใยในการผลิตเส้นใยคาร์บอนชนิดอื่น เช่น เส้นใยแก้ว และ เส้นใยถ่านหิน เมื่อทำการเคลือบเส้นใยอะคริลิคโดยพอลิอะนิลีนเรียบร้อย จึงทำการวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลของผลิตภัณฑ์ที่ทำการเคลือบโดยเครื่องศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร(TGA) เพื่อตรวจดูน้ำหนักที่เปลี่ยนไปหลังผ่านกระบวนการรักษาเสถียรภาพ ทดสอบความเหนียวของชิ้นงานหลังเคลือบโดยเครื่องทดสอบแรงดึง วิเคราะห์โครงสร้างเคมีของชิ้นงานหลังผ่านกระบวนการด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกโทรสโคปีFT-IR

คำสำคัญ เส้นใยพอลิอะคริโลไนไตร์ล(PAN); พอลิอะนิลีน(PANi); กระบวนการStabilization; เกิดปฏิกิริยาเคมีได้ที่อุณหภูมิที่ต่ำ; เส้นใยคาร์บอน

Abstract

Fiber is one of the most important material that can be produced in clothing. Carbon fiber is the most outstanding fiber for improvement in industry because it has many quality in strength, tensile strength ,insistence with chemical and heat etc.

High expenditure of manufacture processing Carbon fiber compares with other fabers so this research coat Polyaniline on Acrylic fiber for reducing stabilization time and cost in process by maintainance mechanical properties of carbon fiber. The first step is maximum stretching Acrylic fiber. The second, stabilize Acrylic fiber that coated by Polyaniline .The last step is chemical analysis ; molecular weight by TGA analysis and chemical structure by FTIR analysis.

Keyword: Polyacrylonitrile; Polyaniline; stabilization; reaction in low temperature; carbon fiber

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้ ได้รับคำแนะนำ และ ความช่วยเหลือทางวิชาการ จากรองศาสตราจารย์ กาวี ศรีกูลกิจ ในการให้ความเอื้อเฟื้อ ในด้านความรู้ ความเข้าใจ เครื่องมือ วัตถุดิบ และ กำลังใจที่ดีเสมอมา อีกทั้งภาควิชา วัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยในการเอื้อเฟื้ออุปกรณ์ เครื่องมือ วัตถุดิบในการทดลอง และสถานที่ในการทำงานวิจัย

และขอขอบคุณบิดา มารดา นิสิตปริญญาโทที่คอยให้คำแนะนำ และคำปรึกษาที่ดี เพื่อนผู้ร่วมทำงานวิจัย ในการทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้ประสบความสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

สารบัญ

	หน้า
คำนำ	ก
บทคัดย่อ	ข
Abstract	ค
กิตติกรรมประกาศ	ง
บทที่1 บทนำ	
1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงงานวิจัย	2
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎี และ งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1.กระบวนการผลิตเส้นใยอะคริลิก [5]	3
2.2.สมบัติการนำไฟฟ้าของเส้นใยโดยการเคลือบพอลิอะนิลีน	4
2.3. ปฏิกิริยาเคมีของการสังเคราะห์พอลิอะนิลีน	4
2.3.1การสังเคราะห์พอลิอะนิลีน	4
2.4.ขั้นตอนการผลิตเส้นใยคาร์บอน	5
2.4.1.ขั้นตอนเสถียรภาพความร้อน (Stabilization)	5
2.4.2.ขั้นตอนคาร์บอนในเซชั่น (Carbonization)	6
2.4.3.ขั้นตอนการกัดกรอนแบบกราไฟต์ (Graphitization)	6

2.5.ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างการผลิตเส้นใยคาร์บอน [4][2] 6

2.5.1.ปฏิกิริยาออกซิเดชั่น (oxidation reaction) 6

5.2.2 ปฏิกิริยากาควบแน่น (Dehydrogenation reaction) 6

2.5.3.ปฏิกิริยาการปิดวง (Cyclization reaction) 7

2.6.กระบวนการผลิตพอลิอะคริโลไนไตร์ล 8

2.7การใช้ประโยชน์ของเส้นใย PAN 8

บทที่ 3 วิธีการทดลอง 9

3.1 วัสดุและสารเคมีในการทดลอง 9

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบผลิตภัณฑ์สารตั้งต้น 9

3.3 เครื่องวิเคราะห์และทดสอบ 10

3.4 ขั้นตอนการทดลอง 10

3.4.1 ขั้นตอนการเตรียมผ้าอะคริลิก 10

3.4.2 ขั้นตอนการเตรียมสารเคมี 10

3.4.3การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงโดยใช้เครื่องFTIRและ TGA 11

3.5การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติ 11

3.5.1 วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ 11

ฟอร์มอินฟาเรดสเปกโทรสโคปี

(Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR)

3.5.2 *เครื่อง*ศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร 12

(Thermo gravimetric analysis or thermal gravimetricanalysis ,TGA)

3.6 แผนการดำเนินงาน 14

บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์การทดลอง 15

4.1 การศึกษาผลของการคลือบพอลิอะนีลีนบนผ้าอะคริลิก 15

4.2 ผลของการคลือบพอลิอะนีลีนบนผ้าอะคริลิคเปรียบเทียบกับ

ผ้าอะคริลิคไม่ได้เคลือบพอละนีลีนหลังจากทำ การstabilization

ทีอุณหภูมิ180 ℃ 16

4.3 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาและองค์ประกอบธาตุ 17

4.3.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังชันทางเคมี

การวิเคราะห์ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared 17

4.4 เสถียรภาพทางความร้อน 20

บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง 22

รายการอ้างอิง 23

สารบัญตาราง หน้า

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนน้ำหนักผ้าต่อปริมาณสารที่ใช้ 11
ตารางที่ 3.2 แผนงานวิจัย 14

สารบัญรูปภาพ

รูปที่2.1 ภาพประกอบวิธีการผลิตเส้นใยอะคริลิก และสมการเคมีแสดงขั้นตอนการเกิดเส้นใยอะคริลิก 3
รูปที่ 3.1 เครื่อง Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR) 12
รูปที่ 3.2 เครื่องศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร 13
รูปที่ 4.1 ผ้าอะคริลิคที่ถูกเคลือบด้วยพอลิอะนีลีนที่ความเข้มข้น (a)10%, (b)20%, (c)30% 15
รูปที่ 4.3 Fourier Transform Infrared 17
รูปที่ 4.4 Fourier Transform Infrared Spectroscopy(FTIR) ของผ้าอะคริลิคที่ถูกเคลือบด้วย
พอลิอะนีลีนความเข้มข้น10% 18
รูปที่ 4.5 Fourier Transform Infrared Spectroscopy(FTIR) ของผ้าอะคริลิคที่ถูกเคลือบด้วย
พอลิอะนีลีนความเข้มข้น20% 19
รูปที่ 4.6 Fourier Transform Infrared Spectroscopy(FTIR) ของผ้าอะคริลิคที่ถูกเคลือบด้วย
พอลิอะนีลีนความเข้มข้น30% 20
รูปที่ 4.7 กราฟTGA ของผ้าอะคริลิคที่ถูกเคลือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น3 21

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงงานวิจัย

ลักษณะพิเศษของเส้นใย (Fiber) คือ เป็นเส้นยาว เรียว มีความแข็งแรงสูง สามารถจำแนกได้ 3ประเภท ได้แก่ เส้นใยธรรมชาติ เส้นใยกึ่งสังเคราะห์ และ เส้นใยสังเคราะห์ โดยเส้นใยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการสังเคราะห์โดยใช้สารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์ สามารถแบ่งเป็น 4 ประเภท ได้แก่ เส้นใยพอลิเอสเทอร์ เส้นใยพอลิเอไมด์ เส้นใยอะคริลิก เส้นใยเซลลูโลสแอซิเตด โดยเส้นใยอะคริลิกมีสมบัติพิเศษกว่าเส้นใยอื่นๆ เนื่องจากสามารถผลิตเป็นเส้นใยคาร์บอน พัฒนาจนมีสมบัติใกล้เคียงเส้นใยคาร์บอน จึงสามารถนำไปประยุกต์เป็นวัสดุเสริมแรงที่มีค่ามอดูลัสสูง

