



## โครงการ

# การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

**ชื่อโครงการ** การเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งเร่งปฏิกิริยาด้วยบิสมัทสนีโอเดคาโนเอตและซิงค์นีโอเดคาโนเอต

Preparation of rigid polyurethane foams catalyzed by bismuth neodecanoate and zinc neodecanoate

**ชื่อนิสิต** นางสาวธีรพร สุวรรณเวช

**ภาควิชา** เคมี

**ปีการศึกษา** 2558

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งเร่งปฏิกิริยาด้วยบิสมัทนีโอเดคาโนเอตและซิงค์นีโอเดคาโนเอต

Preparation of rigid polyurethane foams catalyzed by bismuth neodecanoate  
and zinc neodecanoate

โดย

นางสาวธีรพร สุวรรณเวช

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2558

เรื่อง การเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งแรงปฏิบัติการด้วยบิสมันีโอเตคาโนเอตและซิงค์นีโอเตคาโนเอต


โดย นางสาวธีรพร สุวรรณเวช

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

ตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย


คณะกรรมการสอบโครงการ

.....ประธานกรรมการ

(ศาสตราจารย์ ดร.วัชชัย ตันตุลานี)

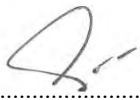
.....อาจารย์ที่ปรึกษา

(รองศาสตราจารย์ ดร.นวลพรรณ จันทศิริ)

.....กรรมการ

(อาจารย์ ดร.นภาพร วินยเวคิน)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี



(รองศาสตราจารย์ ดร.วุฒิชัย พาราสุข)

หัวหน้าภาควิชาเคมี

วันที่.....เดือน.....พ.ศ.....

คุณภาพของการเขียนรายงานเล่มนี้อยู่ในระดับ  ดีมาก  ดี  พอใช้

ชื่อโครงการ การเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งแรงปฏิกิริยาด้วยบิสมัทนีโอเดคาโนเอตและ  
ซิงค์นีโอเดคาโนเอต

ชื่อนิสิตในโครงการ นางสาวธีรพร สุวรรณเวช เลขประจำตัว 553 30995 23

ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา รองศาสตราจารย์ ดร.นवलพรรณ จันทร์ศิริ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2558

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งแรงปฏิกิริยาด้วย bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate จากผลการทดลองพบว่า bismuth neodecanoate ปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100 เหมาะสมจะนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่สุด โดยศึกษาจาก เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ความหนาแน่นของโฟม ความเร็วในการฟู และ อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน แต่ zinc neodecanoate สลายตัวได้ง่ายเมื่อถูกความชื้น ซึ่งในสูตรการเตรียมโฟมมีการใช้น้ำเป็น blowing agent ทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้ จึงไม่เหมาะที่จะนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate จึงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมสำหรับเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง นอกจากนี้ยัง ได้ทดลองนำ bismuth neodecanoate มาเตรียมเป็นพอลิไอโซไซยานูเรตโฟม และพบว่ามีความเหมาะสมที่จะนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเตรียมพอลิไอโซไซยานูเรตโฟม

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คำสำคัญ : พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง, เกลือคาร์บอกซิเลต, ตัวเร่งปฏิกิริยา

Title Preparation of rigid polyurethane foams catalyzed by bismuth neodecanoate and zinc neodecanoate

Student name Teeraporn Suwanawet ID 553 30995 23

Advisor name Associate Professor Dr.Nuanphun Chantarasiri

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic year 2015

### Abstract

This research studied the preparation of rigid polyurethane foams by using bismuth neodecanoate and zinc neodecanoate as catalysts. The experimental results showed that use of bismuth neodecanoate at the amount of 1.0 pbw and isocyanate index of 100 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. However, zinc neodecanoate underwent hydrolysis by water, which resulted in decomposition in the presence of moisture. This was due to the water in foam formulation, which was used as a blowing agent. Therefore, zinc neodecanoate was not a suitable catalyst and bismuth neodecanoate was a suitable catalyst for the preparation of rigid polyurethane foams. Moreover, bismuth neodecanoate was also used as a catalyst for the preparation of polyisocyanurate foam. It was found that bismuth neodecanoate was a suitable catalyst for the preparation of polyisocyanurate foam.

Keyword : rigid polyurethane foam, metal carboxylate, catalyst

## กิตติกรรมประกาศ

การวิจัยและรายงานฉบับนี้จะสำเร็จไม่ได้หากไม่ได้รับความกรุณาอย่างสูงจาก รองศาสตราจารย์ ดร.นวลพรรณ จันทศิริ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการที่กรุณาให้ความรู้ คำแนะนำ อีกทั้งสละเวลาในการให้ความช่วยเหลือในด้านต่างๆ มาโดยตลอดเป็นอย่างดี และขอบคุณศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย ต้นขูลานี และ อาจารย์ ดร.นวพร วินยเวดิน ที่ยินดีสละเวลาในการตรวจทานแก้ไขและให้เกียรติเป็นกรรมการในการสอบวิจัยครั้งนี้

ขอบคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ จุฬารักษ์ พวยอ้วน คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลตะวันออก วิทยาเขตอุเทนถวาย และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ 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. ที่ให้ความอนุเคราะห์หัวเร่งปฏิกิริยา (Valikat<sup>®</sup> Bi 2010 และ Valikat<sup>®</sup> Zn 1910) ที่ใช้ในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟม

สุดท้ายนี้ ขอขอบคุณกำลังใจและความช่วยเหลือจากครอบครัว รวมทั้งเพื่อน พี่ น้อง ในภาควิชาเคมี ผู้วิจัย ขอระลึกในความกรุณาของท่านที่ได้กล่าวมาข้างต้น และบุคคลที่ไม่ได้เอ่ยนามไว้ ณ ที่นี้ด้วย

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญแผนภาพประกอบ	ช
สารบัญตารางประกอบ	ซ
สารบัญรูปประกอบ	ฅ
บทที่ 1 บทนำ	1
บทที่ 2 การทดลอง	7
บทที่ 3 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง	22
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	52
เอกสารอ้างอิง	55
ภาคผนวก	56
ประวัติผู้วิจัย	74

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญแผนภาพประกอบ

แผนภาพที่	หน้า
1.1 Gelling reaction	1
1.2 Blowing reaction	2
2.1 ขั้นตอนการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟม	9
3.1 ปฏิกริยาการเกิด trimerization ของหมู่ isocyanate ได้เป็นหมู่ไอโซไซยานูเรต	37



ภาควิชาเคมี  
 คณะวิทยาศาสตร์  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



สารบัญตารางประกอบ

ตารางที่	หน้า
2.1 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง ที่ isocyanate index = 100	9
2.2 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth Neodecanoate และ zinc neodecanoate โดยใช้ isocyanate index = 100	13
2.3 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth Neodecanoate และ zinc neodecanoate โดยใช้ isocyanate index = 130	14
2.4 สูตรในการเตรียมพอลิไอโซไซยานูเลตโพนแบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา ที่เป็นของผสมระหว่าง bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ isocyanate index = 160	18
2.5 ค่า wavenumber ของ polymeric diphenyl methane diisocyanate และ polyurethane (PUR)	21
3.1 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw	24
3.2 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณที่แตกต่างกัน	28
3.3 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ zinc neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณที่แตกต่างกัน	31

ตารางที่	หน้า
3.4 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate โดยใช้ isocyanate index = 130	34
3.5 ผลการทดลองการเตรียมพอลิไอโซไซยานูเรตโพนแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate โดยใช้ isocyanate index = 160	38
3.6 NCO conversion ของพื้นที่ใต้พิคของพอลิยูรีเทนโพนที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate และอัตราส่วน PIR/PUR	45
ก.1 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	57
ก.2 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw	58
ก.3 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ zinc neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw	59
ก.4 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 0.5 pbw	60
ก.5 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.5 pbw	61
ก.6 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ zinc neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 0.5 pbw	62
ก.7 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ zinc neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.5 pbw	63

ตารางที่	หน้า
ก.8 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 130 โดยใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw	64
ก.9 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 130 โดยใช้ zinc neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw	65
ก.10 ผลการทดลองการเตรียมพอลิไอโซไซยานูเรตโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 160 โดยใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 0.5 pbw	66
ก.11 rise profile ของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา เป็น DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate ในปริมาณ 1.0 pbw	67
ก.12 rise profile พอลิไอโซไซยานูเรตโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 160 โดยใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 0.5 pbw	68
ก.13 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate ในปริมาณ 1.0 pbw	69
ก.14 temperature profile พอลิไอโซไซยานูเรตโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 160 โดยใช้ bismuthneodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 0.5 pbw	72

## สารบัญรูปประกอบ

รูปที่	หน้า
1.1 สูตรโครงสร้างของ bismuth neodecanoate	3
1.2 สูตรโครงสร้างของ zinc neodecanoate	3
1.3 สูตรโครงสร้างของ triphenyl bismuth	4
1.4 สูตรโครงสร้างของ dibutyltin dilaurate	4
2.1 สูตรโครงสร้างของ polymeric diphenyl methane diisocyanate	10
2.2 สูตรโครงสร้างของ polyether polyol	10
2.3 สูตรโครงสร้างของ silicone surfactant	11
2.4 สูตรโครงสร้างของ dimethylcyclohexylamine	11
2.5 สูตรโครงสร้างของ potassium octoate	18
3.1 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA:	26
(a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ, (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง, (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง, (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm	
3.2 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate	26
(a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ, (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง, (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง, (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm	



รูปที่	หน้า
3.3 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ, (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง, (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง, (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm	27
3.4 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate 0.05 g (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ, (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง, (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง, (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm	29
3.5 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate 0.10 g (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ, (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง, (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง, (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm	30
3.6 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate 0.15 g (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ, (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง, (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง, (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm	30
3.7 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate 0.05 g (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ, (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง, (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง, (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm	32

รูปที่	หน้า
<p>3.8 พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate 0.10 g</p> <p>(a) โพลีเมอร์ที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ, (b) โพลีเมอร์ที่ถูกตัดตามแนวขวาง, (c) โพลีเมอร์ที่ถูกตัดตามแนวตั้ง, (d) โพลีเมอร์ที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm</p>	33
<p>3.9 พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate 0.15 g</p> <p>(a) โพลีเมอร์ที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ, (b) โพลีเมอร์ที่ถูกตัดตามแนวขวาง, (c) โพลีเมอร์ที่ถูกตัดตามแนวตั้ง, (d) โพลีเมอร์ที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm</p>	33
<p>3.10 พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate isocyanate index = 130</p> <p>(a) โพลีเมอร์ที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ, (b) โพลีเมอร์ที่ถูกตัดตามแนวขวาง, (c) โพลีเมอร์ที่ถูกตัดตามแนวตั้ง, (d) โพลีเมอร์ที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm</p>	36
<p>3.11 พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate isocyanate index = 130</p> <p>(a) โพลีเมอร์ที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ, (b) โพลีเมอร์ที่ถูกตัดตามแนวขวาง, (c) โพลีเมอร์ที่ถูกตัดตามแนวตั้ง, (d) โพลีเมอร์ที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm</p>	36
<p>3.12 พอลิไอโซไซยานูเรตโพลีเมอร์แบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate isocyanate index = 160</p> <p>(a) โพลีเมอร์ที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ, (b) โพลีเมอร์ที่ถูกตัดตามแนวขวาง, (c) โพลีเมอร์ที่ถูกตัดตามแนวตั้ง, (d) โพลีเมอร์ที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm</p>	37
<p>3.13 rise profile ของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate</p>	40



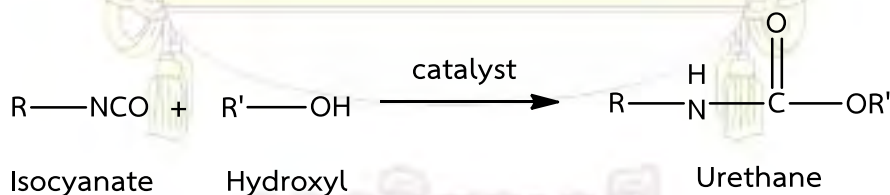
- 3.14 rise profile พอลิไอโซไซยานูเรตโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate + potassium octoate 41
- 3.15 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate 42
- 3.16 temperature profile พอลิไอโซไซยานูเรตโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate + potassium octoate 43
- 3.17 IR spectrum ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA และ bismuth neodecanoate ในปริมาณที่แตกต่างกัน 47
- 3.18 IR spectrum ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA และ zinc neodecanoate ในปริมาณที่แตกต่างกัน 48
- 3.19 IR spectrum ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth Neodecanoate และ zinc neodecanoate ที่ isocyanate index =130 49
- 3.20 IR spectrum ของ พอลิไอโซไซยานูเรตโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate + potassium octoate 50

## บทที่ 1

### บทนำ

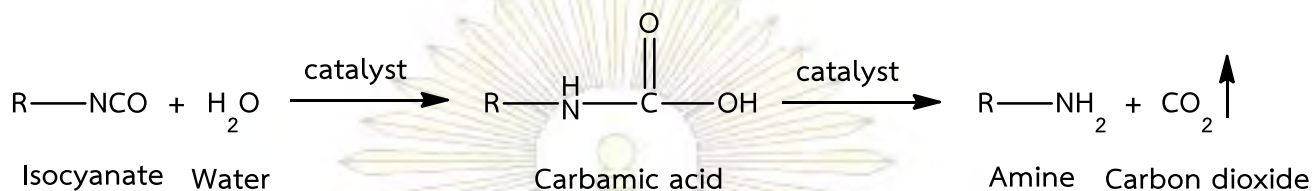
พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง (rigid polyurethane foam)<sup>1-3</sup> นิยมนำมาใช้ในอุตสาหกรรมเกี่ยวกับอุปกรณ์ในตู้เย็นหรือเครื่องทำความเย็น ตู้แสดงสินค้า และฉนวนกันความร้อนในอาคารบ้านเรือน เป็นต้น เพราะพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งมีสมบัติที่สำคัญดังนี้ คือ น้ำหนักเบา เป็นฉนวนกันความร้อน และยังทนต่อแรงอัดได้ดี ในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งทำได้จากการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) ของสารตั้งต้น 2 ชนิด<sup>4</sup> คือ ไอโซไซยาเนต (isocyanate) และ พอลิออล (polyol) ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล ทำให้ได้สายโซ่พอลิยูรีเทน (-NH-COO-) ในปฏิกิริยานี้ยังมีสารประกอบชนิดอื่นที่ช่วยทำให้ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเกิดขึ้นได้ดี คือ สารช่วยฟู (blowing agent) สารลดแรงตึงผิว (surfactant) และตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) การเติมตัวเร่งปฏิกิริยาจะช่วยให้ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเกิดได้เร็วขึ้น ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่เกิดขึ้นในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง มีขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาหลักดังต่อไปนี้