ในปัจจุบันมีการพัฒนาเส้นใยคาร์บอนที่มีรูพรุนและนำไฟฟ้าได้ จึงเกิดการประยุกต์ใช้งานที่หลากหลายมากยิ่งขึ้น เช่น เป็นวัสดุดูดซับ หรือ เป็นวัสดุกักเก็บพลังงาน อย่างไรก็ตามการเผาเส้นใยอะคริลิกต้องการเทคนิคต่างๆเพื่อให้ได้เส้นใยคาร์บอนที่มีความแข็งแรง หนึ่งในขั้นตอนที่สำคัญคือขั้นตอน stabilization ภายใต้อุณหภูมิหนึ่งและภายใต้แรงดึงที่คงที่ การทำ stabilization (กระบวนการเสถียรภาพทางความร้อน) ทำให้พอลิอะคริโลไนไตรล์เกิดปฏิกิริยา cyclization (กระบวนการทำให้เป็นวงอะโลมาติก) เนื่องจากพอลิอะคริโลไนไตรล์มีธาตุไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบ จึงเกิดปฏิกิริยา cyclization อย่างต่อเนื่อง แม้ว่ากระบวนการจะถูกกระทำภายใต้บรรยากาศออกซิเจน การมีธาตุไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบเป็นอุปสรรคต่อขั้นตอนstabilization เนื่องจากโครงสร้างสร้างของพอลิเมอร์สูญเสียความแข็งแรง ดังนั้นในการวิจัยนี้ จึงได้ทำการเพิ่มธาตุไนโตรเจนลงบนเส้นใยอะคริลิกโดยการเคลือบพอลิอะนิลีน (PANi) ลงบนเส้นใย โดยการเติมออกซิเจนเข้าในโครงสร้าง สามารถเปลี่ยนพันธะของไนโตรเจน และกำจัดหมู่ไฮโดรเจน จึงทำให้เส้นใยอะคริลิคที่ผ่านกระบวนการเสถียรภาพความร้อนมีความแข็งแรงของเส้นใยมากขึ้น และทำการเคลือบเส้นอะคริลิคโดยพอลิอะนิลีน เพื่อทำการป้องกันการสูญเสียของหมู่อะคริโลไนไตร์ล โดยการเคลือบหมู่อะนิลีน และทำการลดเวลาในขั้นตอนเสถียรภาพทางความร้อนลง เพื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยอะคริลิคบริสุทธิ์ที่ทำการให้เสถียรภาพทางความร้อนเป็นเวลานาน หลังจากนั้นทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการทำ stabilization ด้วยเทคนิค TGA เพื่อศึกษาปฏิกิริยา cyclization ที่เหมาะสม ก่อนนำเส้นใยไปเข้าสู่กระบวนการ carbonization เพื่อให้เส้นใยอะคริลิกมีคุณภาพใกล้เคียงเส้นใยคาร์บอน

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงงานวิจัย

1. ทำการเคลือบเส้นใยอะคริลิกด้วยพอลิอะนิลิน

2. ศึกษาปฏิกิริยา cyclization ด้วยเทคนิค TGA และ FTIR เพื่อหาสภาวะมี่เหมาะสม (อุณหภูมิและอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ) เพื่อเกิดกลไกการปฏิกิริยา cyclization ที่ดีที่สุด

3. ศึกษาและเปรียบเทียบเสถียรภาพของเส้นใยระหว่างเส้นใยอะคริลิกที่ไม่เคลือบพอลิอะนิลินกับเส้นใยอะคริลิกที่เคลือบโดยพอลิอะนิลิน

4.ศึกษาคุณภาพของเส้ยใยอะคริลิคที่ผ่านขั้นตอนเสถียรภาพทางความร้อน

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติของเส้นใยพอลิอะคริลิกให้ดีขึ้นเช่น ความสามารถในการทนความร้อน, ความสามารถด้านความแข็งแรง

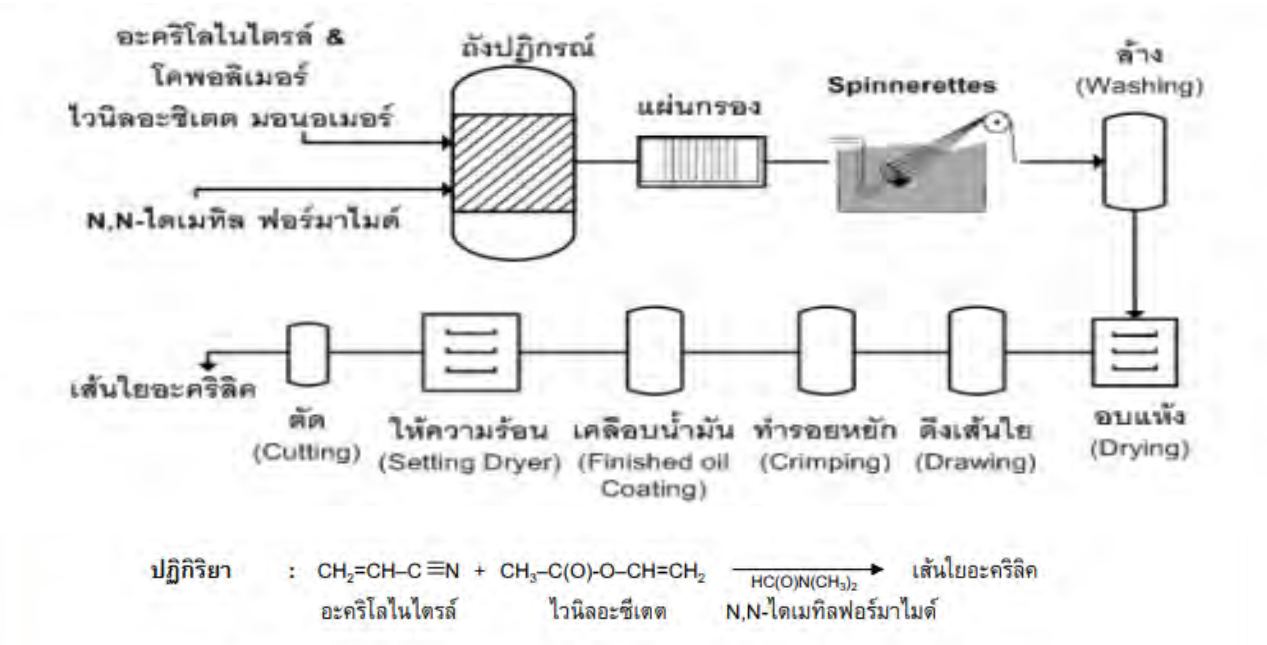
2. สามารถลดต้นทุนและเวลาในขั้นตอนกระบวนการผลิตเส้นใยคาร์บอน

3.สามารถพัฒนาคุณภาพเส้นใยอะคริลิกให้มีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น โดยผ่านกระบวนการเคมี

บทที่ 2
ทฤษฎี และ งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1กระบวนการผลิตเส้นใยอะคริลิก [5]

เส้นใยอะคริลิกเป็นเส้นใยสังเคราะห์ที่มีสายโซ่ยาวในพอลิเมอร์โดยจะประปอบไปด้วย85%โดยน้ำหนักของอะคริโนไนไตรunit เส้นใยอะคริลิกสังเคราะห์ได้จาก2กระบวนการหลักๆคือวิธี dry spinning และ wet spinning โดยการสังเคราะห์เส้นใยโดยใช้วิธี dry spinning จะทำโดยการผสมสารละลายในตัวทำละลายหลังจากนั้นทำการ extrude ผ่าน spinneret ทำให้สารเกิดการละเหยเกิดเป็นเส้นใย ส่วนวิธี wet spinning นั้นสารจะถูกexttrude ผ่าน spinneret ลงไปในอ่างของเหลวเพื่อให้เส้นใยถูกดึกแล้วทำการล้างและอบให้แห้ง



รูปภาพที่2.1 ภาพประกอบวิธีการผลิตเส้นใยอะคริลิก และสมการเคมีแสดงขั้นตอนการเกิดเส้นใยอะคริลิก

2.2.สมบัติการนำไฟฟ้าของเส้นใยโดยการเคลือบพอลิอะนิลีน Conductive Polyaniline (PANi) treated with Aniline [1][2][3][4]

พอลิอะนิลีน Polyaniline(PANi) เป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติในการยอมให้ไฟฟ้าผ่านได้ เนื่องจากความสามารถในการนำไฟฟ้าสูง สามารถเตรียมได้ง่าย มีเสถียรภาพทางสิ่งแวดล้อมที่ดี และสามารถนำไปใช้งานในอุปกรณ์ต่างๆ ได้อย่างหลากหลาย [2]การเคลือบเส้นใยโดยพอลิอะนิลีน ช่วยเพิ่มสมบัติในด้านการนำไฟฟ้า ลดความต้านทานในเส้นใยในเส้นใยฝ้าย และ เส้นใยอะคริลิค มากกว่าลดความต้านทานในเส้นใยพอลิเอสเทอร์ และ เส้นใยขนสัตว์ เนื่องจากทั้งเส้นใยพอลิเอสเทอร์ และ เส้นใยขนสัตว์มีความสามารถในการนำไฟฟ้าต่ำ พอลิอะนิลีนมีความเป็น conjugated poly-radical cationic salts ที่มีสมบัติในด้านความแข็ง ความเป็นโมเลกุลที่มีขั้วสูง และ สมบัติเนื้อแท้ของการนำไฟฟ้า (Intrinsically conductive polymer,ICP) และ เกิดการออกซิเดชั่นที่แตกต่างกันในขั้นตอนต่างๆ เช่น Leucoemeraldine (LE) ในรูปแบบของเบส ,Emeraldineในรูปแบบของเบส , Protonate emeraldine (ES) ในรูปแบบเกลือ และ pernigraniline ในรูปแบบเบส[4] PAN มีความสามารถในการไม่เปลี่ยนโครงสร้างพื้นฐานแม้จะได้รับความร้อนในอุณหภูมิสูงมาก เมื่อนำPANเข้าสู่กระบวนการเสถียรภาพจะได้เส้นใยที่มีสมบัติคล้ายเส้นใยคาร์บอนโดยโพลิอะคลิโลไนไทร์ลมีคุณสมบัติเป็นสารตั้งต้นในการผลิตผ้า สามารถนำมาผลิดเป็นเส้นใยคาร์บอนโดยผ่านการเปลี่ยนแปลงการเรียงลำดับโครงสร้างทางเคมี

2.3. ปฏิกิริยาเคมีของการสังเคราะห์พอลิอะนิลีน Chemical synthesis of Polyaniline on other fabrics [1] [2]

<u>2.3.1การสังเคราะห์พอลิอะนิลีน</u>

โดยทำการเคลือบอะนิลีน กรดไฮโดรคลอริก และ แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต ทำให้สามารถสังเคราะห์พอลิอะนิลีนที่บริสุทธิ์ โดยไม่ต้องผ่านขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์ต่อไป โดยมอนอเมอร์ออกซิแดนซ์ของอะนิลีนทำหน้าที่ให้ประจุบวก ในขณะที่กรดไฮโดรคลอริกให้ประจุลบ จึงเกิดการทำให้ประจุเป็นกลางระหว่างการสังเคราะห์พอลิอะนิลีนโดยกรด และเกิดการดูดซับอะนิลีน และ กรด บนเส้นใย และเมื่อเติมแอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟตจึงเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ และเกิดปฏิกิริยาเคมีในกระบวนการเคลือบพอลิอะนิลีนบนเส้นใย

นำอะนิลีนผสมกรดไฮโดรคลอริกในขั้นตอนที่หนึ่ง และเทลงบนเส้นใยที่ผ่านการทำความสะอาด จากนั้นทำการให้เสถียรภาพทางความร้อนในสารแอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต(oxidizing agent) และทำการชะล้างสารเคมีส่วนเกินออกจากเส้นใยที่ผ่านเคลือบ

2.4.ขั้นตอนการผลิตเส้นใยคาร์บอน [4][5]

เส้นใยคาร์บอน สามารถผลิตได้ผ่านกระบวนการ3ขั้นตอน ได้แก่

1.ขั้นตอนเสถียรภาพความร้อน (Stabilization)

2.ขั้นตอนการทำให้เกิดคาร์บอน(Carbonization)

3.ขั้นตอนการกัดกรอนแบบกราไฟต์ (Graphitization) โดยทำการดึงยืดเส้นใยคาร์บอน ให้ได้มากที่สุดในเครื่อง stretching และเข้าสู่ขั้นตอนที่

ในขั้นเตรียมเส้นใยก่อนเข้าสู่กระบวนการทำการดึงยืดเส้นใยให้มากที่สุดผ่านการ Stretching และเข้าสู่ขั้นตอนที่1

2.4.1.ขั้นตอนเสถียรภาพความร้อน (Stabilization)

ทำให้เกิดกระบวนการออกซิเดชั่นที่อุณหภูมิ200-300องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการเปลี่ยนความเป็นเทอร์โมพลาสติกของPAN สู่การเป็นวงที่ไม่ใช่พลาสติก (non-plastic cyclic)หรือการเกิดโครงสร้างแบบLadderเพื่อให้เส้นใยสามารถทนความร้อนได้สูง

2 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นโดยขั้นตอนstabilization

1.เกิดปฏิกิริยาการปิดวง การลดไฮโดรเจน การเกิดวงอะโรมาติก การออกซิเดชั่น และการเชื่อมขวาง จึงเกิดโครงสร้างแบบบันไดเกิดการปิดวงของโมเลกุลอะคริลิค

2.เปลี่ยนพันธะสามของไนโตรเจน เป็นพันธะคู่ และทำให้เกิดการเชื่อมขวางระหว่างโมเลกุลของPAN ที่อุณหภูมิสูงและลดการสูญเสียคาร์บอน

3.อุณหภูมิที่ใช้ในการให้เสถียรภาพทางความร้อน ประมาณ180-300องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิถึง180 สาวโซ่โมเลกุลจะเกิดการยืดออก และเคลื่อนที่ได้ โดยอุณหภูมิในการเกิดเสถียรภาพที่ดีที่สุด ประมาณ270 องศาเซลเซียส

4.PANที่ผ่านความร้อนจะมีmodulusสูงกว่าPANที่ไม่ผ่านความร้อน

5.กระบวนการเสถียรภาพความร้อน เกิดปฏิกิริยาที่สำคัญมากที่สุดสองปฏิกิริยา ได้แก่

1.การลดไฮโดรเจน 2.การปิดวง เพื่อเกิดวง ทนทานต่ออุณหภูมิขณะทำการให้ความร้อน

2.4.2.ขั้นตอนคาร์บอนไนเซชั่น (Carbonization reaction)

นำเส้นใยให้ความร้อนที่1000องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะไนโตรเจน ทำให้เส้นใยเกิดการเรียงตัวของผลึกที่เป็นระเบียบ จึงทำการให้อุณหภูมิ1500-3000องศาเซลเซียส จนพอลิเมอร์มีความเป็นผลึกที่ร้อยละ92-100 อุณหภูมิสูงทำให้เส้นใยมีค่าโมดูลัสที่สูงขึ้น และทำการกำจัดความไม่บริสุทธิ์ออกจากเส้นใยโดยการระเหย ในขั้นตอนการให้ความร้อน เส้นใยหดตัว สร้างโครงสร้างภายในให้มีขนาดใหญ่ขึ้น ทำการลดจำนวนที่ใช้ และเวลาของไนโตรเจน และทำการกำจัดอะตอมที่ไม่ใช่คาร์บอนออกจากโมเลกุล

โดยในกระบวนการคาร์บอนไนเซชั่นต้องทำการผลิตในบรรยากาศไนโตรเจนที่มีความดันสูงมาก โดยความแข็งแรงของเส้นใยคาร์บอนขึ้นกับอุณหภูมิขณะทำการเผา

2.4.3.ขั้นตอนการกัดกรอนแบบกราไฟต์ (Graphitization)

โดยทำการดึงยืดเส้นใยคาร์บอน ให้ได้มากที่สุดในเครื่องstretching และเข้าสู่ขั้นตอนที่ให้ความร้อนสูงถึง2000 องศาเซลเซียส เพื่อปรับปรุงการจัดเรียงตัวของเส้นใยให้มีความแข็งแรงมากขึ้น ซึ่งเรียกว่ากระบวนการ Graphitization

2.5.ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างการผลิตเส้นใยคาร์บอน [4][2]

2.5.1.ปฏิกิริยาออกซิเดชั่น (oxidation reaction)