ปฏิกิริยาที่ 1 Gelling reaction เป็นการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยาเนตกับพอลิออลได้ผลิตภัณฑ์ คือ หมูยูรีเทนในพอลิยูรีเทนโฟม



แผนภาพที่ 1.1 Gelling reaction

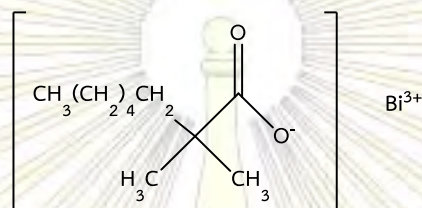
ปฏิกิริยาที่ 2 Blowing reaction เป็นการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยาเนตกับน้ำ ได้ผลิตภัณฑ์ คือ แอมีนและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารช่วยฟู



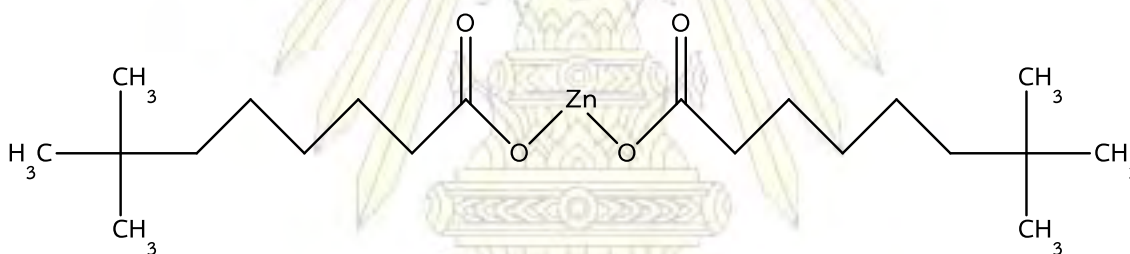
แผนภาพที่ 1.2 Blowing reaction

ในปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของพอลิยูรีเทนโพนีมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาหลายชนิด<sup>5</sup> ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดหนึ่งที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรม คือ เทอเชียรีแอมีน (tertiary amine) ได้แก่ ไดเมทิลไซโคลเฮกซิลแอมีน (dimethylcyclohexylamine, DMCHA) มีสมบัติช่วยให้โพนีขึ้นรูปได้เร็ว แต่มีกลิ่นเหม็น ตัวเร่งปฏิกิริยาอีกชนิดหนึ่งที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรม คือ สารประกอบออร์แกนอทิน (organotin compound) ได้แก่ ไดบิวทิลทินไดลอเรต (dibutyltin dilaurate, DBTDL) ซึ่งมีความเป็นพิษ ดังนั้น ภาคอุตสาหกรรมจึงได้ตระหนักถึงความเป็นพิษของตัวเร่งปฏิกิริยา จึงได้เข้มงวด และตรวจสอบความเป็นพิษของตัวเร่งปฏิกิริยาของสารประกอบทินที่ตกค้างอยู่ในพอลิยูรีเทนโพนี ด้วยเหตุผลนี้จึงได้หันมาให้ความสนใจกับการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทเกลือคาร์บอกซิเลตของโลหะ ซึ่งได้แก่ เกลือคาร์บอกซิเลตของบิสมัท ซิงค์<sup>6</sup> และเซอร์โคเนียม สำหรับงานวิจัยนี้ได้ให้ความสนใจที่จะศึกษาการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนีโดยใช้เกลือคาร์บอกซิเลตของบิสมัท ซึ่งสมบัติของเกลือคาร์บอกซิเลตของบิสมัทที่ดี คือ มีความเป็นพิษต่ำและไม่มีความเป็นพิษ ปัจจุบัน นิยมใช้ในการเตรียมพอลิยูรีเทนสูตรน้ำ (waterborne polyurethane) สำหรับใช้เป็นสารเคลือบผิว และกาว เป็นต้น

วัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้ คือ ต้องการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทเกลือคาร์บอกซิเลตของบิสมัทส์นีโอเดคาโนเอต (bismuth neodecanoate) (รูปที่ 1.1) และ เกลือคาร์บอกซิเลตของซิงค์นีโอเดคาโนเอต(bismuth neodecanoate) (รูปที่ 1.2)



รูปที่ 1.1 สูตรโครงสร้างของ bismuth neodecanoate

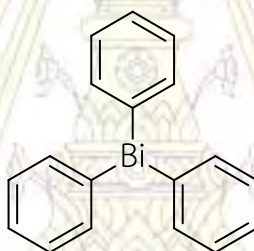


รูปที่ 1.2 สูตรโครงสร้างของ zinc neodecanoate

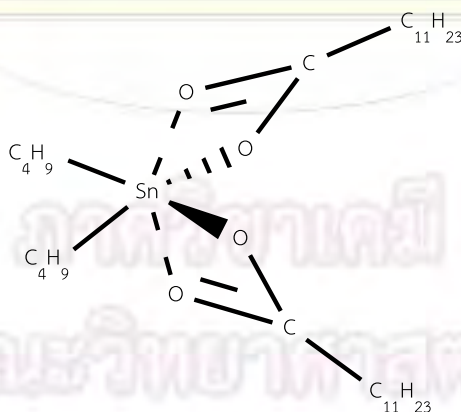
งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับตัวเร่งปฏิกิริยาของการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมมีดังนี้ ในปี 1997 Luo และคณะ<sup>7</sup> ได้ศึกษาและพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของพอลิยูรีเทนประเภทสารเคลือบผิว โดยศึกษาหลักการเกิดปฏิกิริยาโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 3 ชนิดดังต่อไปนี้ คือ ไตรฟีนิลบิสมัทส์ (triphenyl bismuth; TPB) (รูปที่ 1.2) dibutyltin dilaurate (DBTDL) (รูปที่ 1.3) และตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง DBTDL – TPB เป็นต้น ในปฏิกิริยาจะศึกษาปฏิกิริยาระหว่าง tetrahydrofuran-ethyleneoxide copolyether polyol กับ hexamethylene diisocyanate (HDI) จากผลการศึกษาพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 3 ชนิดให้ผลการทดลองที่ต่างกัันดังนี้



- เมื่อใช้ DBTDL เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าในขณะที่เกิดปฏิกิริยาที่บริเวณผิวด้านนอกจะมีเม็ดเล็กๆ เกิดขึ้น และเกิดฟองแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เกิดขึ้นในปฏิกิริยา ซึ่งทั้ง 2 เหตุการณ์นี้จะเกิดขึ้นก่อนการทำปฏิกิริยาและเสร็จสิ้นสมบูรณ์ ดังนั้นจึงส่งผลเสียต่อปฏิกิริยาเนื่องจากทำให้เกิดฟองอากาศบนแผ่นฟิล์มที่เคลือบผิว
- สำหรับปฏิกิริยาที่ใช้ TPB เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่า TPB จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้ แต่ค่อนข้างช้า เมื่อเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่น แต่ข้อดีของตัวเร่ง TPB นี้จะทำให้เกิดแก๊สขึ้นในปฏิกิริยาน้อยมาก
- การนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผสมระหว่าง DBTDL - TPB มาใช้เร่งปฏิกิริยาของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลกับหมู่ไอโซไซยาเนตสามารถทำปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้
- ความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 3 ชนิด เรียงตามลำดับได้ดังนี้ คือ DBTDL > DBTDL-TPB > TPB



รูปที่ 1.3 สูตรโครงสร้างของ triphenyl bismuth



รูปที่ 1.4 สูตรโครงสร้างของ dibutyltin dilaurate

ในปี 2002 Blank และคณะ<sup>8</sup> ได้ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดใหม่สำหรับปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของพอลิยูรีเทนประเภทสารเคลือบผิว โดยต้องการตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นพิษต่ำ โดยนำเอาตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่นมาใช้แทนตัวเร่งปฏิกิริยาประเภท organotin compound ซึ่งมีความเป็นพิษ ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดใหม่ที่ได้ทดลองใช้ในปฏิกิริยา ได้แก่ สารประกอบของบิสมัท อะลูมิเนียม และ เซอร์โคเนียม เป็นต้น

ในปี 2013 Pretti และคณะ<sup>9</sup> ได้ศึกษาความเป็นพิษของตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ประเภท คือ bismuth neodecanoate และ dibutyltin diacetate ที่ตกค้างอยู่ในพอลิเมอร์ที่ใช้เป็นสารเคลือบผิวประเภท poly(dimethylsiloxane, PDMS) ในงานวิจัยนี้ได้เตรียมพอลิเมอร์ขึ้นมาใหม่ จากนั้นศึกษาความเป็นพิษโดยการนำเอาพอลิเมอร์มาชะล้างด้วยตัวทำละลาย แล้วนำผลที่ได้ไปทดสอบกับสิ่งมีชีวิตขนาดเล็ก ได้แก่ แบคทีเรีย *Vibrio fischeri*, สาหร่ายเซลล์เดียว *Dunalielatertiolecta*, ครัสเตเชียน *Artemiasalina* และ ปลา *Sparusaurata* โดยเปรียบเทียบผลกับสปีชีส์ที่มีคอปเปอร์ที่มีอยู่ในสารเคลือบผิวซึ่งเป็นระบบอ้างอิง ผลการทดสอบพบว่า ทินและคอปเปอร์ มีความเป็นพิษสูงมากต่อ *Vibrio fischeri* และ *Artemiasalina* และมีพิษน้อยมากกับ *Dunalielatertiolecta* และ *Sparusaurata* ส่วนสารเคลือบผิวที่มีบิสมัทจะไม่เป็นพิษต่อสิ่งมีชีวิตทุกประเภททั้ง 4 กลุ่ม

ในปี 1986 Leckart และคณะ<sup>10</sup> ศึกษาปฏิกิริยาระหว่างสารประกอบเมทิลีนไดฟีนิล ไดไอโซไซยาเนต (methylene diphenyl diisocyanate; MDI) และ polyol โดยใช้เกลือคาร์บอกซิเลตของบิสมัท เมอร์คิวรี ทิน และ เลด เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อใช้เตรียมพอลิยูรีเทนอีลาสโตเมอร์ (polyurethaneelastomer) ด้วยการวัดความหนืด (viscosity) ของสารผสมในปฏิกิริยา (reaction mixture) ซึ่งเมื่อเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้พอลิยูรีเทน จะทำให้ความหนืด (viscosity) ของสารผสมในปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ผลจากการตรวจวัดความหนืดของปฏิกิริยา พบว่า mercury carboxylate และ bismuth carboxylate เป็นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดี แต่ข้อเสียของ mercury carboxylate คือ มีความเป็นพิษมาก ในขณะที่ bismuth carboxylate ไม่เป็นพิษ

เนื่องจากยังไม่มีการวิจัยที่ใช้ bismuth carboxylate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเตรียมพอลิยูรีเทน โฟมแบบแข็ง ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงได้เตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



### 1.1 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1. เตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่จากการใช้ bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
2. ศึกษาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันและสมบัติของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง

### 1.2 ประโยชน์ที่ได้รับ

ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมสำหรับเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง



ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## 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 พอลิเอเทอร์ พอลิโออล (polyether polyol; Daltolac<sup>®</sup> R180; OH-number = 440 mgKOH/g; functionality = 4.3)
- 2.2.2 สารประกอบไอโซไซยานต (polymeric diphenyl methane diisocyanate; PMDI, Suprasec<sup>®</sup> 5005; % 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 ไดเมทิลไซโคลเฮกซิลแอมีน (dimethylcyclohexylamine, DMCHA)
- 2.2.6 บิสมัทนีโอเดคาโนเอต (bismuth neodecanoate; Valikat<sup>®</sup> Bi 2010; metal content 19.3-20.7%)
- 2.2.7 ซิงค์นีโอเดคาโนเอต (zinc neodecanoate; Valikat<sup>®</sup> Zn 1910; metal content 18.3-19.7%)
- 2.2.8 โพแทสเซียมออกโทเอต (potassium octoate; Dabco<sup>®</sup> K-15; เป็นสารละลายโพแทสเซียมออกโทเอต ในไดเอทิลีนไกลคอล 30% W/W)

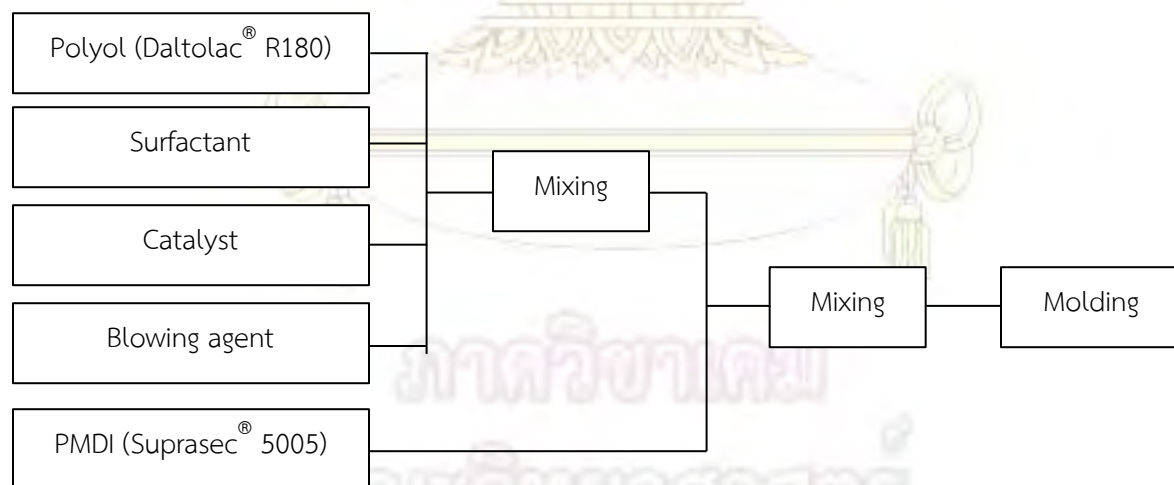
### 2.3 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง

รูปที่ 2.1-2.4 แสดงโครงสร้างของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งมี 2 ขั้นตอน ขั้นตอนแรก เป็นการผสมพอลิโอด สารลดแรงตึงผิว ตัวเร่งปฏิกิริยา (DMCHA) และ สารช่วยฟู ( $H_2O$ ) ให้เป็นเนื้อเดียวกัน โดยใช้เครื่องกวนความเร็วสูงด้วยความเร็ว 2000 รอบต่อนาที (rpm) ขั้นตอนที่ 2 เติมไอโซไซยาเนต (PMDI) ลงในสารที่ได้จากขั้นที่ 1 และผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องกวนแบบกลอีกครั้ง (ตารางที่ 2.1 และ แผนภาพที่ 2.1) บันทึกเวลาในการเกิดพอลิยูรีเทนโฟม ซึ่งจะแบ่งออกเป็น 4 ระยะ คือ เวลาที่สารผสมเป็นเนื้อครีม (cream time) เวลาที่สารผสมเป็นเนื้อเจล หรือโฟมเริ่มฟู (gel time) เวลาที่โฟมไม่เกาะติดกับผิววัสดุ (tack free time) และเวลาที่โฟมหยุดฟู (rise time) เก็บชิ้นโฟมไว้ 2 วันหลังจากสังเคราะห์เสร็จเพื่อให้ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเกิดอย่างสมบูรณ์ โดยจะศึกษาที่ isocyanate index = 100 ศึกษาสมบัติทางกายภาพของโฟม คือนำมาหาความหนาแน่น โดยคำนวณจากชิ้นงานโฟมที่มีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm ศึกษาเอกลักษณ์สมบัติของโฟม เพื่อดูความสมบูรณ์ในการเกิดปฏิกิริยา คือ หา % conversion of isocyanate (%  $\alpha$ ) ด้วย FTIR spectroscopy ศึกษาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันและความเร็วในการฟู (rise profile) และศึกษาอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (temperature profile)