ในขั้นตอนStabilization เส้นใยPANเกิดการทำปฏิกิริยาต่อออกซิเจนในอากาศ โดยออกซิเจนเป็นตัวริเริ่มการปิดวง เนื่องจากเป็นตัวเพิ่มพลังงาน ดังนั้นโครงสร้างของPANที่หลากหลายของการเกิดออกซิเดชั่น เป็นการมีอยู่ของออกซิเจนที่สามารถเชื่อมกับหมู่อีเทอร์ มีหมู่คาร์บอนิล ซึ่งแต่ละหมู่มีการให้อิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยวระหว่างกันจึงเกิดเป็นโครงสร้างแบบวง

2.5.2.ปฏิกิริยากาควบแน่น (Dehydrogenation reaction)

โดยเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชั่นและกำจัดน้ำ โดยการเกิดวงจะลดจำนวนไฮโดรเจนในโครงสร้างลง

โดยการเกิดปฏิกิริยาการปิดวงต้องการใช้ออกซิเจนเข้ามาในโครงสร้าง และเปลี่ยนพันธะสามของหมู่ไนไตร์ล เป็นพันธะคู่ โดยพันธะคู่เป็นพันธะที่ไม่อิ่มตัว ช่วยให้พอลิเมอร์มีเสถียรภาพมากขึ้น

2.5.3.ปฏิกิริยาการปิดวง (Cyclization reaction)

โดยเกิดการเชื่อมกันเป็นวงของหมู่ไนไตรล์ให้มีโครงสร้างบันไดที่แข็งแรง เพิ่มความแข็งของสายโซ่โมเลกุล เป็นปฏิกิริยาคายความร้อน และเกิดการเปลี่ยนสีของPANระหว่างการเกิดปฏิกิริยา ในการเกิดปฏิกิริยามีการเปลี่ยนพันธะสามของหมู่ไนโตรเจน เป็นพันธะคู่ จึงเกิดวง6เหลี่ยม โดยการปิดวงสามารถทำได้ที่สภาวะสิ่งแวดล้อมเฉื่อยโดยไม่เกี่ยวกับอะตอมของคาร์บอน เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิสูง การปิดวงจะเกิดเป็นการสูญเสียไฮโดรเจน และทำการเชื่อมกันด้านข้าง เกิดเป็นชั้นคล้ายกราไฟต์ หรือโครงสร้างแบบบริบบอน ประกอบด้วย3hexagon ในการทำพันธะด้านข้างเป็นปฏิกิริยาระหว่างอะตอมของไนโตรเจน

กระบวนการออกซิเดชั่นที่แตกต่างกันในแต่ละconditions ส่งผลให้การนำไฟฟ้าของเส้นใยมีประสิทธิภาพต่างกัน นอกเหนือจากนี้ในการวัดความทนทานต่อกระแสไฟฟ้า พื้นที่ผิวของเส้นใย และ cross sectionถูกตรวจสอบผ่านกล้องจุลทรรศน์ การสะท้อนต่ำลงของรังสีอินฟราเรดทำให้พบรูปแบบของPANiที่เคลือบบนเส้นใย เมื่อถึงสภาพที่เหมาะสมของการทดลอง รูปแบบของ PANiที่ติดบนสิ่งทอแสดงถึงประสิทธิภาพการนำไฟฟ้า ความต้านทานไฟฟ้าจะต่ำลงเมื่อใช้เส้นใยไนลอน ฝ้ายและเส้นใยอะคริลิกมีการนำไฟฟ้าได้ดีกว่าเส้นใยพอลิเอสเทอร์และขนสัตว์ ความเสถียรในกระบวนการเคลือบโดยPANiระหว่างเส้นใยแต่ละชนิดถูกเปรียบเทียบกัน ดังนั้นในการเลือกสภาวะที่เหมาะสมเมื่อเคลือบด้วยPANiแล้ว ความทนทานต่อไฟฟ้าลดลงเมื่อเวลาผ่านไป เมื่อส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์ การเปลี่ยนแปลงเป็นเส้นตรงของการทนไฟฟ้าและความยาว แสดงถึงการเคลือบอย่างต่อเนื่องและสม่ำเสมอของเส้นใยฝ้ายและอะคริลิคส่งผลไปถึงการทนต่อไฟฟ้าที่ดีเยี่ยม โดยอาจจะเกิดพันธะอ่อนๆเกิดขึ้นระหว่างPANiและเส้นใยอะคลิริกและฝ้าย โดยการไม่เกิดพันธะที่แข็งแรง จึงทำให้ไม่เกิดการแตกออกของพันธะระหว่างเส้นใย

การรวมตัวเป็นฟิล์มของพื้นผิวในแต่ละเส้นใยก็จะแตกต่างกันออกไป ฟิล์มที่ไม่สม่ำเสมอต้องปรับเปลี่ยนและศึกษาระหว่างกระบวนการของการดูดซึมระหว่างเฟสของสถานะของเหลวและของแข็งที่มีธรรมชาติทางเคมีต่างกัน

2.6.กระบวนการผลิตพอลิอะคริโลไนไตร์ล [5]

กระบวนการผลิต PANโดยประกอบด้วยสามขั้น ได้แก่

1.spinning

2.stabilization

3.carbonization

โดยinitial PAN เกิดการเกิดแบบ radical ทำให้เกิดการปิดวงได้ง่ายขึ้นของวงแหวนไนโตรเจน อีกทั้งหมู่ไนไตรล์เป็นหมูที่มีขั้ว มีความหนาแน่น และมี ควมแข็งแรงมาก จึงทำให้PANมีสมบัติด้านtensileที่โดดเด่น

2.7การใช้ประโยชน์ของเส้นใย PAN

1.เป็นสารตั้งต้นในการกระบวนการผลิตเส้นใยคาร์บอน

2.เป็นสารตั้งต้นในกระบวนการผลิตเส้นใยต่างๆ เช่น เส้นใยเรยอน

3.เป็นสารตั้งต้นในการกระบวนการผลิตเส้นอะคริลิก

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 วัสดุและสารเคมีในการทดลอง

3.1.1.ผ้าอะคริลิก

3.1.2.แอนิลีนมอนอเมอร์เข้มข้น 99% (Conc. Aniline) M.W.=93,13, บริษัท Panreac sintesis

3.1.3.แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต (Ammonium Peroxodisulfate, $(NH_4)_2S_2O_8$) M.W.=228.20, บริษัท QREC, นิวซีแลนด์

3.1.4 กรดซัลฟิวริก เข้มข้น98% (Conc.Sulfuric acid, H_2SO_4) M.W.=98.08, บริษัท Ajex Finechem, ออสเตรเลีย

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบผลิตภัณฑ์สารตั้งต้น

3.2.1. ตู้อบลมร้อน (ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

3.2.2. ตู้เย็น

3.2.3. กระจกนาฬิกา

3.2.4. แท่งแก้วคนสาร

3.2.5. ปิเปต ขนาด 1ml

3.2.6. บีกเกอร์ขนาด 25ml, 250ml

3.2.7. ถาดลองสาร

3.3 เครื่องวิเคราะห์และทดสอบ

1.เครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกโทรสโคปี (Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR) (ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

2.*เครื่อง*ศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร(Thermo gravimetric analysis or thermal gravimetricanalysis ,TGA) (ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

3.4.1 ขั้นตอนการเตรียมผ้าอะคริลิก

a) ตัดผ้าอะคริลิกให้มีขนาด 15cm x 20cm จำนวน3ผืน

b) นำผ้าอะคริลิกไปล้างด้วยน้ำกลั่นเพื่อกำจัดสิ่งสกปรก

c) ตากผ้าให้แห้งแล้วนำไปชั่งน้ำหนักที่เครื่องชั่งน้ำหนักสาร

3.4.2 ขั้นตอนการเตรียมสารเคมี

a) ปิเปต Conc. Aniline 99% , Ammonium Persulfate , Conc. Sulfuric acid 98% ในอัตราส่วน 1:2:1 เมื่อเทียบกับน้ำหนักผ้า

b) ผสม Conc. Aniline 99% และ Conc. Sulfuric acid 98% ในน้ำ100ml ลงไปในบิกเกอร์ขนาด250ml

c) ผสม Ammonium Persulfate ในน้ำ100ml ลงไปในบิกเกอร์ขนาด250ml

d) นำผ้าอะคริลิกที่เตรียมไว้มาบางในถาดลองสาร หลักจากนั้นเทสารผสมa)และb)ลงไป

e) ทำการเกลี่ยสารให้ทั่วผืนผ้าแล้วนำไปแช่เย็นในตู้เย็นเพื่อให้เกิดการstabilizationเป็นเวลา 2 ชัวโมง

f) นำผ้าที่ได้เคลือบด้วยสารเรียบร้อยแล้วไปล้างในน้ำสะอาด

g) นำไปอบที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10นาที, 20นาที, 30นาที ตามลำดับ

h) หลักจากอบเรียบร้อยแล้ว ให้นำผ้าไปทำการตรวจสอบสัณฐานวิทยาต่อไป

3.4.3 ทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงโดยใช้เครื่องFTIRและTGA

เปรียบเทียบผ้าอะคริลิคที่ไม่ได้เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนและผ้าอะคริลิคที่ไม่ได้เคลือบด้วยพอลิอะนิลีนที่ความเข้มข้น 10% 20% 30%

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนน้ำหนักผ้าต่อปริมาณสารที่ใช้

ร้อยละความเข้มข้น	น้ำหนักผ้าอะคริลิค (กรัม)	ปริมาณกรดซัลฟิวริก (มิลลิลิตร)	ปริมาณอะนิลีน (มิลลิลิตร)	น้ำหนักแอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต (กรัม)
ร้อยละ10	4.93 กรัม	0.42 มิลลิลิตร	0.49 มิลลิลิตร	1.51 กรัม
ร้อยละ20	4.43 กรัม	0.76 มิลลิลิตร	0.86 มิลลิลิตร	2.75 กรัม
ร้อยละ30	4.59 กรัม	2.57 มิลลิลิตร	1.40 มิลลิลิตร	4.37 กรัม

3.5การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติ

3.5.1 วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกโทรสโคปี (Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR)

Fourier transform infrared spectrometer หรือ FT-IR เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ตรวจสอบ พิสูจน์เกี่ยวกับโครงสร้างทางเคมีของสารเพื่อศึกษาหมู่ฟังก์ชันของโมเลกุล ซึ่งสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้ง ของแข็ง ของเหลว และก๊าซ เป็นเทคนิคการกระตุ้นสารด้วยพลังงานแสง โดยการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่อยู่ในช่วงอินฟราเรด (IR) wave number อยู่ในช่วงประมาณ 12800 ถึง 10 cm^{-1} เมื่อแสงอินฟาเรดที่ความยาวคลื่นต่างๆ ส่งผ่านไปยังสารอินทรีย์โมเลกุลของสารจะดูดกลืนที่ความยาวคลื่นคลื่นหนึ่ง ข้อมูลจะถูกคำนวณโดยคอมพิวเตอร์

ซึ่งจะแปรผลความยาวแต่ละคลื่นออกมาเป็นสเปกตรัม เนื่องจากสารแต่ละชนิดจะมีสเปกตรัมที่เฉพาะจึงสามารถนำมาเทียบกับฐานข้อมูลเพื่อบ่งชี้สารดังกล่าวได้ โดยในการวิเคราะห์จะต้องนำสารมาอัด pellet กับ KBr ในอัตราส่วนของสารตัวอย่าง : KBr คือ 1 : 100 ที่ number of sample scan คือ 64 และ resolution คือ 4 cm^{-1}

รูปที่ 3.1 เครื่อง Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR)

3.5.2 *เครื่อง*ศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร(Thermo gravimetric analysis or thermal gravimetricanalysis ,TGA)

เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุโดยเฉพาะพอลิเมอร์เมื่อได้รับความร้อนโดยการวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง เทคนิคนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพของวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับแก๊สหรือระเหยของน้ำ การตกผลึก (crystallization) อันเนื่องมาจากการเปลี่ยนเฟส การแตกตัวของวัสดุ (decomposition) ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน หรือ ปริมาณสารสัมพันธ์ (stoichiometry)ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง ตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็กซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยที่ทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น อากาศ หรือ ออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการระเหย การย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ

ในการวิจัยนี้ทดสอบหาน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของพอลิอะนิลีนเมื่อทำการเคลือบลงบนเส้นใยอะคริลิกหลังเสร็จสิ้นกระบวนการ เปรียบเทียบกับน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงตามเวลา เพื่อบ่งบอกถึงเสถียรภาพการstabilizeตลอดการทดลอง เพื่อแสดงว่าหลักการเคลือบมีประสิทธิภาพเพียงพอหรือไม่

รูปที่ 3.2 เครื่องศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร

3.6 แผนการดำเนินงาน

ตารางที่ 3.2 แผนงานวิจัย

ขั้นตอน	เดือนที่									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1. ค้นคว้าเอกสารและข้อมูลที่เกี่ยวข้อง	■	■								
2. วางแผนงานวิจัย กำหนดขั้นตอนและวิธีการทดลอง		■	■							
3. เตรียมผ้าและสารที่ใช้ทดลอง			■							
4. ทำการทดลอง				■	■					
5. ทำการตรวจสอบสมบัติของผ้าด้วยวิธีFT-IR และวิเคราะห์โครงสร้างและหมู่ฟังก์ชัน					■	■	■	■		
6.ทำการทดสอบผ้าด้วยวิธี TGA							■	■	■	
7. วิเคราะห์ข้อมูล สรุปผล และเขียนวิทยานิพนธ์								■	■	■

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์การทดลอง

4.1 การศึกษาผลของการคลือบพอลิอะนีลีนบนผ้าอะคริลิก

ผลจากการทดลองเคลือบผ้าอะคริลิคด้วยพอลิอะนีลีนที่ความเข้มข้น 10% 20% 30% ได้ภาพตามรูปที่4.1 จะได้ว่าสีของผ้าอะคริลิกที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น10% จะมีสีเขียว และผ้าอะคริลิกที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น20% จะมีสีน้ำเงินเข้ม และผ้าอะคริลิกที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น30% จะมีดำ โดยสาเหตุจของสีของผ้าที่แตกต่างกันอาจเป็นเพราะสีของอะนีลีนจะขึ้นกับสภาพความเป็นเป็นกรดหรือเป็นเบสซึ่งในการทดลองนี้เป็นการผสมพอลิอะนีลีนกับกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 98% ซึ่งส่งผลให้สีของผ้าอะคริลิคที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนสามารถเกิดเป็นสีเขียว สีน้ำเงิน สีดำได้

(a) (b) (c)

รูปที่ 4.1 ผ้าอะคริลิคที่ถูกเคลือบด้วยพอลิอะนีลีนที่ความเข้มข้น (a)10%, (b)20%, (c)30%

4.2 ผลของการคลือบพอลิอะนีลีนบนผ้าอะคริลิคเปรียบเทียบกับผ้าอะคริลิคไม่ได้เคลือบพอละนีลีนหลังจากทำการstabilization ทีอุณหภูมิ180 °C

ผลจากการทดลองเคลือบผ้าอะคริลิคด้วยพอลิอะนีลีนที่ความเข้มข้น 10% 20% 30% และผ้าอะคริลิคที่ไม่ได้เคลือบด้วยพอลิอะนีลีน หลังจากทำการ stabilization ที่อุณหภูมิ180 °C เป็นเวลา 10 นาที 20 นาที 30 นาที และ1ชั่วโมง จากรูปที่4.2 ผลปรากฏว่าสีของของผ้าอะคริลิคที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนที่ความเข้มข้นต่างๆ สีของผ้าไม่ค่อยมีการเปลี่ยนแปลงเมื่อเวลาstabilization และเมื่อจับที่ตัวผ้าควรที่จะแข็งแต่ปรากฏว่าผ้ายังคงสภาพเหมือนเดิมซึ่งจะสรุปได้ว่าผ้าอะครลิกที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนที่ความเข้มต่างๆเมื่อทำการstabilizationที่อุณหภูมิ180 °C จะยังไม่ทำให้ผ้าเกิดการcyclization หรือผ้าอะคริลิคเกิดการcyclizationแล้วแต่ยังเกิดไม่สมบูรณ์