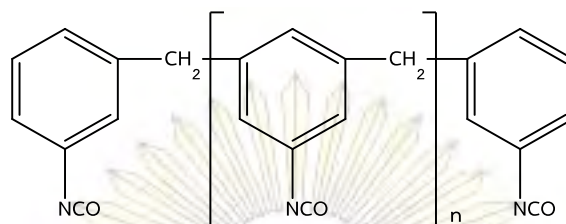
ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 2.1 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิงที่  
isocyanate index = 100)

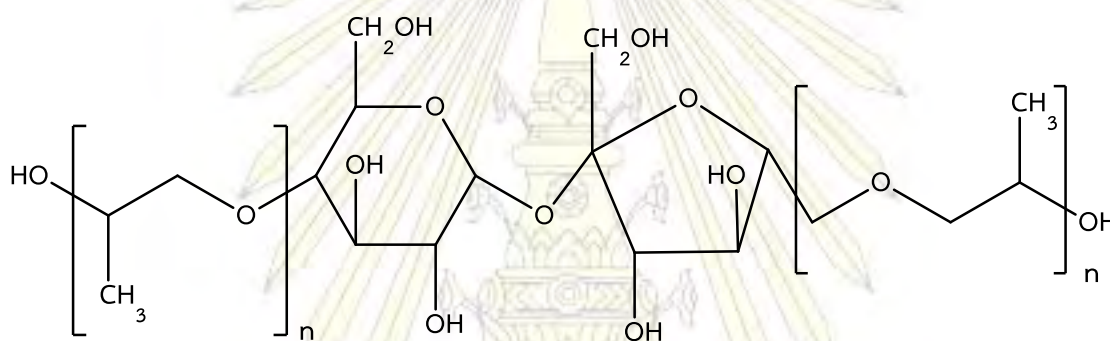
Starting materials	Amount in parts by weight (pbw)	Amount in grams (g)
1. Polyether polyol (Daltolac <sup>®</sup> R180; OH-number = 440 mgKOH/g; functionality = 4.3)	100	10.0
2. Silicone surfactant (polysiloxane, Tegostab <sup>®</sup> B8460)	2.5	0.25
3. Blowing agent (water, H <sub>2</sub> O)	3.0	0.30
4. Catalyst (dimethylcyclohexylamine, DMCHA)	1.0	0.10
5. Polymeric diphenyl methane diisocyanate (PMDI, Suprasec <sup>®</sup> 5005; % NCO = 31.0; functionality = 2.7)	151.4	15.14



แผนภาพที่ 2.1 ขั้นตอนการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟม



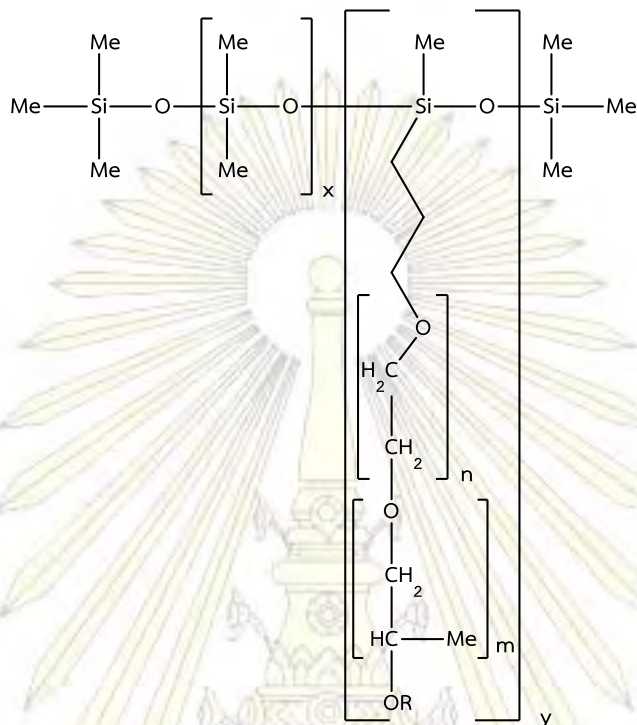
รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างของ polymeric diphenyl methane diisocyanate



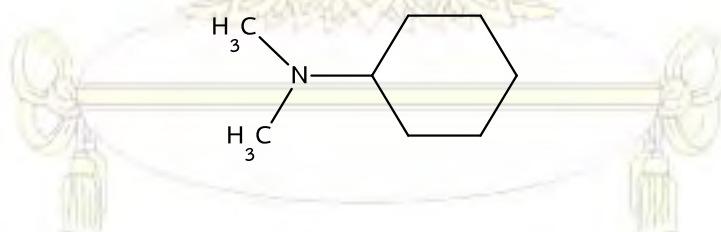
รูปที่ 2.2 สูตรโครงสร้างของ polyether polyol

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย





รูปที่ 2.3 สูตรโครงสร้างของ silicone surfactant



รูปที่ 2.4 สูตรโครงสร้างของ dimethylcyclohexylamine

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## 2.4 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate

การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate (รูปที่ 2.5) และ zinc neodecanoate (รูปที่ 2.6) ใช้วิธีการสังเคราะห์เช่นเดียวกับการสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งโดยใช้ไดเมทิลไดไซโคลเฮกซิลเอมีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยมีการปรับปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อศึกษาความเร็วการเกิดปฏิกิริยาของพอลิยูรีเทนโพลีเมอร์แบบแข็งที่ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกัน โดยจะใช้ isocyanate index = 100 ตามตารางที่ 2.2 และใช้ isocyanate index = 130 ตามตารางที่ 2.3 ศึกษาสมบัติทางกายภาพของโพลีเมอร์ คือ นำมาหาความหนาแน่น โดยคำนวณจากชิ้นงานโพลีเมอร์ที่มีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm ศึกษาเอกลักษณ์สมบัติของโพลีเมอร์เพื่อดูความสมบูรณ์ในการเกิดปฏิกิริยา คือ หา % conversion of isocyanate (%  $\alpha$ ) ด้วย FTIR spectroscopy ศึกษาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันและความเร็วในการฟู (rise profile) และศึกษาอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน (temperature profile)

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 2.2 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate โดยใช้ 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 (Daltolac <sup>®</sup> R180; OH-number = 440 mg KOH/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)	40	0.40	40	0.40	40	0.40
4. Catalyst (bismuth neodecanoate or zinc neodecanoate)	0.5	0.05	1.0	0.10	1.5	0.15
5. Polymeric diphenyl methane diisocyanate (PMDI, Suprasec <sup>®</sup> 5005; %NCO = 31.0; functionality = 2.7)	166.4	16.64	166.4	16.64	166.4	16.64

ตารางที่ 2.3 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate โดยใช้ isocyanate index = 130

Starting materials	Amount in parts by weight (pbw)	Amount in grams (g)
1. Polyether polyol (Daltolac <sup>®</sup> R180; 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 (H <sub>2</sub> O)	4.0	0.40
4. Catalyst (bismuth neodecanoate or zinc neodecanoate)	1.0	0.10
5. Polymeric diphenyl methane diisocyanate (PMDI, Suprasec <sup>®</sup> 5005; %NCO = 31.0; functionality = 2.7)	216.3	21.63

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

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

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

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

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

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

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, Suprasec<sup>®</sup> 5005 (parts by weight) in foam formulation

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

Isocyanate index 100; (parts by weight) = 160.14

การคำนวณปริมาณสารตั้งต้นที่ NCO index = 130

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

การหา Equivalent weight in foam formulation

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

การหา Equivalent weight of OH in foam formulation

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

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

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

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

$$= \frac{\text{parts by weight of H}_2\text{O}}{\text{Equivalent weight of H}_2\text{O}} = \frac{4}{9} = 0.444$$

ดังนั้น total of equivalent weight = 0.784 + 0.444 = 1.228

PMDI, Suprasec<sup>®</sup> 5005 (part by weight) in foam formulation

$$= \frac{\text{Total of equivalent} \times \text{molar mass}}{\text{functionality}} = \frac{1.228 \times 365.8}{2.7} = 166.37$$

Isocyanate index 100 ; (parts by weight) = 166.37

$$\text{Isocyanate index 130 ; (parts by weight)} = \frac{166.37 \times 130}{100} = 216.28$$

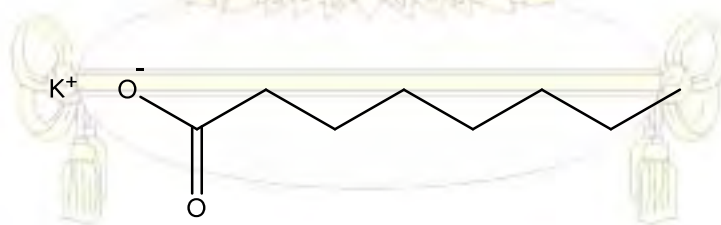
## 2.5 การสังเคราะห์พอลิไอโซไซยานูเลตโฟมแบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของผสมระหว่าง bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate

การสังเคราะห์พอลิไอโซไซยานูเลตโฟมแบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของผสมระหว่าง bismuth neodecanoate (รูปที่ 2.5) และ zinc neodecanoate (รูปที่ 2.6) โดยใช้ PMDI มากเกินพอ ใช้วิธีการสังเคราะห์เช่นเดียวกับการสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในขั้นตอนแรก (แผนภาพที่ 2.1) โดยจะใช้ isocyanate index = 160 ตามตารางที่ 2.4 ศึกษาสมบัติทางกายภาพของโฟม คือ นำมาหาความหนาแน่น โดยคำนวณจากชิ้นงานโฟมที่มีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm ศึกษาเอกลักษณ์สมบัติของโฟมเพื่อตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยา คือ หา % conversion of isocyanate (% $\alpha$ ) ด้วย FTIR spectroscopy ศึกษาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันและความเร็วในการฟู (rise profile) และศึกษาอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (temperature profile)



ตารางที่ 2.4 สูตรในการเตรียมพอลิไอโซไซยานูเลตโฟมแบบแข็งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของผสมระหว่าง bismuth neodecanoate และ potassium octoate โดยใช้ isocyanate index = 160

Starting materials	Amount in parts by weight (pbw)	Amount in grams (g)
1. Polyether polyol (Daltolac <sup>®</sup> R180; 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)	4.0	0.40
4. Bismuth neodecanoate (catalyst 1)	0.5	0.05
5. Potassium octoate (catalyst 2)	2.0	0.20
6. Polymeric diphenyl methane diisocyanate (PMDI, Suprasec <sup>®</sup> 5005; %NCO = 31.0; functionality = 2.7)	268.7	26.87



รูปที่ 2.6 สูตรโครงสร้างของ potassium octoate

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การคำนวณปริมาณสารตั้งต้นที่ NCO index = 160

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

การหา Equivalent weight in foam formulation

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

การหา Equivalent weight of OH in foam formulation

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

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

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

$$\text{Equivalent weight of Dabco}^{\text{®}} \text{ K-15} = \frac{183.3}{1} = 183.3$$

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

$$= \frac{\text{parts by weight of H}_2\text{O}}{\text{Equivalent weight of H}_2\text{O}} = \frac{4}{9} = 0.444$$

Equivalent weight of potassium octoate in foam formulation

$$= \frac{\text{parts by weight of potassium octoate}}{\text{Equivalent weight of potassium octoate}} = \frac{2}{183.3} = 0.011$$

ดังนั้น total of equivalent weight = 0.784 + 0.444 + 0.011 = 1.239

PMDI, Suprasec<sup>®</sup> 5005 (part by weight) in foam formulation

$$= \frac{\text{Total of equivalent} \times \text{molar mass}}{\text{functionality}} = \frac{1.239 \times 365.8}{2.7} = 167.86$$

Isocyanate index 100 ; (part by weight) = 167.86

$$\text{Isocyanate index 160 ; (part by weight)} = \frac{167.86 \times 160}{100} = 268.58$$

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

$$\text{จากสมการ } A = \epsilon bc \quad (1)$$

เมื่อ  $A$  = absorbance

$\epsilon$  = extinction coefficient (mol.mm/l)

$b$  = optical path (mm)

$c$  = concentration (mol/l)

จากสมการที่ 1 พบว่าปริมาณ absorbance แปรผันตามปริมาณความเข้มข้นของสารที่ทดสอบหรือปริมาณ หมู่ฟังก์ชันของสารที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง

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

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

$NCO^f$  = final concentration of isocyanate

$NCO^i$  = initial concentration of isocyanate

การคำนวณหา isocyanate conversion จะคำนวณเป็น % weight of NCO เพื่อให้ง่ายต่อการคำนวณ ซึ่งเป็นการคำนวณจากพื้นที่ใต้พีคของ isocyanate หลังทำปฏิกิริยาใน IR spectrum ซึ่งจะนำไปเปรียบเทียบกับพื้นที่ใต้พีคของ PMDI ก่อนทำปฏิกิริยา เนื่องจากปริมาณหมู่ฟีนิล (Ar-H) คงที่ จึงใช้พีคของหมู่ฟีนิลเป็นตัวเทียบปริมาณสารตั้งต้นให้มีปริมาณเท่ากัน

ตารางที่ 2.5 ค่า wavenumber ของ polymeric diphenyl methane diisocyanate (PMDI) และ polyurethane (PUR)

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

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



### บทที่ 3

#### ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

##### 3.1 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็ง

การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดคือ bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate โดยงานวิจัยจะเปรียบเทียบผลการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิดนี้ที่ใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกัน และ isocyanate index ที่แตกต่างกัน คือ 100 และ 130 เทียบกับพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง (DMCHA) และการสังเคราะห์พอลิไอโซไซยานูเรตโฟม (polyisocyanurate foam) โดยใช้ isocyanate index = 160 ซึ่งเป็นพอลิยูรีเทนโฟมชนิดหนึ่งที่ใช้ไอโซไซยานูเรตมากเกินพอ

##### 3.1.1 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA (ตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง)

###### bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate

ในการทดลอง ได้นำ DMCHA มาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบเนื่องจาก DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตโฟม และใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันน้อย DMCHA จึงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุดหนึ่งในภาคอุตสาหกรรม โดยจะศึกษาที่ isocyanate index = 100

จากการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate จะศึกษาช่วงเวลาในการปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชัน ซึ่งมีเวลาในการเกิดปฏิกิริยา 4 ระยะ คือ เวลาที่สารผสมเป็นเนื้อครีมซึ่งเป็นเวลาที่โฟมเริ่มฟู (cream time) เวลาที่สารผสมเป็นเนื้อเจล (gel time) เวลาที่โฟมไม่เกาะติดกับผิววัสดุ (tack free time) และเวลาที่โฟมหยุดฟู (rise time) มีการเกิดปฏิกิริยาที่สำคัญคือ ปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานูเรตกับพอลิออลได้เป็นยูรีเทน (แผนภาพที่ 1.1) และ ปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานูเรตกับน้ำได้แอมิน และ CO<sub>2</sub> (แผนภาพที่ 1.2)



แผนภาพที่ 1.2 เป็นปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยาเนตกับน้ำ ซึ่งเป็นปฏิกิริยาการเริ่มต้นของการเกิดพอลิยูรีเทนโฟม มีชื่อเรียกว่า ปฏิกิริยาการฟู (blowing reaction) ในขั้นตอนนี้จะมีวิธีสังเกต คือ สีของของเหลวที่นำมาทำปฏิกิริยาจะจางลงจากสีน้ำตาลเข้มเป็นสีครีม คือ เวลาที่สารผสมเป็นเนื้อครีม (cream time) แผนภาพที่ 1.1 เป็นปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยาเนตกับพอลิออล เป็นปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ไรเซชัน (polymerization) ได้เป็นพอลิยูรีเทนโฟม มีชื่อเรียกว่า ปฏิกิริยาการเกิดเจล (gelling reaction) ในขั้นตอนนี้มีวิธีสังเกต คือ ของเหลวจะเริ่มเป็นเนื้อเจลไม่ไหล คือเวลาที่สารผสมเป็นเนื้อเจล (gel time) เมื่อสารทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันสมบูรณ์พอลิยูรีเทนโฟมจะแห้งและไม่เกาะติดกับผิววัสดุ คือ เวลาที่โฟมไม่เกาะติดกับผิววัสดุ (tack free time) เมื่อพอลิยูรีเทนทำปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์ จะนำมาศึกษาหาความหนาแน่นโดยคำนวณจากชิ้นงานโฟมที่มีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm

ในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate ใช้วิธีในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมเช่นเดียวกับการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง และเปรียบเทียบข้อมูลที่ได้กับ DMCHA โดยจะศึกษาที่ isocyanate index = 100

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.1 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw

Catalyst	Cream time (sec)	Gel time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Density (Kg/m <sup>3</sup> )	ลักษณะทางกายภาพ*
DMCHA (ตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง)	22 ±0.00	30 ±0.00	133 ±1	174 ±3	38.6 ±0.04	เนื้อโฟมมีสีเหลืองอ่อน ผิวละเอียดไม่เป็นขุย สูง 14.7 cm
Bismuth neodecanoate	59 ±2	86 ±3	209 ±7	182 ±4	39.8 ±0.96	เนื้อโฟมมีสีเหลืองอ่อน ผิวละเอียดไม่เป็นขุย สูง 14.7 cm
Zinc neodecanoate	80 ±0	102 ±0	331 ±12	353 ±1	35.3 ±2.05	เนื้อโฟมมีสีเหลืองอ่อน ผิวหยาบเป็นขุย สูง 13.8 cm

\*ขึ้นรูปโฟมในแก้วกระดาษที่มีความสูง 16 cm และมีปริมาตร 750 ml

จากผลการทดลอง (ตารางที่ 3.1) เมื่อพิจารณา cream time และ gel time พบว่าพอลิยูรีเทนโพนที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate กับ zinc neodecanoate มี cream time กับ gel time มากกว่าเมื่อใช้ DMCHA พอลิยูรีเทนโพนที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate เกิดปฏิกิริยาเร็วกว่า zinc neodecanoate ซึ่งมีลำดับความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาดังนี้ zinc neodecanoate < bismuth neodecanoate < DMCHA

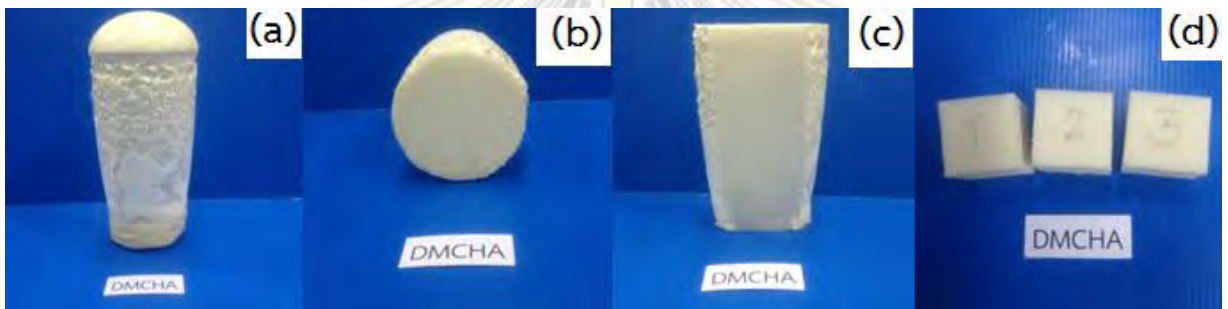
เมื่อพิจารณา tack free time พบว่า tack free time ของพอลิยูรีเทนโพนที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate จะมีค่ามากกว่า DMCHA และ zinc neodecanoate มี tack free time ที่นานกว่า bismuth neodecanoate โดยมีลำดับความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาดังนี้ zinc neodecanoate < bismuth neodecanoate < DMCHA แสดงว่าพอลิยูรีเทนโพนที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate จะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเสร็จสมบูรณ์ได้เร็วกว่า zinc neodecanoate และช้ากว่า DMCHA ที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรม

เมื่อพิจารณา rise time พบว่า rise time ของพอลิยูรีเทนโพนที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate จะมีค่าใกล้เคียงกับ DMCHA แต่จะน้อยกว่า zinc neodecanoate อย่างมาก โดยมีลำดับความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาดังนี้ zinc neodecanoate < bismuth neodecanoate = DMCHA

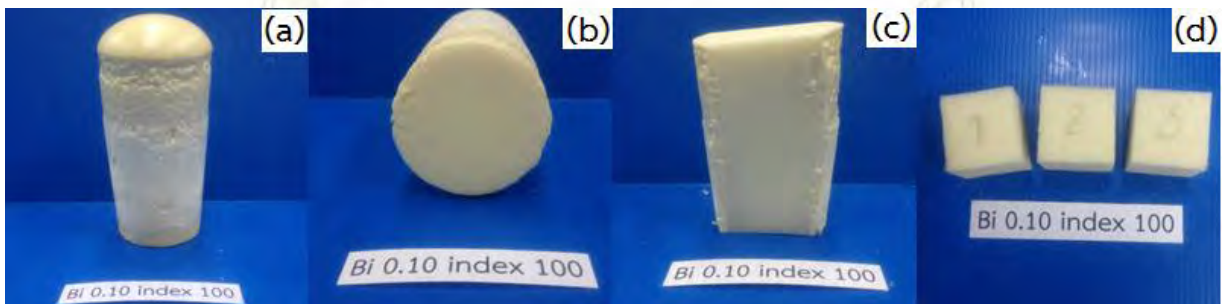
เมื่อพิจารณาทั้ง rise time และ tack free time ของพอลิยูรีเทนโพนที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างกัน จะพบว่า rise time ของพอลิยูรีเทนโพนที่ใช้ DMCHA กับ zinc neodecanoate จะใช้เวลามากกว่า tack free time แสดงว่าทั้ง DMCHA และ zinc neodecanoate จะเร่งการเกิด gelling reaction หรือปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้ดีกว่าการเกิด blowing reaction แต่ bismuth neodecanoate จะมี tack free time มากกว่า rise time ซึ่งแสดงว่าสามารถเกิด blowing reaction ได้ดีกว่า gelling reaction เมื่อพิจารณาความสูงของโพนที่เตรียมในแก้วกระดาษ จะพบว่าพอลิยูรีเทนโพนที่ใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีความสูงเท่ากับ DMCHA แต่พอลิยูรีเทนโพนที่ใช้ zinc neodecanoate จะมีความสูงที่น้อยกว่า

ในส่วนของความหนาแน่นของโพน จะพบว่า bismuth neodecanoate มีความหนาแน่นมากกว่า zinc neodecanoate และ DMCHA ตามลำดับ จึงสามารถสรุปได้ว่า bismuth neodecanoate มีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเตรียมพอลิยูรีเทนโพนได้ดีกว่า zinc neodecanoate

รูปที่ 3.1-3.3 แสดงพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate ที่ isocyanate index = 100 และใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา = 1.0 pbw ดังนี้ (a) คือ โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) คือ โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวางซึ่งเป็นแนวตั้งฉากกับแนวที่โฟมฟูขึ้น (c) คือ โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้งซึ่งเป็นแนวขนานกับแนวที่โฟมฟูขึ้น (d) คือ โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm

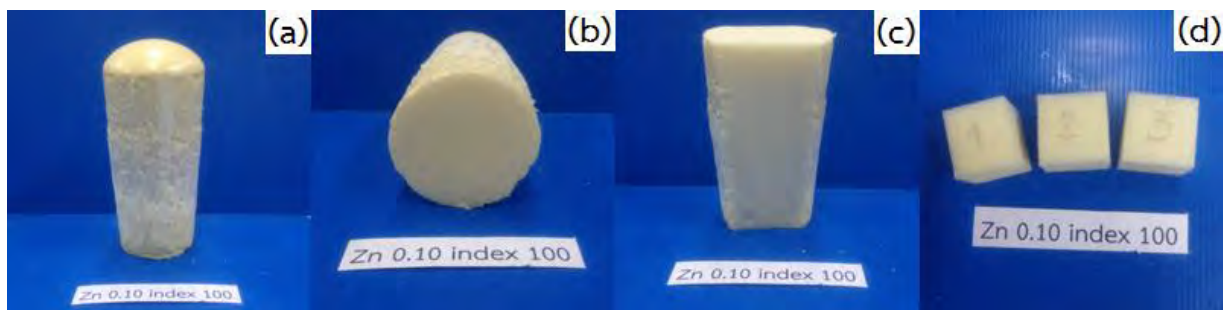


รูปที่ 3.1 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm



รูปที่ 3.2 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm





รูปที่ 3.3 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate : (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



### 3.1.2 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate โดย

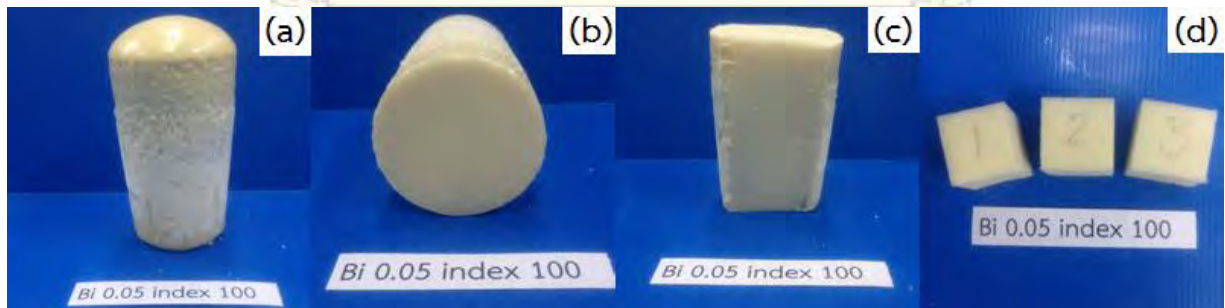
#### ใช้ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาต่างกัน

จากการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate โดยมีการปรับปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อศึกษาความแตกต่างของสมบัติของโฟม มีวิธีในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมเช่นเดียวกับการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง ศึกษาเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง DMCHA โดยจะศึกษาที่ isocyanate index = 100

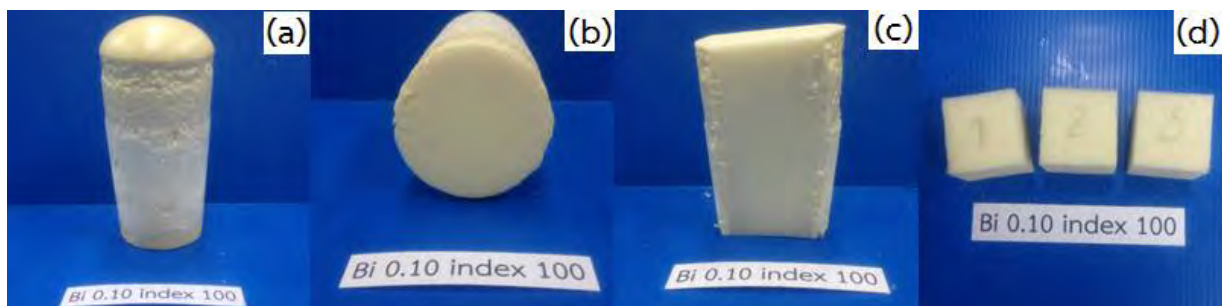
ตารางที่ 3.2 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณที่แตกต่างกัน

ปริมาณ catalyst (pbw)	Cream time (sec)	Gel time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Density (Kg/m <sup>3</sup> )	ลักษณะทางกายภาพ
0.5	106 ±0	149 ±2	339 ±7	419 ±11	43.5 ±0.47	เนื้อโฟมมีสีเหลืองอ่อน ผิวละเอียด ไม่เป็นขุย สูง 11.6 cm
1.0	59 ±2	86 ±4	209 ±9	182 ±8	39.8 ±0.96	เนื้อโฟมมีสีเหลืองอ่อน ผิวละเอียด ไม่เป็นขุย สูง 14.7 cm
1.5	35 ±3	46 ±3	142 ±7	116 ±6	38.8 ±0.38	เนื้อโฟมมีสีเหลืองอ่อน ผิวละเอียด ไม่เป็นขุย สูง 13.9 cm