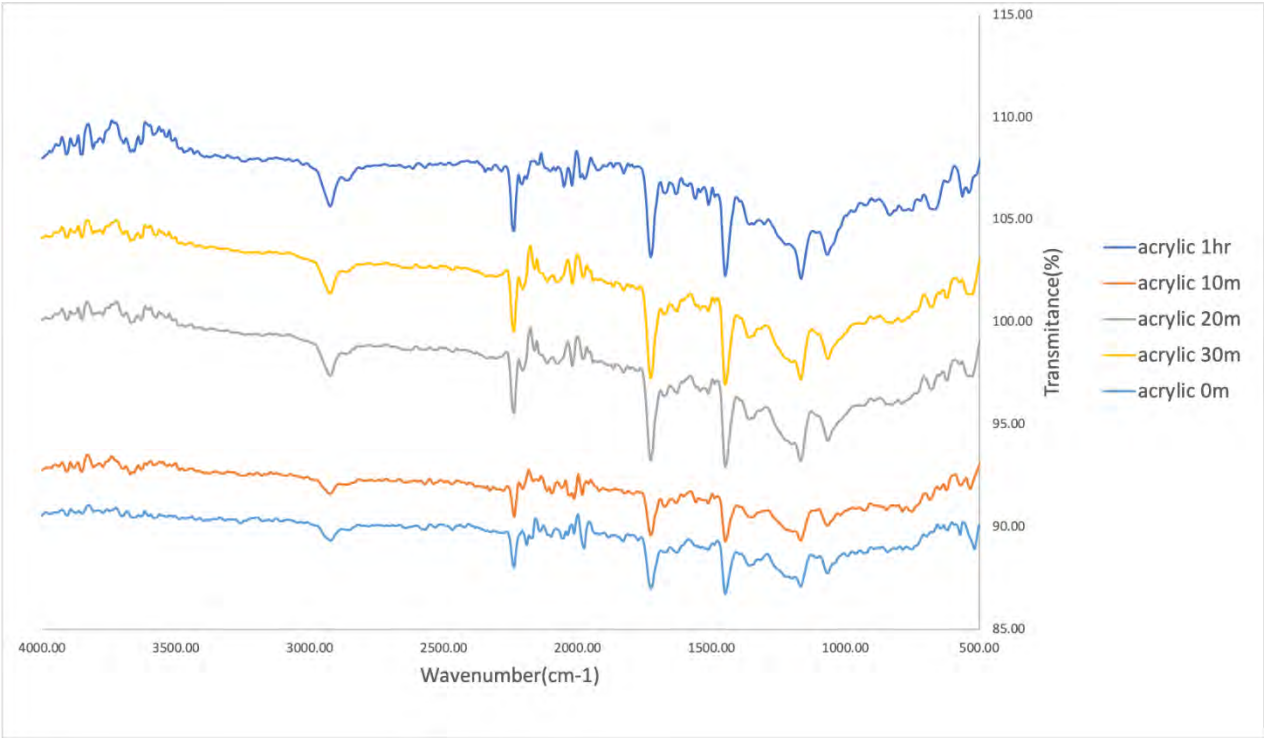
รูปที่ 4.2 ผ้าอะคริลิคที่ถูกเคลือบด้วยพอลิอะนีลีนที่ความเข้มข้น (a)10%, (b)20%, (c)30% และทำการstabilization ที่อุณหภูมิ180 °C ที่เวลา10นาที ,20นาที ,30นาที และ1 ชัวโมง

4.3 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาและองค์ประกอบธาตุ

4.3.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังชันทางเคมี

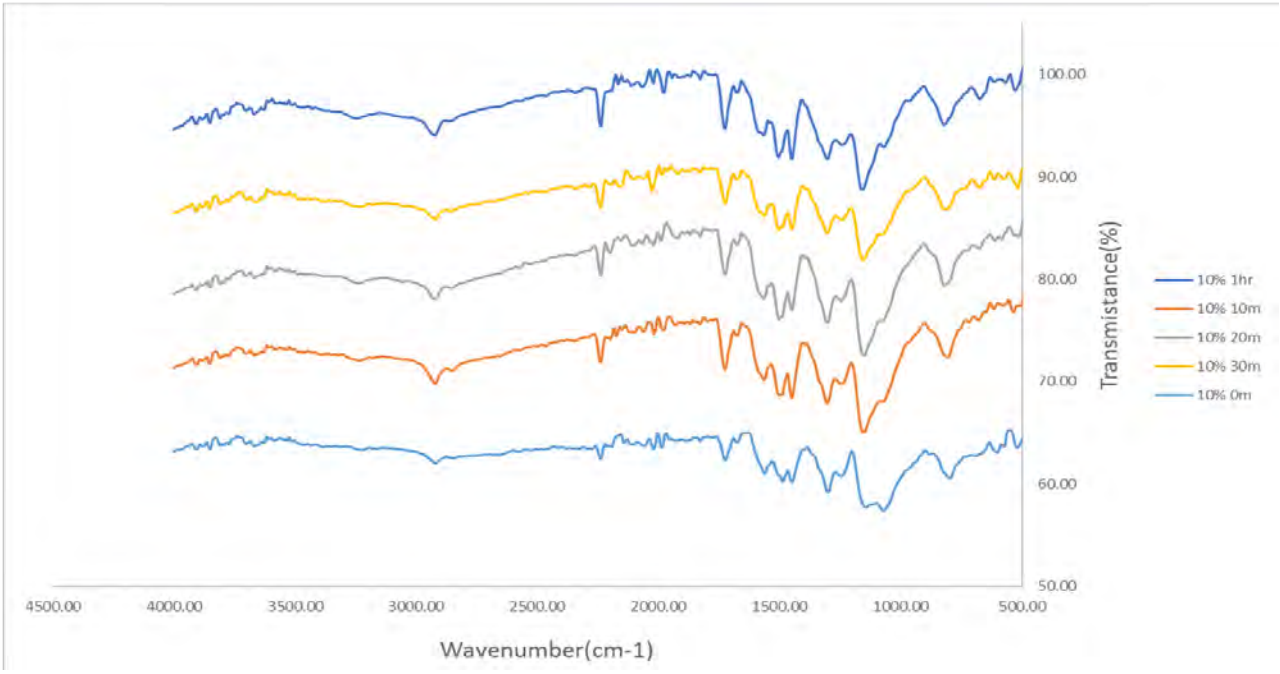
การวิเคราะห์ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared

การทดลองนี้ศึกษาดูหมู่ฟังก์ชันของผ้าอะคริลิกที่ไม่ผ่านกระบวนการstabilization และผ้าอะคริลิกที่ผ่านกระบวนการstabilization ที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา10 นาที 20นาที 30นาทีและ 1 ชั่วโมง ว่ามีหมู่อะไรบ้างเป็นองค์ประกอบโดยได้แสดงผลสเปกตรัมแสดงหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy(FT-IR) ของผ้าอะคริลิกในช่วงเลขคลื่นตั้งแต่ 500-4000 cm^{-1} โดยในรูปที่ 4.3 จะเห็นว่าผ้าอะคริลิกประกอบด้วยหมู่ C≡N ซึ่งปรากฏที่คสามยาวคลื่น 2244 cm^{-1} และที่ความยาวคลื่นประมาณ 1000-1300 cm^{-1} จะแสดงหมู่ของ C-O และที่ความยาวคลื่น 1371 cm^{-1} จะปรากฏหมู่ฟังก์ชันของ C-H และที่ความยาวคลื่น 1449 cm^{-1} จะปรากฏหมู่ฟังก์ชันของ CH2 และที่ความยาวคลื่น 2936 cm^{-1} จะปรากฏหมู่ของCH ใน CH, CH2, CH3 ซึ่งผ้าอะคริลิกที่เป็นโคพอลิเมอร์ของอะคริโลไนไตรล์ผสมกับเมทิลอะคริเลต



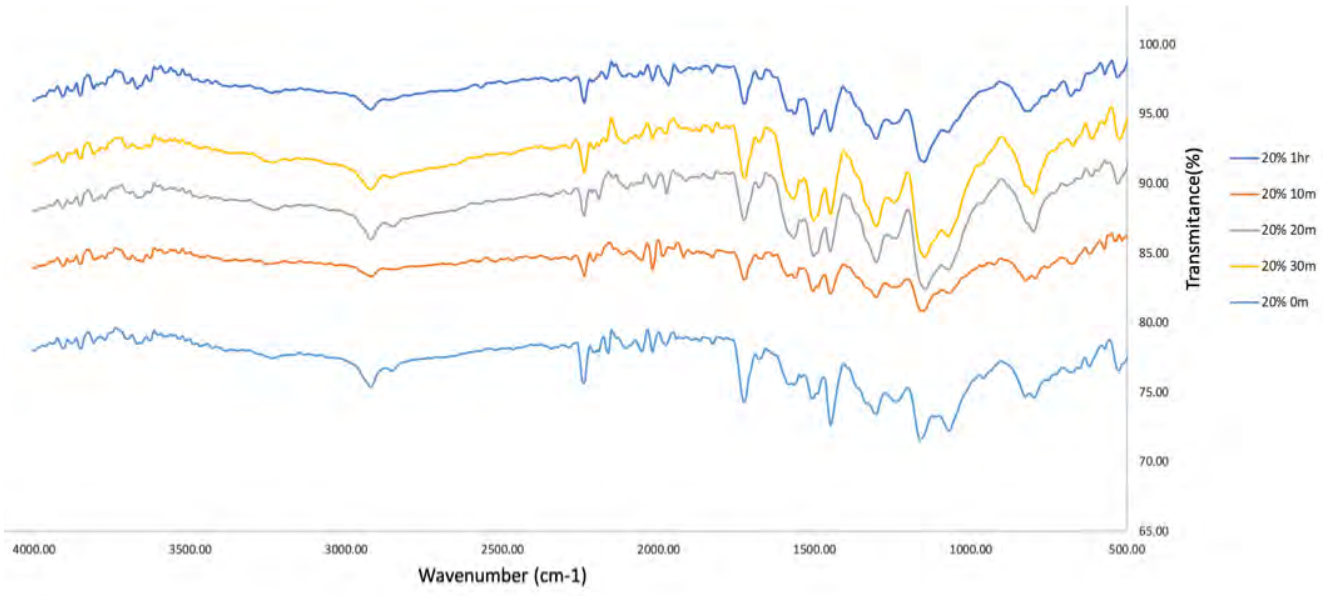
รูปที่ 4.3 Fourier Transform Infrared Spectroscopy(FTIR) ของผ้าอะคริลิก

ในรูปที่4.4 จะเป็นการศึกษาดูหมู่ฟังก์ชันของผ้าอะคริลิกที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนที่ไม่ผ่านกระบวนการ stabilization และผ้าอะคริลิกที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนที่ความเข้มข้น10% โดยผ่านกระบวนการstabilization ที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา10 นาที 20นาที 30นาทีและ 1 ชั่วโมง ว่ามีหมู่อะไรบ้างเป็นองค์ประกอบโดยได้แสดงผลสเปกตรัมแสดงหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy(FT-IR) ของผ้าอะคริลิกที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนในช่วงเลขคลื่นตั้งแต่ 500-4000 cm^{-1} โดยในรูปที่ 4.4 จะเห็นว่าผ้าอะคริลิกประกอบด้วยหมู่ C≡N ซึ่งปรากฏที่คสามยาวคลื่น 2244 cm^{-1} และที่ความยาวคลื่นประมาณ 1000-1300 cm^{-1} จะแสดงหมู่ของ C-O และที่ความยาวคลื่น 1371 cm^{-1} จะปรากฏหมู่ฟังก์ชันของ C-H และที่ความยาวคลื่น 1449 cm^{-1} จะปรากฏหมู่ฟังก์ชันของ CH2 และที่ความยาวคลื่น 2936 cm^{-1} จะปรากฏหมู่ของCH ใน CH, CH2, CH3 และที่ความยาวคลื่น 1585 cm^{-1} จะปรากฏหมู่ฟังก์ชันของ C=N และที่ความยาวคลื่น 1458 cm^{-1} จะปรากฏหมู่ฟังก์ชันของเบ็นเซนอยด์ ซึ่งเป็นการแสดงให้เห็นว่าผ้าอะคริลิกถูกเคลือบด้วยพอลิอะนีลีนเรียบร้อยแล้ว

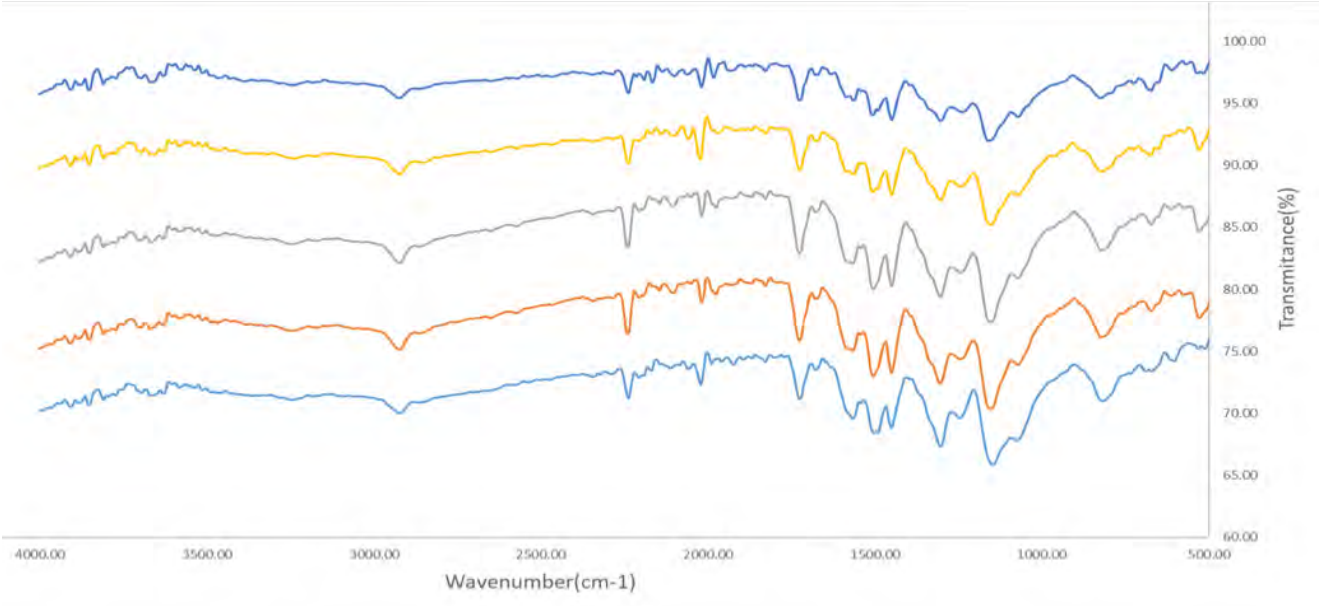


รูปที่ 4.4 Fourier Transform Infrared Spectroscopy(FTIR) ของผ้าอะคริลิคที่ถูกเคลือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น10%

และเมื่อดูกราฟของ Fourier Transform Infrared Spectroscopy(FTIR) ของผ้าอะคริลิกที่ถูกเคลือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น 20% แล30% รูปที่4.5 และรูปที่4.6 จะสังเหตเห็นว่าที่ความยาวคลื่น1585 cm^{-1} จะปรากฏหมู่ฟังก์ชันของ C=N อยู่ด้วย โดยในการตรวจสอบโดยใช้วิธีFTIR นี้นอกจากจะเป็นการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันแล้วยังเป็นการดูพีคของหมู่ฟังก์ชันอีกด้วย โดยในรูปที่4.4 รูปที่4.5 รูปที่4.6 นี้จะเป็นการดูการหายไปของพีคCH ใน CH, CH2, CH3 และพีคของหมู่ C≡N ที่ความยาวคลื่น2936 cm^{-1} และที่ความยาวคลื่น2244 cm^{-1} ของผ้าอะคริลิกที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนที่ทำการstabilization อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา10 นาที 20นาที 30 นาทีและ 1 ชั่วโมง เนื่องด้วยกระบวนการstabilizationของผ้าอะคริลิคที่อุณหภูมิสูงจะทำให้หมู่ไนไตรด์เกิดการ cyclization เปลี่ยนไปเป็นวงแหวนเบนซีนของหมูC=N ซึ่งจะทำให้หมู่ C≡N ของผ้าลดลงไปและเมื่อดูที่รูปที่4.1 รูปที่.42 รูปที่4,3 รูปที่4.4 สังสังเกตเห็นว่าพีคของหมู่ C≡N ยังปรากฏอยู่เหมือนเดิม ดังนั้นในตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันในกราฟFTIR นี้แสดงให้เห็นว่าผ้าอะคริลิคที่ทำการ stabilization ที่อุณหภูมิ180 °C อาจจะยังไม่เกิดกระบวนการcyclization หรือเกิดการcyclizationแล้วแต่ไม่สมบูรณ์ของผ้าอะคริลิคที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนที่ความเข้มข้น10% ,20% ,30% ตามลำดับ



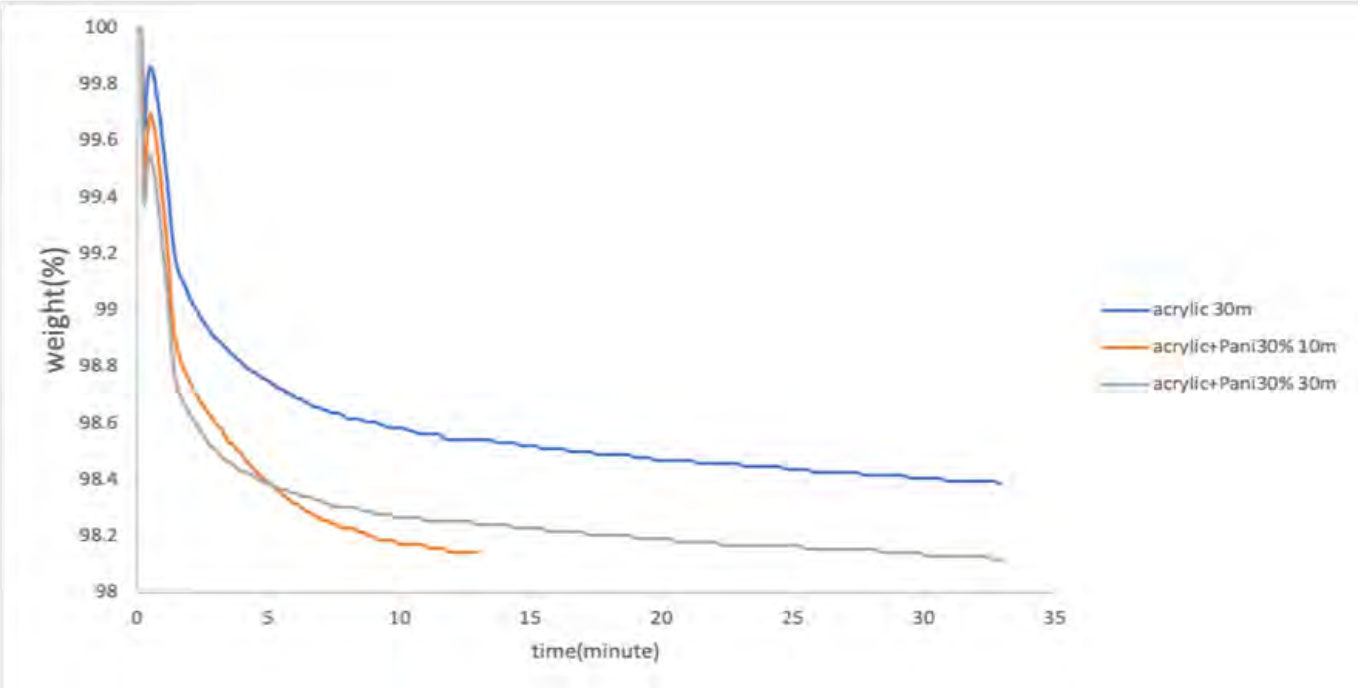
รูปที่ 4.5 Fourier Transform Infrared Spectroscopy(FTIR) ของผ้าอะคริลิคที่ถูกเคลือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น20%



รูปที่ 4.6 Fourier Transform Infrared Spectroscopy(FTIR) ของผ้าอะคริลิคที่ถูกเคลือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น30%

4.4 เสถียรภาพทางความร้อน

การทดลองนี้ต้องการศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักของผ้าอะคริลิคเมื่อได้รับอุณหภูมิคงที่ 180 °C เมื่อเวลาผ่านไปที่เวลาต่างๆ โดยในรูปที่4.7 จะเป็นการดูการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักของผ้าอะคริลิคเทียบกับผ้าอะคริลิคที่ถูกเครือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น 30% โดยในรูปที่4.5 จะเห็นว่าน้ำหนักของผ้าอะคลิคลดลงไปเหลือ 98.4%w/w ส่วนผ้าอะคริลิคที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น30% น้ำหนักลดลงไปเหลือ 98.1%w/w หลังจากได้รับความร้อนคงที่ที่180°C โดยสาเหตุของน้ำหนักของผ้าอะคริลิคที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนลดลงไปมากกว่าผ้าอะคริลิคที่ไม่ได้เคลือบด้วยพอลิอะนีลีน เนื่องมาจากพอลิอะนีลีนสลายตัวได้ง่ายกว่าพอลิอะคริโลไนไตรล์ ดังนั้นพอลิอะนิลีนจึงการไปเป็นcharที่หอหุ้มเส้นใยของผ้าอะคริลิคเอาไว้ แต่เนื่องจากการได้รับความร้อนที่อุณหภูมิสูงจึงทำให้เกิดการสูญสียหรือสลายตัวไปของหมู่CH ทำให้น้ำหนักของผ้าอะคริลิคที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนลดลงไปเยอะกว่าน้ำหนักของผ้าอะคริลิคที่ไม่ได้เคลือบด้วยพอลิอะนีลีน เนื่องจากการเคลือบด้วยพอลิอะนีลีนลงไปจะเป็นการเพิ่มปริมาณหมู่CH ทำให้เกิดการสูญเสียของหมู่CHมากขึ้น



รูปที่ 4.7 กราฟTGA ของผ้าอะคริลิคที่ถูกเคลือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น30%

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

การศึกษาผลของการเคลือบพอลิอะนีลีนบนผ้าอะคริลิคโดยใช้ความเข้มข้นของพอลิอะนีลีน 10% 20% 30% แล้วทำการstabilization ที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา10นาที 20นาที 30นาทีและ1ชั่วโมง พบว่า

- ผ้าอะคริลิคที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนที่ความเข้มข้น10% มีสีเขียว และที่ความเข้มข้น30% มีสีน้ำเงินและที่ความเข้มข้น30%มีสีดำ
- ผ้าอะคริลิคที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น 10% 20% 30% เมื่อทำการstabilization ที่อุณหภูมิ180 °C ปรากฏว่าสีของผ้าไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงไปจากก่อนทำการstabilization
- ผ้าอะคริลิคที่ไม่ได้เคลือบด้วยพอลิอะนีลีน เมื่อทำการstabilization ที่อุณหภูมิ180 °C ผ้าจะเริ่มออกเหลืองอ่อน
- ผลของกราฟ FTIR ของผ้าอะคริลีคที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น10% 20% 30% จะมีหมู่C=N ปรากฏขึ้น
- จากกราฟFTIR จะเห็นว่าเมื่อทำการstabilization ที่อุณหภูมิ180°C ของผ้าอคริลิคที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนแล้วปรากฏว่าพีคของหมู่ C≡N และหมู่C-H ไม่หายไป
- ผลของกราฟ TGA จะเห็นว่าน้ำหนักของผ้าอะคริลิคที่ไม่ได้เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนลดลงไปเหลือ98.4% ส่วนผ้าอะคริลิคที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนน้ำหนักลดลงไปเหลือ98.1%
- ผ้าอะคริลิคที่เคลือบด้วยพอลิอะนีลีนความเข้มข้น 10% 20% 30% หลังจากทำการ stabilization ที่อุณหภูมิ180 °C เป็นเวลา 10 นาที 20 นาที 30นาที และ1ชั่วโมง จะยังไม่เกิดการcyclization ของหมู่ไนไตรล์

รายการอ้างอิง

[1] S. Sakthivel and A. Boopathi. Study of Polyaniline Coated Conducting Polyester fabric Structural Characterizations *123-129, (2015)*

[2] Mehdi Nouri , Mohammad Haghighat. Conductivity of Textile Fibers Treated with Aniline 1026-12631 (2000)

[3] Tata steel,Janshedpur. Development of conducting polyaniline coating.831-001 (2002)

[4] M.S.A Rahaman ,A.F Ismail and A.Mustafa. A review of heat treatment on polyacrylonitrile fiber 1421-1432 (2007)

[5] Sungho Lee,Jihoon Kim ,Bon-Cheol Ku,Junkyung Kim and Han-Ik Joh. Structural Evolution of Polyacrylonitrile Fiber in Stabilization and Carbonization 275-282 (2012)