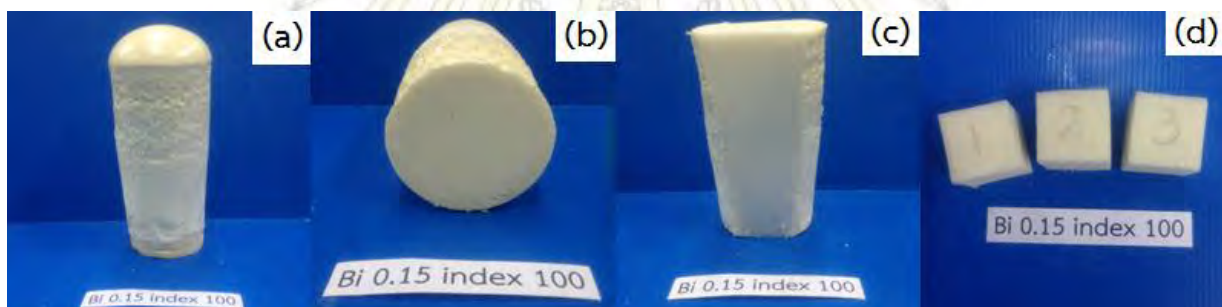
จากการผลการทดลอง (ตารางที่ 3.2) พบว่า cream time, gel time, tack free time และ rise time ของ พอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate ที่แตกต่างกัน พอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ปริมาณ ตัวเร่งปฏิกิริยามากจะใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาน้อยลง ในส่วนของ cream time นั้น ไม่มีความแตกต่างของเวลามาก นัก เพราะเป็นการเริ่มทำ blowing reaction สำหรับ gel time นั้น เริ่มมีความแตกต่างของเวลามากขึ้น เพราะเป็น การเริ่มทำ gelling reaction แต่ tack free time ซึ่งเป็นขั้นที่ gelling reaction ทำปฏิกิริยาสมบูรณ์จะพบว่ามีความ แตกต่างของเวลาที่ชัดเจน โดยพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มากกว่าปฏิกิริยาจะเสร็จสมบูรณ์เร็วกว่า อย่างชัดเจน ซึ่ง rise time ซึ่งเป็นขั้นที่ blowing reaction ทำปฏิกิริยาสมบูรณ์ก็เป็นเช่นเดียวกัน คือ พอลิยูรี เทนโฟมที่ใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าปฏิกิริยาจะเสร็จสมบูรณ์เร็วกว่าพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาใน ปริมาณที่น้อยกว่าอย่างชัดเจน ในส่วนของ tack free time กับ rise time ถ้าพิจารณาคู่กันจะพบว่าถ้าใช้ปริมาณ ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 0.5 pbw จะให้ tack free time เร็วกว่า rise time แสดงว่าเกิด gelling reaction เสร็จสมบูรณ์ ก่อน blowing reaction ซึ่งแตกต่างกับเมื่อใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 1.0 และ 1.5 pbw คือ rise time จะเร็ว กว่า tack free time เนื่องจากเกิด blowing reaction เสร็จสมบูรณ์ก่อน gelling reaction และพบว่า เมื่อใช้ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ความหนาแน่นพอลิยูรีเทนโฟมจะลดลง จึงสรุปได้ว่า bismuth neodecanoate เป็น ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมสำหรับใช้เตรียมพอลิยูรีเทนโฟม และปริมาณที่เหมาะสม คือ 1.0 pbw เนื่องจากให้เวลาใน การเกิดปฏิกิริยาใกล้เคียงกับปริมาณ 1.5 pbw เมื่อพิจารณาความหนาแน่นของพอลิยูรีเทนโฟม พบว่าโฟมที่เตรียม จาก bismuth neodecanoate และ DMCHA ที่ปริมาณ 1.0 pbw มีความหนาแน่นใกล้เคียงกัน



รูปที่ 3.4 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate 0.05 pbw (a) โฟมที่ ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm



รูปที่ 3.5 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate 0.10 pbw (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm



รูปที่ 3.6 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate 0.15 pbw (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm



### 3.1.3 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น zinc neodecanoate โดยมีการปรับปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อศึกษาความแตกต่างคุณสมบัติของโฟม

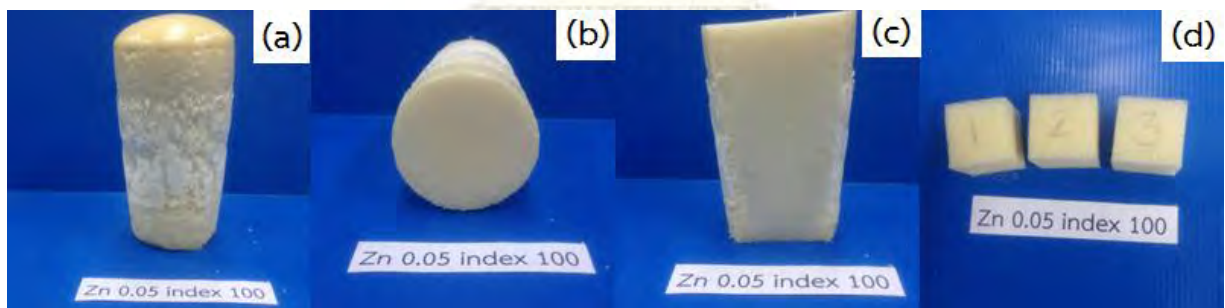
จากการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น zinc neodecanoate โดยมีการปรับปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อศึกษาความแตกต่างของสมบัติของโฟม มีวิธีในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมเช่นเดียวกับการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง ศึกษาเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง DMCHA โดยจะศึกษาที่ isocyanate index = 100

**ตารางที่ 3.3** ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ zinc neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณที่ต่างกันได้

ปริมาณ catalyst (pbw)	Cream time (sec)	Gel time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Density (Kg/m <sup>3</sup> )	ลักษณะทางกายภาพ
0.5	130 ±1	221 ±1	554 ±2	762 ±3	43.2 ±0.90	เนื้อโฟมมีสีเหลือง อ่อน ผิวหยาบ เป็นขุย สูง 11.3 cm
1.0	82 ±3	103 ±1	338 ±6	350 ±4	35.3 ±2.05	เนื้อโฟมมีสีเหลือง อ่อน ผิวหยาบ เป็นขุย สูง 13.8 cm
1.5	102 ±3	178 ±0	444 ±2	455 ±3	36.3 ±2.34	เนื้อโฟมมีสีเหลือง อ่อน ผิวหยาบ เป็นขุย สูง 12.3 cm

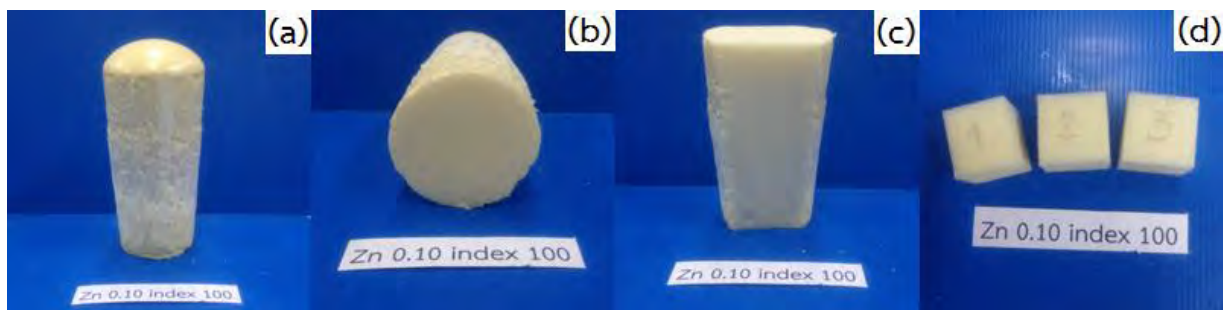
จากผลการทดลอง (ตารางที่ 3.3) พบว่า cream time, gel time, tack free time และ rise time ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate ที่แตกต่างกันมีลำดับความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาดังนี้ คือ  $1.0 \text{ pbw} > 1.5 \text{ pbw} > 0.5 \text{ pbw}$  โดยในส่วนของ cream time และ gel time มีความแตกต่างของเวลาไม่มากนัก แต่ tack free time และ rise time มีความแตกต่างของเวลาอย่างชัดเจน ซึ่งพอลิยูรีเทนโฟมที่มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate ที่แตกต่างกันมีค่าของ tack free time น้อยกว่า rise time แสดงว่าเกิด gelling reaction สมบูรณ์ได้เร็วกว่าเกิด blowing reaction สำหรับความหนาแน่นจะพบว่า พอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณต่างกันมีค่าความหนาแน่นเรียงตามลำดับดังนี้ คือ  $0.5 \text{ pbw} > 1.0 \text{ pbw} = 1.5 \text{ pbw}$  ซึ่งจากการทดลองพบว่าพอลิยูรีเทนโฟมที่ดีที่สุดเมื่อมีการปรับปริมาณ zinc neodecanoate ที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยานั้น คือ ปริมาณ 1.0 pbw

เนื่องจาก zinc neodecanoate สลายตัวได้ง่ายเมื่อถูกความชื้น และในสูตรการเตรียมโฟม ใช้น้ำเป็น blowing agent จึงอาจทำให้ zinc neodecanoate สลายตัวโดยการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ดังนั้น ข้อมูลที่ได้จึงมีค่าความแปรปรวน (standard deviation) สูง เมื่อเตรียมโฟมโดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate ที่แตกต่างกัน ในทางทฤษฎี ควรได้ลำดับความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาดังนี้ คือ  $1.5 \text{ pbw} > 1.0 \text{ pbw} > 0.5 \text{ pbw}$  และความหนาแน่นของโฟมควรมีค่าเรียงตามลำดับดังนี้ คือ  $0.5 \text{ pbw} > 1.0 \text{ pbw} > 1.5 \text{ pbw}$

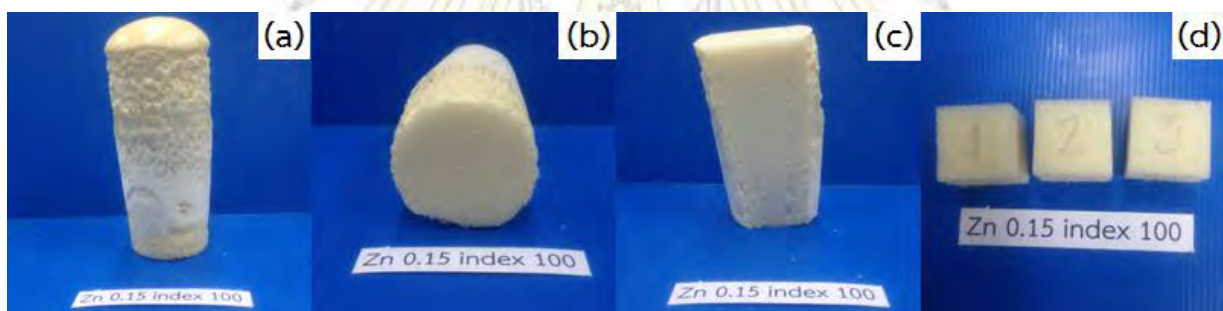


รูปที่ 3.7 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate 0.05 pbw (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด  $3 \text{ cm} \times 3 \text{ cm} \times 3 \text{ cm}$





รูปที่ 3.8 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate 0.10 pbw (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาด (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm



รูปที่ 3.9 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate 0.15 pbw: (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาด (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.1.4 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate โดยใช้ isocyanate index = 130

จากการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate โดยใช้ isocyanate index = 130 และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw มีวิธีในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมเช่นเดียวกับการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมโดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง ศึกษาเกี่ยวกับตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง DMCHA โดยจะศึกษาเกี่ยวกับพอลิยูรีเทนโฟมที่ได้จากการเตรียมโดยใช้ isocyanate index = 100 โดยเลือกใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากันที่ 1.0 pbw

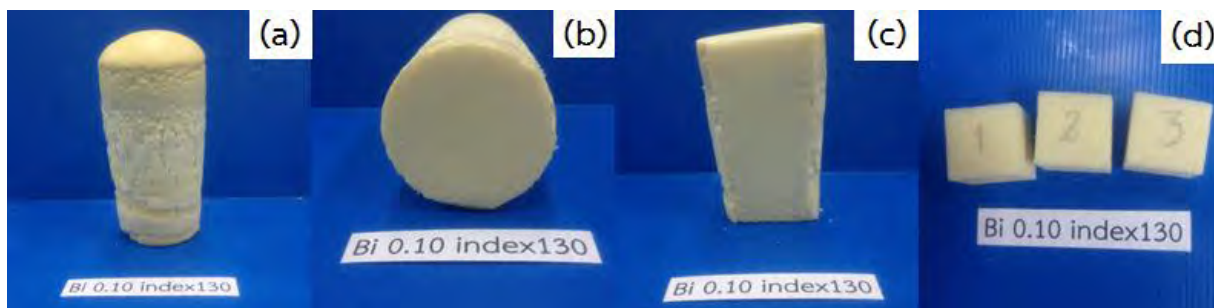
### ตารางที่ 3.4 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate โดยใช้ isocyanate index = 130 และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 1.0 pbw

Catalyst	Cream time (sec)	Gel time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Density (Kg/m <sup>3</sup> )	ลักษณะทางกายภาพ
Bismuth neodecanoate	41 ±1	62 ±1	167 ±2	122 ±1	41.7 ±0.15	เนื้อโฟมมีสีเหลืองอ่อน ผิวละเอียด ไม่เป็นขุย สูง 15.1 cm
Zinc neodecanoate	99 ±1	224 ±4	575 ±5	793 ±3	42.8 ±0.39	เนื้อโฟมมีสีเหลืองอ่อน ผิวหยาบ เป็นขุย สูง 13.4 cm

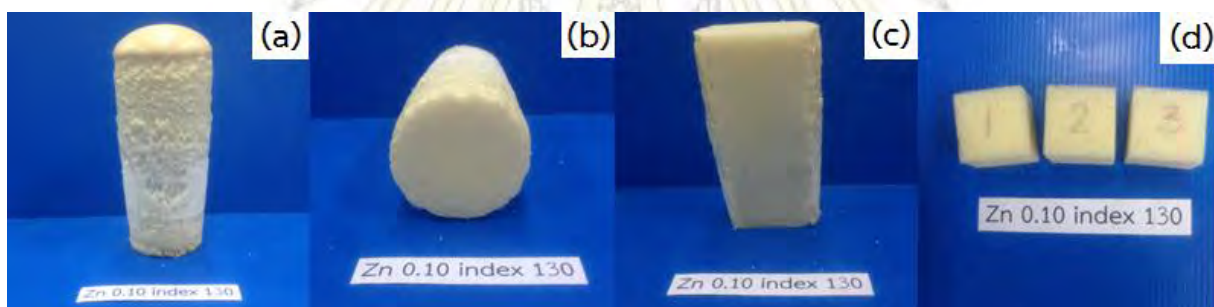
จากผลการทดลอง (ตารางที่ 3.4) เมื่อพิจารณา gel time, tack free time และ rise time พบว่าเวลาของพอลิยูรีเทนโพลีที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate จะเร็วกว่าพอลิยูรีเทนโพลีที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น zinc neodecanoate อย่างมาก แต่เมื่อพิจารณา tack free time และ rise time จะพบว่า พอลิยูรีเทนโพลีที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น zinc neodecanoate จะมี tack free time น้อยกว่า rise time แสดงว่า gelling reaction เกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ก่อน blowing reaction ซึ่งตรงกันข้ามกับ bismuth neodecanoate ที่มี tack free time มากกว่า rise time แสดงว่า blowing reaction เกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ก่อน gelling reaction เมื่อพิจารณาเทียบกับพอลิยูรีเทนโพลีที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเดียวกันแต่ใช้ isocyanate index ต่างกัน ในทางทฤษฎี ที่ isocyanate index = 130 ควรใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยามากกว่าที่ isocyanate index = 100 ซึ่ง zinc neodecanoate ให้ค่าที่เป็นไปตามทฤษฎี แต่ bismuth neodecanoate ให้ค่าที่ไม่เป็นไปตามทฤษฎี

เมื่อพิจารณาค่าความหนาแน่น จะพบว่าความหนาแน่นของพอลิยูรีเทนโพลีที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate ที่ isocyanate index = 130 มีความหนาแน่นมากกว่า พอลิยูรีเทนโพลีที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเดียวกันที่ isocyanate index = 100 ทั้งนี้เป็นเพราะค่า isocyanate index ยิ่งมากจะทำให้เกิดปฏิกิริยาเชื่อมขวาง (crosslinking reaction) มากขึ้น ส่งผลให้ความหนาแน่นของพอลิยูรีเทนโพลีเพิ่มขึ้น

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.10 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate isocyanate index = 130 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm



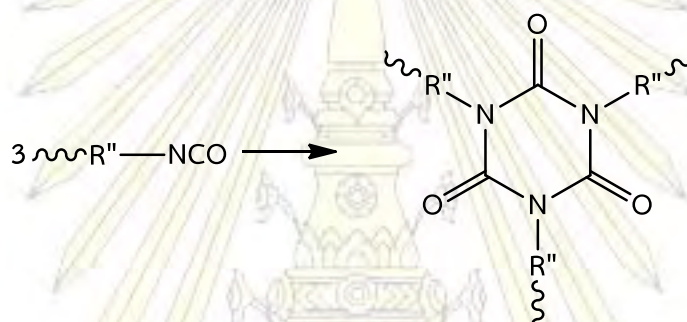
รูปที่ 3.11 พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate isocyanate index = 130 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



3.1.5 การสังเคราะห์พอลิไอโซไซยานูเรตโฟม (polyisocyanurate foam) โดยใช้ isocyanate index = 160

ในการเตรียมพอลิไอโซไซยานูเรตโฟม โดยใช้ isocyanate index = 160 มีวิธีในการเตรียมไอโซไซยานูเรตโฟมเดียวกับพอลิยูรีเทนโฟม แต่จะใช้ของผสมระหว่าง bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 0.5 pbw และ 2.0 pbw ตามลำดับ โดย potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำให้หมู่ isocyanate เกิดปฏิกิริยา trimerization ได้เป็นหมู่ไอโซไซยานูเรต (แผนภาพที่ 3.3)



แผนภาพที่ 3.1 ปฏิกิริยาการเกิด trimerization ของหมู่ isocyanurate ได้เป็นหมู่ไอโซไซยานูเรต

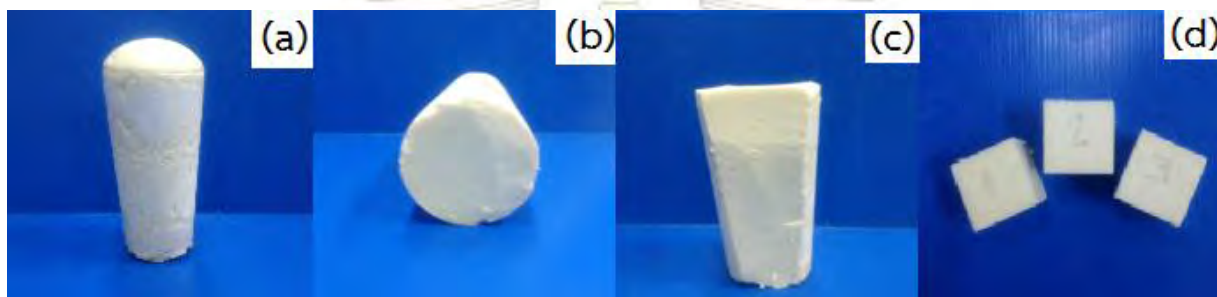


ตารางที่ 3.5 ผลการทดลองการเตรียมพอลิไอโซไซยานูเรทโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate โดยใช้ isocyanate index = 160

Catalyst	Cream time (sec)	Gel time (sec)	Tack free time (sec)	Rise time (sec)	Density (Kg/m <sup>3</sup> )	ลักษณะทางกายภาพ
DMCHA 1.0 pbw (NCO index = 100)	22 ±0	30 ±0	133 ±1	174 ±3	38.6 ±0.04	เนื้อโฟมมีสีเหลือง อ่อนผิวละเอียด เนียน ไม่เป็นขุย สูง 14.7 cm
Bismuth neodecanoate 1.0 pbw (NCO index = 100)	59 ±2	86 ±4	209 ±9	182 ±8	39.8 ±0.96	เนื้อโฟมมีสีเหลือง อ่อนผิวละเอียด เนียน ไม่เป็นขุย สูง 13.4 cm
Bismuth neodecanoate 1.0 pbw+ potassium octoate 2.0 pbw (NCO index = 160)	20 ±0	28 ±5	59 ±5	52 ±0	48.6 ±0.69	เนื้อโฟมมีสีเหลือง อ่อนผิวละเอียด เนียน มีเนื้อแข็ง ไม่เป็นขุย สูง 15.0 cm

คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากตารางที่ 3.5 พบว่า cream time, gel time, tack free time และ rise time ของพอลิไอโซไซยานูเรตโฟมแบบแข็งมีค่าน้อยกว่าพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA และ bismuth neodecanoate มาก เนื่องจากใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิด แต่ข้อเสียของพอลิไอโซไซยานูเรตโฟม คือ โฟมที่ได้จะความหนาแน่นสูงมาก ทำให้สมบัติในการเป็นฉนวนกันความร้อนจะต่ำกว่าของพอลิยูรีเทนโฟม



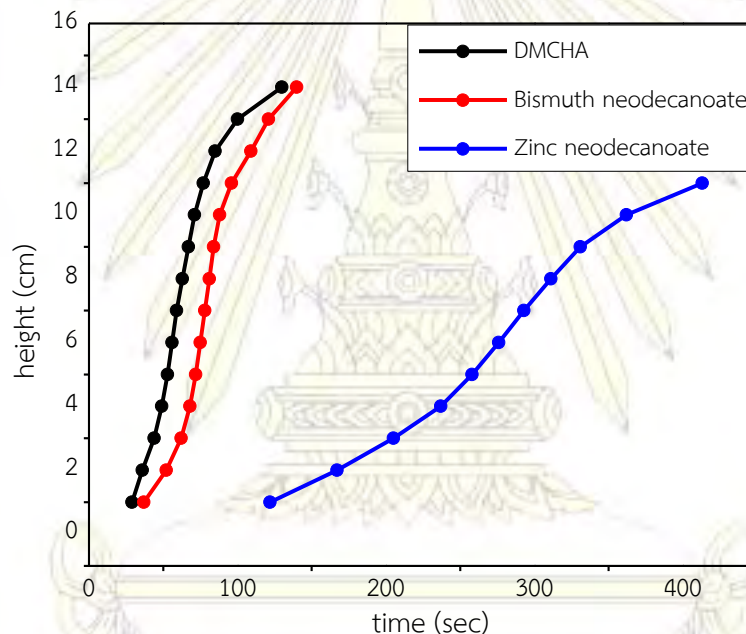
รูปที่ 3.12 พอลิไอโซไซยานูเรตโฟมแบบแข็งที่เตรียมด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate

isocyanate index = 160 (a) โฟมที่ได้จากการเตรียมในแก้วกระดาษ (b) โฟมที่ถูกตัดตามแนวขวาง (c) โฟมที่ถูกตัดตามแนวตั้ง (d) โฟมที่ตัดจากส่วนกลางของชิ้นงานมีขนาด 3 cm x 3 cm x 3 cm

### 3.2 ความเร็วในการฟู (rise profile)

#### 3.2.1 rise profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate

Rise profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ศึกษาเป็นพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate ที่ปริมาณ 1.0 pbw โดยใช้ isocyanate index = 100 ซึ่งเป็นสูตรที่ให้สมบัติโฟมที่ดีเมื่อเทียบกับพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA เป็นตัวเร่งอ้างอิง

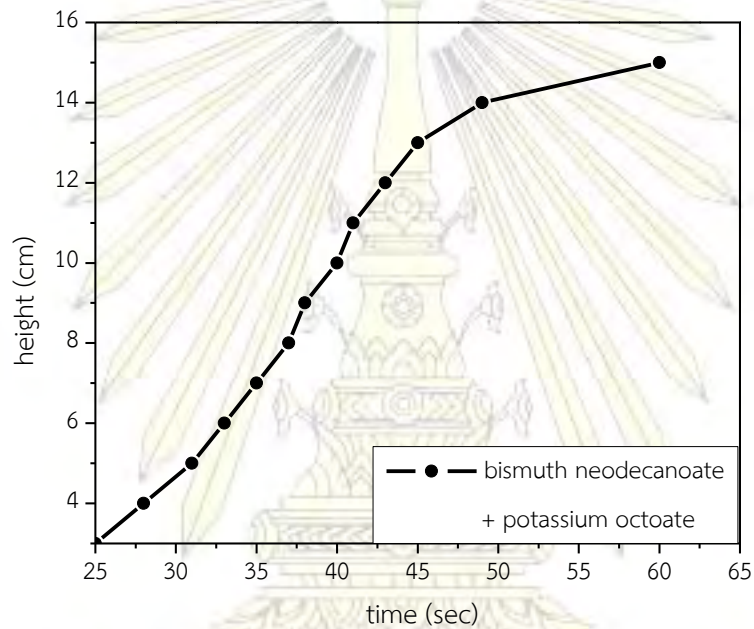


รูปที่ 3.13 rise profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate

จากรูปที่ 3.13 พบว่าพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีความชัน (slope) ของกราฟและความสูงของโฟมใกล้เคียงกับพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA เป็นตัวเร่งอ้างอิง ซึ่งแตกต่างกับพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate ที่มีความชันของกราฟและความสูงของโฟมน้อยกว่า

### 3.2.2 rise profile ของพอลิไอโซไซยานูเรตโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate

จากงานวิจัยพบว่า ของผสมระหว่าง bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์พอลิไอโซไซยานูเรตโฟม จึงศึกษา rise profile พอลิไอโซไซยานูเรตโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate + potassium octoate



รูปที่ 3.14 rise profile พอลิไอโซไซยานูเรตโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate + potassium octoate

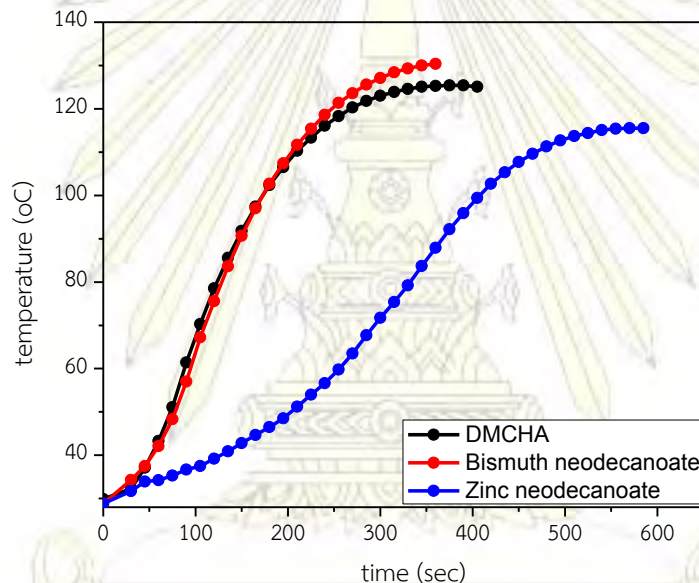
จากรูปที่ 3.14 พบว่าพอลิไอโซไซยานูเรตโฟม ที่ใช้ bismuth neodecanoate + potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีความชันและความสูงมากกว่าพอลิยูรีเทนโฟมทั่วไปในรูปที่ 3.13



### 3.3 การศึกษาอุณหภูมิของปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (temperature profile)

#### 3.3.1 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate

temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ศึกษาเป็นพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate ที่ปริมาณ 1.0 pbw โดยใช้ isocyanate index = 100 ซึ่งเป็นสูตรที่ให้สมบัติโฟมที่ดี เทียบกับพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA เป็นตัวเร่งอ้างอิง

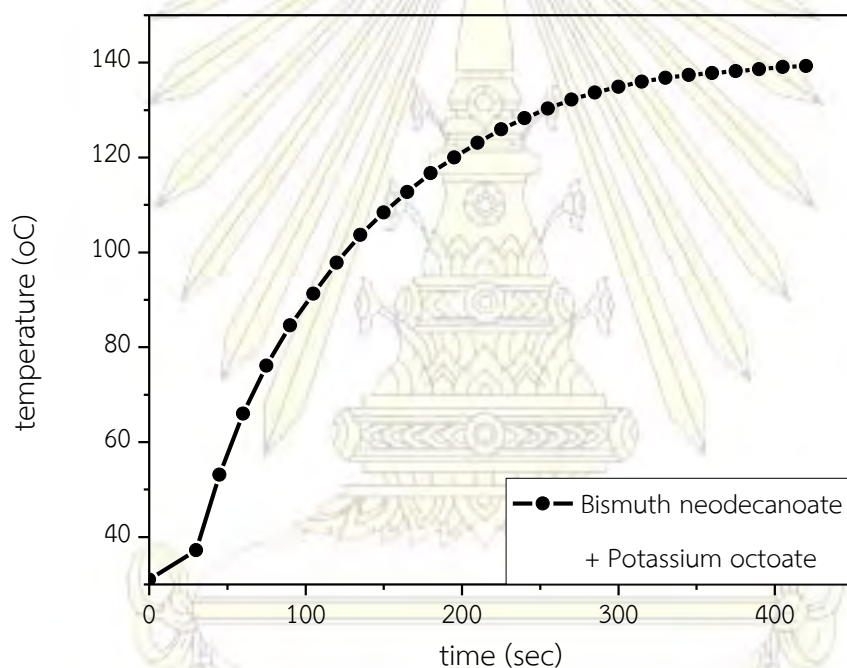


รูปที่ 3.15 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate

จากรูปที่ 3.15 พบว่าพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีความชันของกราฟและอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาใกล้เคียงกับพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA เป็นตัวเร่งอ้างอิง ซึ่งแตกต่างกับพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate ที่มีความชันของกราฟและอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาน้อยกว่า จึงใช้เวลานานกว่าที่อุณหภูมิจะคงที่

### 3.2.2 temperature profile ของพอลิไอโซไซยานูเรตโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate + potassium octoate

จากงานวิจัยพบว่า bismuth neodecanoate + potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์พอลิไอโซไซยานูเรตโฟม จึงศึกษา temperature profile พอลิไอโซไซยานูเรตโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate + potassium octoate



รูปที่ 3.16 temperature profile พอลิไอโซไซยานูเรตโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate + potassium octoate

จากรูปที่ 3.16 พบว่าพอลิไอโซไซยานูเรตโฟมที่ใช้ bismuth neodecanoate + potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีความชื้นและอุณหภูมิใกล้เคียงพอลิยูรีเทนโฟมที่ bismuth neodecanoate อย่างเดียว ซึ่งแสดงให้เห็นว่า bismuth neodecanoate เหมาะที่จะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เตรียมได้ทั้งพอลิไอโซไซยานูเรตโฟมและพอลิยูรีเทนโฟม

### 3.3 การศึกษา Isocyanate conversion

#### 3.3.1 การศึกษา isocyanate conversion ของพอลิยูรีเทนโพลิมที่สังเคราะห์จากตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate

ในปี 2001 Modesti และคณะ<sup>11</sup> ได้ศึกษา isocyanate (NCO) conversion และคำนวณอัตราส่วนระหว่าง polyisocyanurate/polyurethane (PIR/PUR) ในพอลิยูรีเทนโพลิมและพอลิไอโซไซยานูเรตโพลิมด้วยเทคนิค 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 3.6 NCO conversion ของพื้นที่ได้ฟีดของพอลิยูรีเทนโพนที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate 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							
DMCHA (1.0 pbw)	1.414	2.804	1.384	8.869	0.504	99.49	0.156
Bismuth neodecanoate (0.5 pbw)	2.142	2.988	1.269	6.123	0.717	99.27	0.207
Bismuth neodecanoate (1.0 pbw)	1.006	2.544	1.249	6.695	0.395	99.60	0.187
Bismuth neodecanoate (1.5 pbw)	1.134	2.685	1.301	6.676	0.422	99.57	0.195
Zinc neodecanoate (0.5 pbw)	2.194	2.677	1.361	6.040	0.820	99.16	0.225
Zinc neodecanoate (1.0 pbw)	1.752	2.811	1.535	6.627	0.623	99.36	0.232
Zinc neodecanoate (1.5 pbw)	1.730	2.725	1.139	5.617	0.635	99.35	0.203
NCO index = 130							
Bismuth neodecanoate (1.0 pbw)	4.235	2.797	1.378	4.774	1.514	98.45	0.289
Zinc neodecanoate (1.0 pbw)	3.988	2.943	1.395	6.388	1.355	98.62	0.218



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

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

จาก IR spectrum ของ PMDI

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

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

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

จาก IR spectrum ของพอลิยูรีเทนโฟม มี NCO ดังตารางที่ 3.6

ยกตัวอย่างการคำนวณของ DMCHA

$$\% \text{ absorbance ของ NCO} = 1.414$$

$$\% \text{ absorbance ของ Ar-H} = 2.804$$

คำนวณปริมาณ NCO ที่เหลือจริงได้ดังนี้

$$\% \text{ absorbance ของ Ar-H} = 2.804 \quad \text{มี NCO เหลือในระบบ} = 1.414$$

$$\text{ถ้า } \% \text{ absorbance ของ Ar-H} = 1.0 \text{ จะมี NCO เหลือในระบบ} = \frac{1.0 \times 1.414}{2.804} = 0.504 = \text{NCO}^f$$

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น } \% \text{ conversion of isocyanate } (\% \alpha) &= \left[ 1 - \frac{\text{NCO}^f}{\text{NCO}^i} \right] \times 100 \\ &= \left[ 1 - \frac{0.504}{98.00} \right] \times 100 = 99.49\% \end{aligned}$$

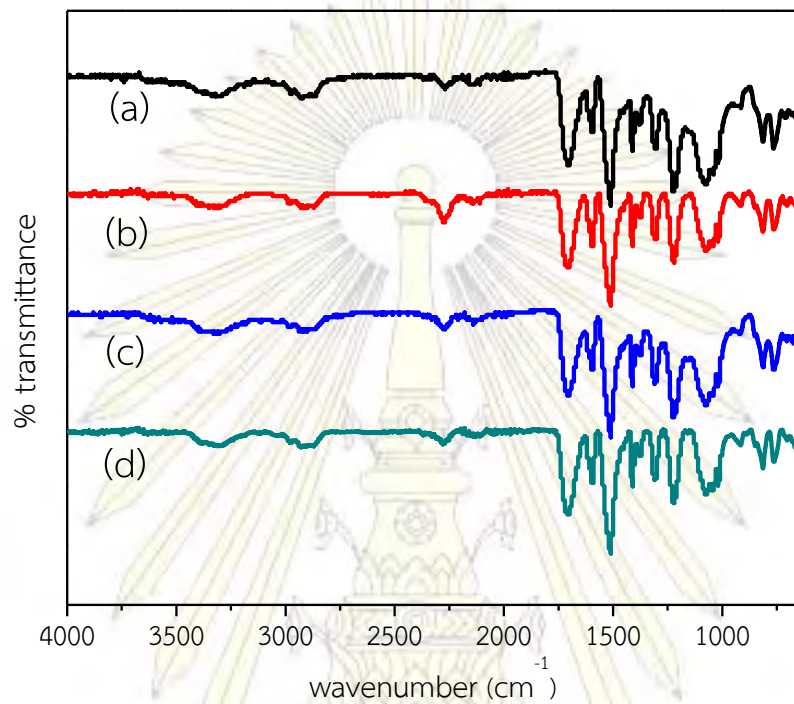
คำนวณอัตราส่วน  $\frac{\text{PIR}}{\text{PUR}}$  จากตารางที่ 3.6

$$\% \text{ absorbance ของ isocyanurate (PIR)} = 1.384$$

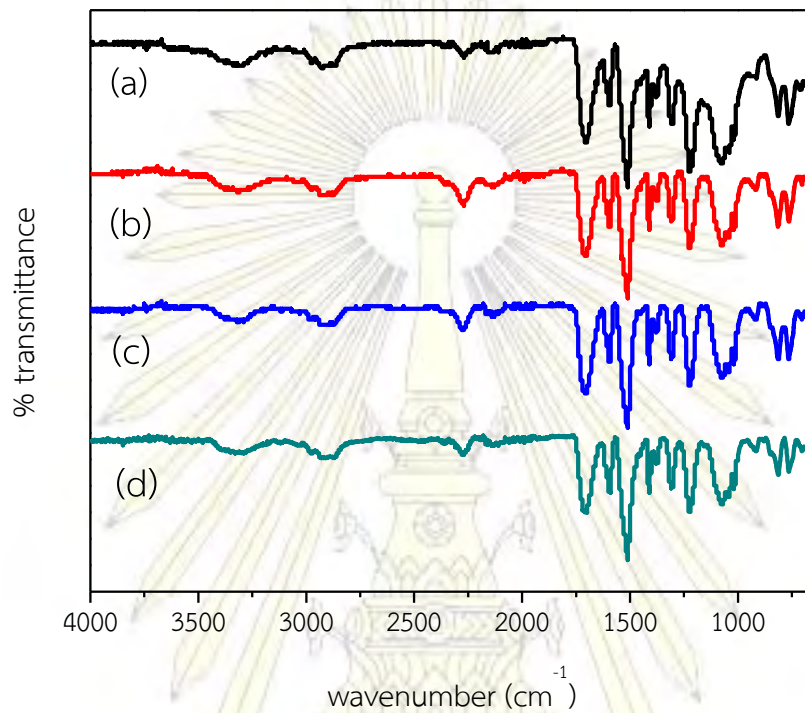
$$\% \text{ absorbance ของ urethane (PUR)} = 8.869$$

$$\text{ดังนั้น } \frac{\text{PIR}}{\text{PUR}} = \frac{1.384}{8.869} = 0.156$$

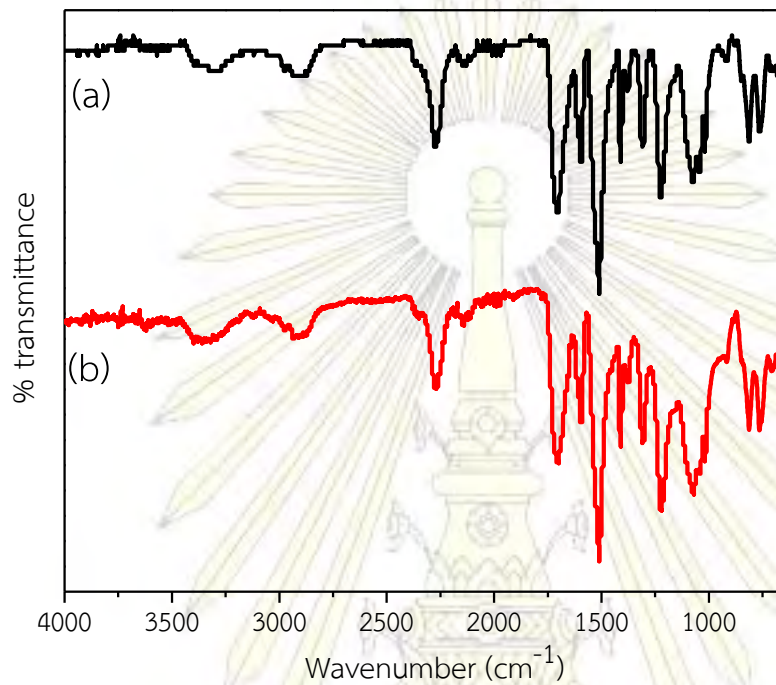
ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.17 IR spectrum ของพอลิยูรีเทนโฟมที่เตรียมโดยใช้ isocyanate index = 100 และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (a) DMCHA 1.0 pbw (b) bismuth neodecanoate 0.05 pbw (c) bismuth neodecanoate 0.10 pbw (d) bismuth neodecanoate 0.15 pbw



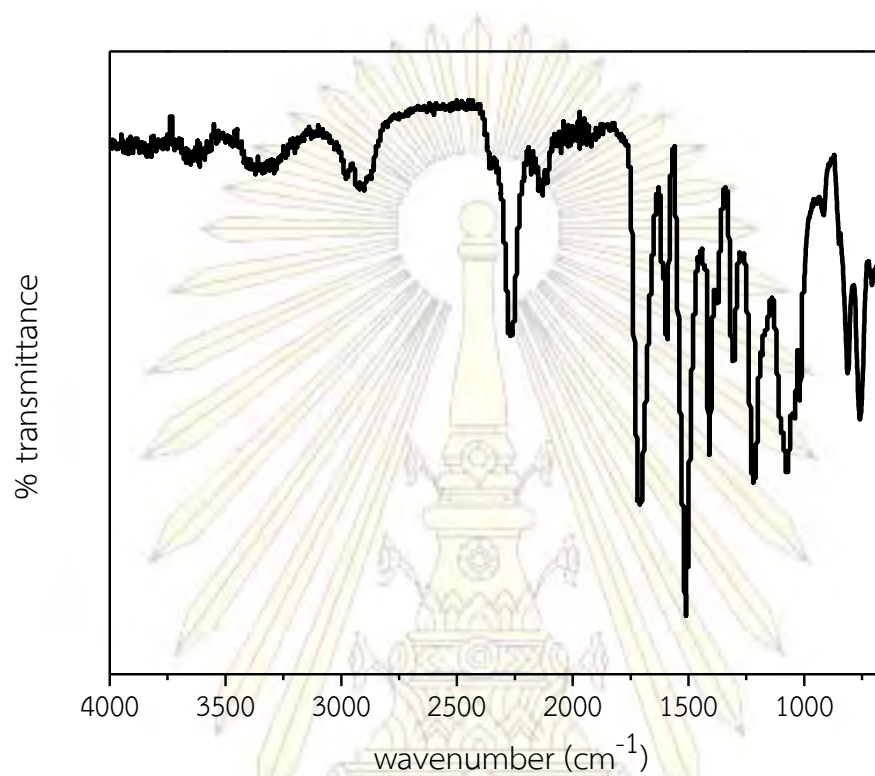
รูปที่ 3.18 IR spectrum ของพอลิยูรีเทนโพนที่เตรียมโดยใช้ isocyanate index = 100 และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (a) DMCHA 1.0 pbw (b) zinc neodecanoate 0.05 pbw (c) zinc neodecanoate 0.10 pbw (d) bismuth neodecanoate 0.15 pbw



รูปที่ 3.19 IR spectrum ของพอลิยูรีเทนโพนที่เตรียมโดยใช้ isocyanate index = 130 และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (a) bismuth neodecanoate 0.1 pbw (b) zinc neodecanoate 0.1 pbw

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย





รูปที่ 3.20 IR spectrum ของพอลิไอโซไซยานูเรตโฟมที่เตรียมโดยใช้ isocyanate index = 160 และใช้  
ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate + potassium octoate

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากรูปที่ 3.17-3.20 IR spectrum ของพอลิยูรีเทนโพลีที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา DMCHA bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate ที่ isocyanate index = 100 ที่ isocyanate index = 130 และพอลิไอโซไซยานูเรตโพลีที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น bismuth neodecanoate + potassium octoate พบว่ามีพีคของพอลิยูรีเทน ปรากฏที่ประมาณ  $1221\text{ cm}^{-1}$  และที่ประมาณ  $2272\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งจากการคำนวณ% conversion of isocyanate พบว่าพอลิยูรีเทนโพลีที่ใช้ isocyanate index = 100 มี % conversion of isocyanate พบว่าค่ามากกว่า 99% แสดงว่าสารตั้งต้นเข้าทำปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์ สำหรับพอลิยูรีเทนโพลีที่ใช้ isocyanate index = 130 มี % conversion of isocyanate พบว่าค่ามากกว่า 98% ซึ่งแสดงว่าสารตั้งต้นเข้าทำปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์เช่นกันแต่น้อยกว่า isocyanate index = 100 และจากการคำนวณอัตราส่วน  $\frac{\text{PIR}}{\text{PUR}}$  พบว่ามีค่าน้อยกว่า 1 แสดงว่าไอโซไซยานูเรตส่วนใหญ่เกิดปฏิกิริยากับพอลิออลและได้ผลิตภัณฑ์เป็นพอลิยูรีเทนมากกว่าการเกิดปฏิกิริยาไตรเมอร์ไรเซชันระหว่างไอโซไซยานูเรต และได้ผลิตภัณฑ์เป็นพอลิไอโซไซยานูเรตโพลี

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทที่ 4

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### 4.1 สรุปผลการทดลอง

จากการสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิด คือ bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate เทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาอ้างอิง DMCHA เมื่อพิจารณาความหนาแน่นพบว่าพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate จะมากกว่า DMCHA เล็กน้อย ซึ่งแตกต่างกับ zinc neodecanoate ที่มีความหนาแน่นน้อยกว่า DMCHA เมื่อพิจารณาเนื้อโฟมจะพบว่าทั้ง 2 ตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีเนื้อโฟมที่มีสีเหลืองอ่อน แต่โฟมที่สังเคราะห์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate จะมีเนื้อโฟมที่มีรูพรุนน้อย ละเอียด ไม่เป็นขุย และมีความสูงมากกว่า zinc neodecanoate

เมื่อพิจารณาพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเดียวกันแต่ใช้ในปริมาณที่ต่างกัน จะพบว่า เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate ในปริมาณเพิ่มขึ้น จะทำให้มีความหนาแน่นของโฟมลดลง และโฟมมีความสูงมากขึ้น ลักษณะของเนื้อโฟมเป็นสีเหลืองอ่อน รูพรุนน้อย ผิวละเอียด ไม่เป็นขุย โดยปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่สุดคือ 1.0 pbw เนื่องจากให้โฟมที่มีสมบัติใกล้เคียงกับโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 1.5 pbw

เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate จะให้ผลการทดลองที่แตกต่างกัน คือ พอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ zinc neodecanoate ในปริมาณ 1.0 pbw มีความหนาแน่นน้อยกว่าและมีความสูงมากกว่าปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1.5 pbw เล็กน้อย ทั้งนี้อาจเป็นเพราะตัวเร่งปฏิกิริยา zinc neodecanoate สลายตัวได้ง่ายในน้ำ ทำให้ผลการทดลองคลาดเคลื่อน ลักษณะเนื้อโฟมที่ได้มีสีเหลืองอ่อน มีรูพรุนน้อย ผิวหยาบ มีลักษณะเป็นขุย เมื่อพิจารณาแล้วพบว่าปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่สุด คือ 1.0 pbw

เมื่อพิจารณาที่ isocyanate index ของตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกัน แต่ใช้ในปริมาณที่เท่ากันจะพบว่าที่ isocyanate index มากจะทำให้พอลิยูรีเทนโฟมมีความหนาแน่น ความสูง และมีเนื้อโฟมความแข็งมากขึ้น โดยที่สี และลักษณะของเนื้อโฟมยังเหมือนเดิม ค่าที่เหมาะสมคือ isocyanate index = 100 เพราะมีความหนาแน่นประมาณ  $40 \text{ kg/m}^3$  ซึ่งเหมาะสมต่อการนำไปใช้งาน

เมื่อพิจารณาลักษณะการฟูของพอลิยูรีเทนโฟมระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน โดยศึกษา rise profile ของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate ที่ใช้ปริมาณ 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100 พบว่าพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate ให้ ความสูงมากกว่าและให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาเร็วกว่า zinc neodecanoate แสดงว่า bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีกว่า zinc neodecanoate

เมื่อพิจารณาอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของพอลิยูรีเทนโฟมที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate โดยศึกษา temperature profile เมื่อใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1.0 pbw ที่ isocyanate index = 100 พบว่า bismuth neodecanoate จะให้อุณหภูมิที่สูงกว่า แต่อุณหภูมิจะหยุดคงที่ และต่ำลงใช้เวลาเร็วกว่า zinc neodecanoate แสดงว่า bismuth neodecanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีกว่า zinc neodecanoate

เมื่อคำนวณค่า % conversion of isocyanate ( $\% \alpha$ ) จากพื้นที่ใต้พีคไอโซไซยานาตหลังทำปฏิกิริยาใน IR spectrum เทียบกับพื้นที่ใต้พีคของไอโซไซยานาตก่อนทำปฏิกิริยาใน IR spectrum เพื่อหาปริมาณของหมู่ไอโซไซยานาตที่เหลือจากการสังเคราะห์พอลิยูรีเทนโฟมโดยใช้ bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate เป็น ตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าค่า % conversion of isocyanate มีค่ามากกว่า 99 % แสดงว่า สารตั้งต้นเข้าทำปฏิกิริยาได้ อย่างสมบูรณ์ และเมื่อคำนวณอัตราส่วน PIR/PUR พบว่ามีค่าน้อยกว่า 1 แสดงว่าไอโซไซยานาตส่วนใหญ่เกิดปฏิกิริยากับพอลิอลและได้ผลิตภัณฑ์เป็นพอลิยูรีเทนมากกว่าการเกิดปฏิกิริยาไตรเมอไรเซชันระหว่างไอโซไซยานาตและได้ ผลิตภัณฑ์เป็นไอโซไซยานูเรต

ในการเตรียมพอลิไอโซไซยานูเรตโฟมโดยใช้ของผสมระหว่าง bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และศึกษา % conversion of isocyanate พบว่า มีค่ามากกว่า 98% ซึ่งถือว่าสารตั้งต้น เข้าทำปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์ ดังนั้น bismuth neodecanoate จึงสามารถนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมกับ potassium octoate ในการเตรียมพอลิไอโซไซยานูเรตโฟม



#### 4.2 ข้อเสนอแนะ

ศึกษาการเตรียมพอลิไอโซไซยานูเรตโฟมโดยใช้ของผสมระหว่าง bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ปรับเปลี่ยนปริมาณตัวแปรต่างๆเพื่อให้ได้โฟมที่มีสมบัติที่ดี เช่น ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ปริมาณ blowing agent และ isocyanate index



ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## เอกสารอ้างอิง

1. Lee, S. T. and Ramesh, N. S. Polymeric foams. New York: CRC Press, **2004**.
2. Klemperer, 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. 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.
5. Woods, G. In the ICI polyurethanes book; Wiley: The Netherlands, **1990**; Chapter 7, pp 127-131.
6. Richard, J. S.; Rigid polyurethane foam process using lithium/zinc catalyst, U.S. Patent 4,256,847, March 17, 1981.
7. Luo, S. G.; Tan, H. M.; Zhang, J. G.; Wu, Y. J.; Pei, F. K.; Meng, X. H. Catalytic mechanisms of triphenyl bismuth, dibutyltin dilaurate, and their combination in polyurethane-forming reaction. *J. Appl. Polym. Sci.* **1997**, 65, 1217-1225.
8. Werner, J. B. New developments in catalysis. *Macromol. Symp.* **2000**, 187, 261-270.
9. Pretti, C.; Oliva, M.; Mennillo, E.; Barbaglia, M.; Funel, M.; Reddy Yasani, B.; Martinelli, E.; Galli, G. An ecotoxicological study on tin- and bismuth-catalysed PDMS based coatings containing a surface-active polymer. *Ecotox. Environ. Safe.* **2013**, 98, 250-256.
10. Leckart, A. R.; Hansen, H. V.; Bismuth catalyst system for preparing polyurethane elastomer, *U.S. Patent* 4,584,362, April 22, 1986.
11. Modesti, M.; Lorenzetti, A. An experimental method for evaluating isocyanate conversion and trimer formation in polyisocyanurate-polyurethane foams. *Eur. Polym. J.* **2001**, 37, 949-954.



ภาคผนวก

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก  
 ตารางบันทึกผลการทดลอง

ตารางที่ ก.1 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ DMCHA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw

Catalyst	DMCHA					
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ค่าเฉลี่ย	SD
Cream time (sec)	22	22	22	22	22	0
Gel time (sec)	30	30	30	30	30	0
Rise time (sec)	135	133	132	132	133	1
Tack free time (sec)	175	170	175	176	174	3
Density (kg/m <sup>3</sup> )	38.50	38.60	38.50	38.60	38.60	0.04





ตารางที่ ก.2 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ bismuth neodecanoate

เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw

Catalyst	bismuth neodecanoate					
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ค่าเฉลี่ย	SD
Cream time (sec)	59	57	61	59	59	2
Gel time (sec)	83	90	86	86	86	3
Rise time (sec)	209	200	217	209	209	7
Tack free time (sec)	187	179	180	182	182	4
Density (kg/m <sup>3</sup> )	41.40	39.70	40.90	39.00	39.80	0.96



ตารางที่ ก.3 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ zinc neodecanoate

เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw

Catalyst	zinc neodecanoate				
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย	SD
Cream time (sec)	80	80	80	80	0
Gel time (sec)	102	102	102	102	0
Rise time (sec)	343	330	320	331	12
Tack free time (sec)	353	353	352	353	1
Density (kg/m <sup>3</sup> )	33.51	34.87	37.54	35.3	2.05



ตารางที่ ก.4 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ bismuth neodecanoate

เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 0.5 pbw

Catalyst	bismuth neodecanoate				
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย	SD
Cream time (sec)	106	106	106	106	0
Gel time (sec)	147	150	150	149	2
Rise time (sec)	345	332	340	339	7
Tack free time (sec)	413	412	431	419	11
Density (kg/m <sup>3</sup> )	44.69	44.00	43.07	43.50	0.47



ตารางที่ ก.5 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ bismuth neodecanoate

เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.5 pbw

Catalyst	bismuth neodecanoate					
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ค่าเฉลี่ย	SD
Cream time (sec)	39	35	34	33	35	3
Gel time (sec)	49	45	46	43	46	3
Rise time (sec)	134	137	149	146	142	7
Tack free time (sec)	117	117	121	107	116	6
Density (kg/m <sup>3</sup> )	38.61	38.46	38.95	39.31	38.83	0.38





ตารางที่ ก.6 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ zinc neodecanoate

เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 0.5 pbw

Catalyst	zinc neodecanoate				
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย	SD
Cream time (sec)	130	129	130	130	1
Gel time (sec)	220	220	222	221	1
Rise time (sec)	554	553	556	554	2
Tack free time (sec)	765	762	760	762	3
Density (kg/m <sup>3</sup> )	43.65	43.76	42.15	43.18	0.90

ตารางที่ ก.7 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ zinc neodecanoate

เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.5 pbw

Catalyst	zinc neodecanoate				
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย	SD
Cream time (sec)	102	100	104	102	2
Gel time (sec)	178	178	178	178	0
Rise time (sec)	443	445	442	443	2
Tack free time (sec)	455	460	450	455	5
Density (kg/m <sup>3</sup> )	36.25	38.73	34.05	36.35	2.34



ตารางที่ ก.8 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 130 โดยใช้ bismuth neodecanoate

เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw

Catalyst	bismuth neodecanoate				
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย	SD
Cream time (sec)	40	41	42	41	1
Gel time (sec)	62	62	61	62	1
Rise time (sec)	169	166	165	167	2
Tack free time (sec)	123	121	122	122	1
Density (kg/m <sup>3</sup> )	41.80	41.69	41.51	41.67	0.00

ตารางที่ ก.9 ผลการทดลองการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 130 โดยใช้ zinc neodecanoate

เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 1.0 pbw

Catalyst	zinc neodecanoate				
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย	SD
Cream time (sec)	99	98	99	99	1
Gel time (sec)	224	227	220	224	4
Rise time (sec)	575	570	580	575	5
Tack free time (sec)	793	790	795	793	3
Density (kg/m <sup>3</sup> )	42.48	43.15	43.14	42.92	0.39





ตารางที่ ก.10 ผลการทดลองการเตรียมพอลิไอโซไซยานูเรตโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 160 โดยใช้ bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 0.5 pbw และ 2.0 pbw ตามลำดับ

Catalyst	bismuth neodecanoate						
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ค่าเฉลี่ย	SD
Cream time (sec)	20	20	20	20	20	20	0
Gel time (sec)	27	28	28	28	28	28	1
Rise time (sec)	58	59	59	58	59	59	1
Tack free time (sec)	52	52	52	52	52	52	0
Density (kg/m <sup>3</sup> )	49.05	48.19	49.88	49.12	46.55	48.56	0.69

มหาวิทยาลัยราชภัฏบรจรัม  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ก.11 rise profile ของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา เป็น DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate ในปริมาณ 1.0 pbw

Height (cm)	Time (s)		
	DMCHA	bismuth neodecanoate	zinc neodecanoate
1	29	37	122
2	36	52	167
3	44	62	205
4	49	68	237
5	53	72	258
6	56	75	276
7	59	78	293
8	63	81	311
9	67	84	331
10	71	88	362
11	77	96	413 (stop time)
12	85	109	-
13	100	131	-
14	130 (stop time)	140 (stop time)	-

ตารางที่ ก.12 rise profile พอลิไอโซไซยานูเรตโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 160 โดยใช้ bismuth neodecanoate+ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 0.5 pbw และ 2.0 pbw ตามลำดับ

Height (cm)	Time (s)
	bismuth neodecanoate + potassium octoate
1	0
2	0
3	25
4	28
5	31
6	33
7	35
8	37
9	38
10	40
11	41
12	43
13	45
14	49
15	60 (stop time)

ตารางที่ ก.13 temperature profile ของพอลิยูรีเทนโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 100 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น DMCHA, bismuth neodecanoate และ zinc neodecanoate ในปริมาณ 1.0 pbw

Time (s)	Temperature (°C)		
	DMCHA	bismuth neodecanoate	zinc neodecanoate
0	29.9	28.8	28.8
30	32.3	34.3	31.7
45	37.1	37.5	33.9
60	43.3	42.1	34.2
75	51.1	48.3	35.3
90	61.4	57.0	36.7
105	70.3	67.2	37.5
120	78.5	75.6	39.2
135	85.6	83.6	40.9
150	91.8	90.7	42.8
165	97.4	97.0	44.7
180	102.4	102.7	46.5
195	106.5	107.4	48.5
210	110.3	111.7	51.2
225	113.3	115.4	54.0

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ตารางที่ ก.13 (ต่อ)

Time (s)	Temperature (°C)		
	DMCHA	bismuth neodecanoate	zinc neodecanoate
240	116.1	118.6	56.6
255	118.3	121.4	59.8
270	120.3	123.6	63.5
285	121.8	125.6	67.7
300	123.0	127.1	71.7
330	124.6	129.3	79.2
345	125.1	130.0	83.7
360	125.3	130.4 (stop time)	87.9
375	125.4		92.2
390	125.4		95.9
405	125.1 (stop time)		99.4
420			102.7
435			105.3
450			107.7
465			109.6
480			111.3
495			112.7

ตารางที่ ก.13 (ต่อ)

Time (s)	Temperature (°C)		
	DMCHA	bismuth neodecanoate	zinc neodecanoate
510			113.7
525			114.4
540			115.1
555			115.4
570			115.5
585			115.5 (stop time)

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ก.14 temperature profile พอลิไอโซไซยานูเรตโฟมแบบแข็งที่ isocyanate index = 160 โดยใช้ bismuth neodecanoate และ potassium octoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณ 0.5 pbw ตามลำดับ

Time (s)	Temperature (°C)
	bismuth neodecanoate + potassium octoate
0	31.0
30	37.2
45	53.1
60	66.0
75	76.1
90	84.6
105	91.3
120	97.8
135	103.7
150	108.4
165	112.7
180	116.7
195	120.0
210	123.1
225	125.9
240	128.3

ตารางที่ ก.14 (ต่อ)

Time (s)	Temperature (°C)	
	bismuth neodecanoate + potassium octoate	
255		130.3
270		132.2
285		133.7
300		134.9
315		136.0
330		136.8
345		137.4
360		137.8
375		138.2
390		138.6
405		139.1
420		139.3

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



### ประวัติผู้วิจัย

นางสาวธีรพร สุวรรณเวช เกิดเมื่อวันที่ 25 กันยายน 2536 ที่จังหวัดจันทบุรี สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมปลาย จากโรงเรียนศรียานุสรณ์ จังหวัดจันทบุรี เมื่อปีการศึกษา 2554 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2555 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 21 หมู่ 1 ตำบลหนองขี้ม อำเภอลือชัย จังหวัดจันทบุรี รหัสไปรษณีย์ 22130



ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย