

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยมีวัตถุประสงค์ที่จะสังเคราะห์สารเติมแต่งประเภทสารบิอินทรีย์ที่มีคุณสมบัติลดการส่องผ่านของรังสี IR (Blocking IR organic agent) ที่มีความเข้ากันได้กับเนื้อพอลิเมอร์ และสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตเป็นแผ่นพลาสติกสำหรับคลุมโรงเรือนทางการเกษตรได้ในอนาคต

อุปกรณ์และสารเคมี

อุปกรณ์

อุปกรณ์ที่ใช้สำหรับทำการทดลอง ได้แก่ เครื่องชั่ง (Balance) 2 ตำแหน่ง และ 4 ตำแหน่ง, Sartorius, Germany; เครื่องปั๊มสุญญากาศสมรรถนะสูง (High vacuum pump), Edward; เครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) Fisher Scientific, United State America; เครื่องระเหยตัวทำละลายแบบลดความดัน (Rotary Evaporator), Büchi B-171, Switzerland; ติดตามการเกิดปฏิกิริยาด้วยแผ่นอะลูมิเนียมโครมาโทกราฟีแบบแผ่นบาง (Thin layer chromatography, TLC) Merck D.C. silica gel 60 F₂₅₄ 0.2 mm-pre-coated aluminum plates; และคอลัมน์โครมาโทกราฟี (Column chromatography) เป็นคอลัมน์ที่ใช้สำหรับแยกสารภายในบรรจุด้วยซิลิกาเจล (Silica gel 60 (0.063-0.200 mm.), SiO₂) Merck, Germany

วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (Nuclear Magnetic Resonance, NMR), Bruker, ¹H NMR: 400 MHz, ¹³C NMR: 100 MHz; และเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR), Perkin-Elmer Model 1600 Series, 400-4000 cm⁻¹; วิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วยเครื่องการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis, TGA), Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851e; วิเคราะห์พฤติกรรมการไหลด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบแผ่นขนาน (Parallel plate rheometer) (Gemini 200HR Nano rheometer, Marvem-Bohlin instrument); วิเคราะห์สมบัติเชิงกลด้วยเครื่องทดสอบความต้านทานแรงดึง (Tensile test), Instron instruments รุ่น Instron 5943; ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

ของบริษัท Hitachi รุ่น S-3400N และวิเคราะห์สมบัติเชิงแสงด้วยเครื่อง UV-Vis-NIR Spectrophotometer, Perkin-Elmer รุ่น Lamda 950, 200-2500 นาโนเมตร

การผสมพลาสติกด้วยเครื่องผสมหลอมเหลวแบบภายใน (Internal Mixer), บริษัท Thermo Electron corporation รุ่น HAAKE PolyDrive; เครื่องอัดรีดแบบเกลียวทวนคู่ (Twin screw extruder), Labtech; และเครื่องมือที่ใช้สำหรับผลิตชิ้นงานลักษณะต่างๆ ได้แก่ เครื่องเป่า (Blow Film Extrusion), บริษัท Thermo Electron corporation รุ่น HAAKE PolyDrive extruder และเครื่องขึ้นรูปแบบอัด (Compression Molding), Labtech

สารเคมี

กรดมาโลนิก (99% Malonic acid, $C_3H_4O_4$) Fluka, Germany; ซินนามิลแอลกอฮอล์ (97% Cinnamyl alcohol, $C_8H_{10}O$) Fluka, Switzerland; เอ็น, เอ็น'-ไดไซโคลเฮกซิลคาร์โบไดอิมิด (99% N, N'-Dicyclohexylcarbodiimide (DCC), $C_{13}H_{22}N_2$) Acros, United State America; กรดโอเลอิก (90% Oleic acid, $C_{18}H_{34}O_2$) Aldrich, United State America; กรด 1, 3 อะซิโตนไดคาร์บอกซิลิก (1, 3-acetonedicarboxylic acid, $C_5H_6O_5$) Sigma-Aldrich, United State America; แคลเซียมไฮไดรด์ (93% Calcium hydride, CaH_2) Acros, Germany; ไดคลอโรมีเทน (99.5% Dichloromethane, CH_2Cl_2), Merck, Germany; เบนโซฟีโนน (Benzophenone, $(C_6H_5)_2CO$) Sigma-Aldrich, United State America; เอทานอล (Ethanol, C_2H_6O) Commercial Grade; เมทานอล (Methanol, CH_3OH) Commercial Grade; เตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran (THF), C_4H_8O) RCI Labscan, Thailand; เอทิลอะซิเตต (Ethyl acetate (EtOAc), $C_4H_8O_2$) RCI Labscan, Thailand; ตัวทำละลายดิวเทอเรตสำหรับ NMR (Chloroform-d, 99.8 atom % D, $CDCl_3$, Aldrich, United State America; DMSO-d₆ และ acetic-d₃ acid-d, 99.5 atom% D, CD_3COOD), Arcos, United State America; ลิเทียมอะลูมิเนียมไฮไดรด์ (95% Lithium aluminium hydride, $LiAlH_4$) Sigma-Aldrich, United State America; โซเดียมซัลเฟต (Sodium sulfate, Na_2SO_4) Sigma-Aldrich, United State America; พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (Low-density polyethylene, LDPE) POLENE

การเตรียมตัวทำละลายให้ปราศจากความชื้น (Anhydrous solvent, anh.)[35]

ตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนปราศจากความชื้น (anh. CH_2Cl_2)

เตรียมขวดก้นกลมและแท่งกวนแม่เหล็กที่แห้งและสะอาด ใส่ตัวทำละลาย CH_2Cl_2 และเติมผง CaH_2 ลงไปในขวดก้นกลมที่มีภายใต้สภาวะบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน จากนั้นกวนตัวทำละลายและผง CaH_2 เป็นเวลา 5 ชั่วโมง แล้วทำการกลั่นภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนก่อนใช้เสมอ

ตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟูแรนปราศจากความชื้น (anh.THF)

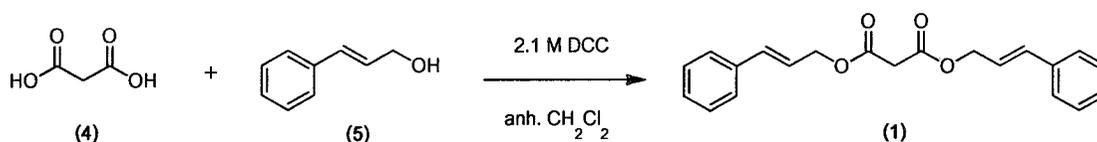
นำตัวทำละลาย THF ใส่ลงไปในช่วงก้นกลมสองคอที่สะอาดและทำให้แห้ง โดยปราศจากความชื้น เซตระบบการกลั่นภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 65-70 °C เติมสารเบนโซฟีโนนและกวนจนสารเบนโซฟีโนนละลายจนหมด จากนั้นเติมโลหะโซเดียมลงไป ปล่อยให้ระบบทำการรีฟลักซ์ไปเรื่อยๆ จนกว่าสารละลาย THF จะเปลี่ยนสีจากใสเป็นสีน้ำเงินเข้ม แล้วจึงเริ่มทำการกลั่นและเก็บตัวทำละลายได้

การสังเคราะห์สารเติมแต่งอินทรีย์ลดการส่องผ่านของรังสี IR

สารเติมแต่งประเภทสารอินทรีย์ที่สังเคราะห์ขึ้นเป็นสารประกอบคาร์บอนิล (1-3) แบ่งการสังเคราะห์สารออกเป็น 2 กลุ่มคือ

1. การสังเคราะห์สารเติมแต่งกลุ่มสารประกอบไดคาร์บอนิล (1-2) ซึ่งประกอบด้วย Dicinnamyl malonate (DCM) (1) และ Dioleyl malonate (DOM) (2) โดยมีกรรมวิธีในการสังเคราะห์ดังนี้ (ภาพ 26) [36]

1.1 การสังเคราะห์ Dicinnamyl malonate (DCM) (1)



ภาพ 26 การสังเคราะห์สาร DCM (1) ในตัวทำละลาย CH₂Cl₂ โดยมี N,N'-Dicyclohexylcarbodiimide (DCC) เป็น coupling reagent

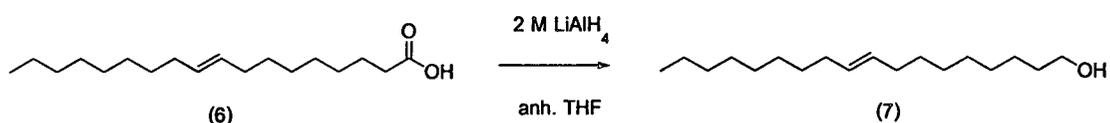
โดยเตรียมสารละลายผสมระหว่าง malonic acid (4) จำนวน 1.0 กรัม (9.61 มิลลิโมล) และ cinnamyl alcohol (5) จำนวน 2.58 กรัม (19.22 มิลลิโมล) ในตัวทำละลาย anh. CH₂Cl₂ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร กวนสารละลายผสมภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน จากนั้นเติมสารละลาย DCC 4.16 กรัม (20.18 มิลลิโมล) ที่ละลายอยู่ใน anh.CH₂Cl₂ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร โดยค่อยๆ เติมลงไปนในสารละลายผสมอย่างต่อเนื่องเป็นระยะเวลาประมาณ 30 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลงของสารละลายผสมจะเกิดการตกตะกอนสีขาวขุ่นของผลิตภัณฑ์ร่วม 1, 3-Dicyclohexylurea (DCU) ความร้อนและก๊าซเกิดขึ้นระหว่างการเกิดปฏิกิริยา ทำการติดตามการเกิดปฏิกิริยาโดยใช้เทคนิค TLC ทดสอบทุกๆ 1 ชั่วโมง พบว่าเมื่อเวลาผ่านไป 5-10 ชั่วโมง ในปฏิกิริยายังเหลือ

สารตั้งต้นและมีสารผลิตภัณฑ์เกิดขึ้นมากกว่าหนึ่งตัว ดังนั้นเพื่อให้การเกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ มากที่สุด และเหลือสารตั้งต้นน้อยที่สุด จึงกวนสารละลายผสมเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อครบตามเวลาที่ กำหนดนำสารละลายผสมมาตรวจสอบด้วยเทคนิค TLC อีกครั้ง กรองตะกอนที่เกิดขึ้นและล้าง ตะกอนด้วย CH_2Cl_2 รวมขึ้นของสารละลาย CH_2Cl_2 นำไประเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องกลั่นแบบ ลดความดัน จะได้สารละลายสีเหลือง และนำไปตกผลึกที่อุณหภูมิห้องด้วยเอทานอล กรองผลึกที่ เกิดขึ้นและล้างผลึกด้วยเอทานอลเย็น นำไปทำให้แห้งด้วยเครื่องปั๊มสุญญากาศสมรรถนะสูง ได้สาร ผลิตภัณฑ์ DCM มีลักษณะเป็นผลึกของแข็ง สีขาวปริมาณ 2.92 กรัม คิดเป็นร้อยละ 90 มีค่า $R_f = 0.71$ (100%, CH_2Cl_2) และมีจุดหลอมเหลวในช่วง 50-53 องศาเซลเซียส $R_f = 0.71$ (100% CH_2Cl_2); $^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ : 7.31-7.24 (m, 10H), 6.53 (d, 2H, $J = 12$ Hz), 6.29-6.23 (m, 2H), 4.80 (d, 4H, $J = 8$ Hz), 3.41 (s, 2H); $^{13}\text{C NMR}$ (100 MHz, CDCl_3) δ : 166.2, 136.0, 134.8, 128.6, 128.2, 126.6, 122.3, 66.1, 41.6; FT-IR (KBr) cm^{-1} : 3,025 (C-H stretching, Ar), 2,995 (C-H stretching, HC), 1,731 (C = O stretching, ester)

1.2 การสังเคราะห์ Dioleoyl malonate (DOM) (2) มี 2 ขั้นตอน

ขั้นตอนที่ 1 สังเคราะห์ Oleyl alcohol (7)

นำ oleic acid (6) มาทำปฏิกิริยารีดักชัน โดยใช้ LiAlH_4 เป็นตัวรีดิวซ์ (Reducing agent) (ภาพ 27) [37]



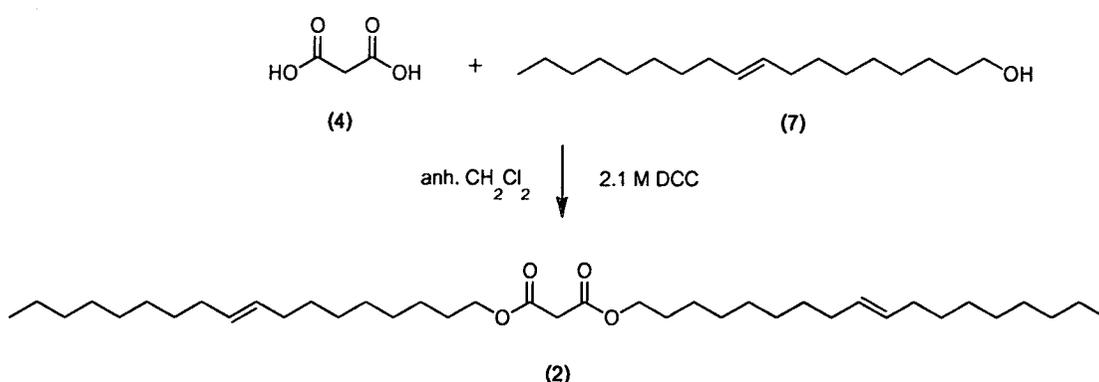
ภาพ 27 การสังเคราะห์ Oleyl alcohol (7) โดยใช้ LiAlH_4 เป็น reducing agent

โดยใช้วิธีการสังเคราะห์ตาม Gannett, et al. [37] เริ่มจากค่อยๆ หยด Oleic acid (6) จำนวน 1.59 กรัม (5.66 มิลลิโมล) ลงในตัวทำละลาย anhydrous THF ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ที่ผสม LiAlH_4 จำนวน 0.26 กรัม (6.79 มิลลิโมล) กวนให้เข้ากันตลอดเวลา ในขณะที่เติม oleic acid จะมีความร้อนและก๊าซเกิดขึ้น กวนสารทั้งหมดให้ผสมกันอย่างทั่วถึงต่อไปอีก 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 0-5 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน เมื่อครบเวลาตามที่กำหนด หยุดปฏิกิริยา โดยการลดอุณหภูมิโดยทันที (Quenched) ด้วยตัวทำละลายผสมระหว่าง EtOAc และน้ำกลั่น อัตราส่วน 1:1 ที่แช่เย็นจนมีอุณหภูมิ 2-5 องศาเซลเซียส ในปริมาตร 20 มิลลิลิตร จากนั้นนำมากรอง

และล้างด้วย EtOAc จากนั้นนำสารละลายทั้งหมดที่ได้จากการกรองมาสกัดเพื่อเอาน้ำออกด้วย EtOAc ครั้งละ 10 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง เก็บชั้นของ EtOAc แต่ละครั้งมารวมกันแล้วนำมาสกัดต่อด้วยสารละลาย NaCl อิ่มตัว 10 มิลลิลิตร เก็บเอาชั้นของ EtOAc ทั้งหมดมาเติมผง Na_2SO_4 เพื่อกำจัดน้ำที่ยังปะปนอยู่ออกจากชั้นของ EtOAc ให้เหลือน้อยที่สุด นำไปกรองเอา Na_2SO_4 ที่เติมลงไปออกจากสารละลาย นำสารที่ได้มาทดสอบด้วยเทคนิค TLC พบว่ายังมีผลิตภัณฑ์เกิดขึ้นมากกว่า 1 ตัวและยังมีสารตั้งต้นหลงเหลืออยู่เล็กน้อย จึงนำไปทำการแยกสารให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิค Column chromatography ที่ใช้เฟสเคลื่อนที่เป็น CH_2Cl_2 100% เก็บชั้นที่เป็นช่วงของสารผลิตภัณฑ์ นำไประเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องกลั่นแบบลดความดันและทำให้แห้งด้วยเครื่องปั๊มสุญญากาศแบบสมรรถนะสูง จะได้สารผลิตภัณฑ์ Oleyl alcohol (7) ที่มีลักษณะเป็นของเหลวหนืดใสปริมาณ 1.32 กรัม คิดเป็นร้อยละ 87 มีค่า $R_f = 0.29$ (100% CH_2Cl_2); $^1\text{H NMR}$ 400 MHz (CDCl_3) δ : 5.34-5.31 (m, 2H), 3.61 (t, 2H, $J = 8$ Hz), 2.04-1.97 (m, 4H), 1.57-1.51 (m, 2H), 1.28-1.24 (m, 22H), 0.86 (t, 3H, $J = 8$ Hz) ppm; FT-IR (KBr) cm^{-1} : 3,351 (O-H stretching, OH), 2,922 (C-H stretching, HC)

ขั้นตอนที่ 2 การสังเคราะห์ Dioleyl malonate (DOM) (2)

โดยผ่านกระบวนการเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่าง malonic acid (4) และ oleyl alcohol (7) ที่ใช้ DCC เป็น coupling reagent (ภาพ 28) [36]

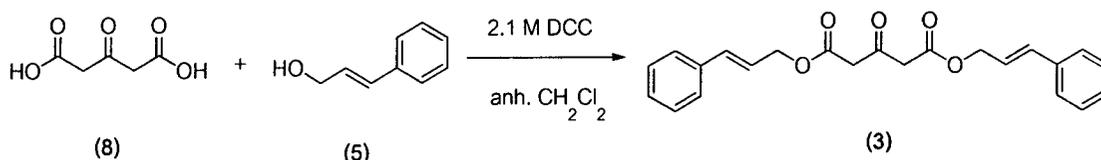


ภาพ 28 การสังเคราะห์ DOM (2) ด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน [31] โดยมี N, N'-Dicyclohexylcarbodiimide (DCC) เป็น coupling agent

เริ่มจากเตรียมสารละลายผสมระหว่าง malonic acid (4) จำนวน 0.19 กรัม (1.87 มิลลิโมล) และ oleyl alcohol (7) จำนวน 1.00 กรัม (3.73 มิลลิโมล) ในตัวทำละลาย anh. CH_2Cl_2 ปริมาตร 25 มิลลิลิตร กวนสารละลายผสมภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน จากนั้นค่อยๆ หยดสารละลาย DCC 0.81 กรัม (3.93 มิลลิโมล) ที่ละลายด้วย anh. CH_2Cl_2 ปริมาตร 15 มิลลิลิตร โดยจะค่อยๆ เติมน้ำลงในสารละลายผสมอย่างต่อเนื่องเป็นระยะเวลาประมาณ 30 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลงของสารละลายผสมจะเกิดการตกตะกอนสีขาวขุ่นของ 1, 3-Dicyclohexylurea (DCU) ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ร่วมที่เกิดขึ้นระหว่างการเกิดปฏิกิริยา ทำการติดตามการเกิดปฏิกิริยาด้วยเทคนิค TLC ทุกๆ 1 ชั่วโมง เพื่อให้การเกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์มากที่สุดจึงกวนสารละลายผสมเป็นเวลานานถึง 24 ชั่วโมง เมื่อครบตามเวลาที่กำหนดแล้วนำสารละลายผสมนั้นมากรองตะกอนที่เกิดขึ้นออกและล้างตะกอนด้วยตัวทำละลาย CH_2Cl_2 นำสารละลายผสมที่ได้ทั้งหมดไประเหยตัวทำละลาย CH_2Cl_2 ออกด้วยเครื่องกลั่นแบบลดความดันจนหมด จะได้สารที่เป็นของเหลวหนืดสีเหลืองอ่อนเนื่องจากสารที่ได้เมื่อทดสอบด้วยเทคนิค TLC พบว่ายังมีสารตัวอย่างอื่นเกิดขึ้นปะปนอยู่ในสารผลิตภัณฑ์ จึงทำการแยกสารผลิตภัณฑ์ให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิค Column chromatography ที่ใช้เฟสเคลื่อนที่เป็น CH_2Cl_2 100% เก็บชั้นที่เป็นช่วงของสารผลิตภัณฑ์ นำไประเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องกลั่นแบบลดความดันและทำให้แห้งด้วยเครื่องปั๊มสุญญากาศแบบสมรรถนะสูง จะได้สารผลิตภัณฑ์ DOM ที่มีลักษณะเป็นของเหลวหนืดใสปริมาณ 0.91 กรัม คิดเป็นร้อยละ 80 มีค่า $R_f = 0.64$ (100%, CH_2Cl_2); $^1\text{H NMR}$ 400 MHz (CDCl_3) δ : 5.35-5.29 (m, 4H), 4.13 (t, 4H, $J = 8$ Hz), 3.36 (s, 2H), 2.02-1.98 (m, 8H), 1.65-1.60 (m, 4H), 1.29-1.27 (m, 44H), 0.87 (t, 6H, $J = 8$ Hz); $^{13}\text{C NMR}$ (100 MHz, CDCl_3) δ : 166.7, 130.3, 130.1, 130.0, 129.8, 65.7, 35.0, 32.0, 29.8, 29.7, 29.6, 29.5, 29.4, 29.3, 28.5, 27.3, 27.9, 26.0, 22.8, 14.2; FT-IR (KBr) cm^{-1} : 3,004 (C-H stretching, C = C-H), 2,925 (C-H stretching, C-C-H), 1,755 (C = O stretching, ester), 1,738 (C = O stretching, ester)

2. การสังเคราะห์สารเติมแต่งกลุ่มสารประกอบไตรคาร์บอนิล (3) ได้แก่

2.1 การสังเคราะห์ Dicinnamyl 1, 3-acetonedicarboxylate (TCM) (3) โดยผ่านกระบวนการเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่าง 1, 3-acetonedicarboxylic acid (8) และ cinnamyl alcohol (5) ที่ใช้ DCC เป็น coupling reagent (ภาพ 29) [36]



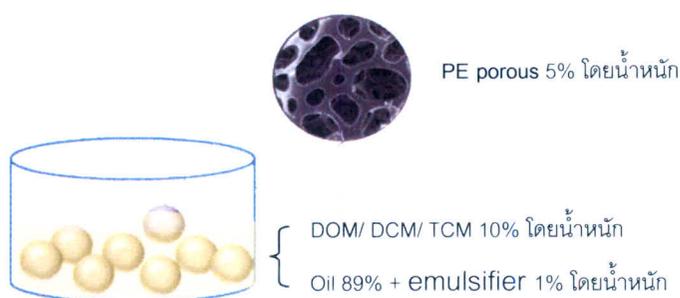
ภาพ 29 การสังเคราะห์ TCM (3) ด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน [2] โดยมี N, N'-Dicyclohexylcarbodiimide (DCC) เป็น coupling agent

การสังเคราะห์ TCM (3) สามารถทำการสังเคราะห์ได้โดยเตรียมสารละลายผสมระหว่าง 1, 3-acetonedicarboxylic acid (8) จำนวน 0.50 กรัม (3.42 มิลลิโมล) และ cinnamyl alcohol (5) จำนวน 0.92 กรัม (6.84 มิลลิโมล) ในตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนที่ปราศจากความชื้น (anh. CH₂Cl₂) ปริมาตร 25 มิลลิลิตร กวนสารละลายผสมภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน จากนั้นเติมสารละลาย DCC 1.48 กรัม (7.18 มิลลิโมล) ที่ละลายอยู่ใน anh.CH₂Cl₂ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร โดยจะค่อยๆ เติมลงไปนในสารละลายผสมอย่างต่อเนื่องเป็นระยะเวลาประมาณ 30 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลงของสารละลายผสมจะเกิดตะกอนสีเหลืองขุ่น กวนสารละลายผสมเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เมื่อครบตามเวลาที่กำหนดแล้วจึงนำสารละลายผสมมารองตะกอนที่เกิดขึ้นและล้างตะกอนด้วย CH₂Cl₂ รวมขึ้นของสารละลายผสมไประเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องกลั่นแบบลดความดันจะได้สารละลายของเหลวหนืดสีน้ำตาล นำมาทำการตกผลึกด้วย Ethanol ที่อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส กรองและล้างผลึกด้วย Ethanol ที่เย็น ครั้งละ 10 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง จะได้ผลึกสีเหลือง 1.07 กรัม คิดเป็นร้อยละ 83 มีค่า R_f = 0.47 (100% CH₂Cl₂); ¹H NMR 400 MHz (CDCl₃) δ: 7.38-7.24 (m, 10H), 6.64 (d, 2H, J = 12 Hz), 6.31-6.22 (m, 2H), 4.77 (d, 4H, J_r = 4 Hz), 3.66 (s, 4H); ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃) δ: 195.1, 171.9, 169.9, 167.6, 166.4, 136.0, 135.9, 135.8, 134.9, 134.6, 134.4, 128.5, 128.2, 128.1, 128.0, 126.6, 122.7, 122.4, 122.1, 92.0, 91.9, 66.0, 65.9, 64.8, 48.9, 48.8, 64.8, 40.9; FT-IR (KBr) cm⁻¹: 3,057 (C-H stretching, C = C-H), 3,029 (C-H stretching, Ar) 2,934 (C-H stretching, C-C-H), 1,755 (C = O stretching, ester), 1,711 (C = O stretching, ester)

การผลิตชิ้นงานเป็นแผ่นฟิล์มพลาสติกต้นแบบโดยมีสารเติมแต่งอินทรีย์ไโคคาร์บอนิล (1-2) และไตรคาร์บอนิล (3)

1. กระบวนการผสมเนื้อพลาสติกกับสารประกอบ DCM (1), DOM (2) และ TCM (3) มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

ขั้นตอนที่ 1 เตรียมสารประกอบ DCM (1), DOM (2) และ TCM (3) ให้อยู่ในลักษณะเป็นของเหลวหนืด โดยจะนำมากกระจายตัวในน้ำมันและสารลดแรงตึงผิว (emulsifier) ลงไปร้อยละ 1 ของสารผสมทั้งหมด แล้วกวนด้วยเครื่องปั่นความเร็วสูง (High speed mixer) จนได้สารที่เป็นเนื้อเดียวกันและมีลักษณะเป็นของเหลวหนืด หลังจากนั้นใช้เม็ด LDPE ชนิดรูปวงรีปริมาณร้อยละ 5 ของน้ำหนักสารผสมทั้งหมด (ภาพ 30) ทำหน้าที่เป็นตัวช่วยดูดซับและหุ้มสาร DCM (1), DOM (2) และ TCM (3) ให้สามารถเติมสารเหล่านี้เข้าไปในเนื้อพลาสติกได้ในปริมาณที่มากขึ้น ปล่อยให้สารผสมที่เตรียมไว้แทรกซึมเข้าไปในช่องว่างภายในรูปวงรีประมาณ 30 นาที จึงได้เม็ด LDPE ที่บรรจุสารแต่ละชนิด ไปผสมกับเม็ดพลาสติก LDPE โดยให้มีอัตราส่วนของสารประกอบอยู่ในพลาสติก 10 % โดยน้ำหนัก (ตาราง 2)

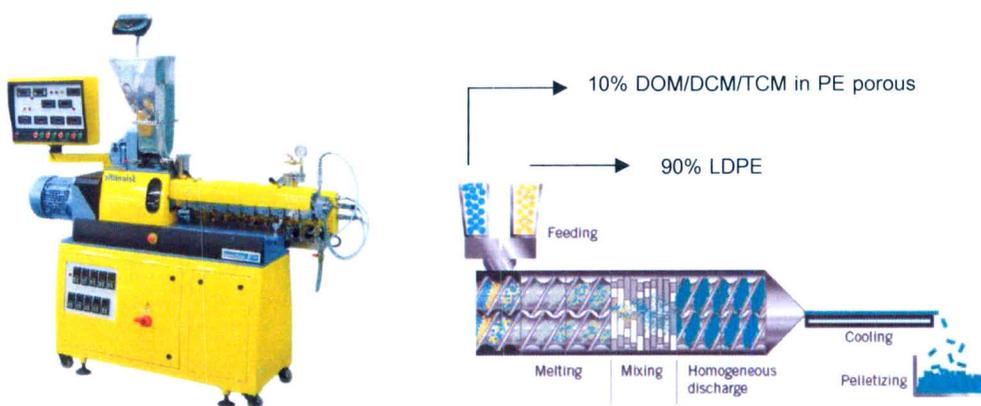


ภาพ 30 การเตรียม PE porous ที่บรรจุสาร DCM (1), DOM (2) หรือ TCM (3)

ตาราง 2 สัดส่วนการผสมเนื้อพลาสติกและสารประกอบ DCM (1), DOM (2) และ TCM (3)

ตัวอย่างที่	วัสดุเชิงประกอบ	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%w/w)			
		LDPE	DOM	DCM	TCM
1	DOM/LDPE	90	10	-	-
2	DCM/LDPE	90	-	10	-
3	TCM/LDPE	90	-	-	10
4	LDPE	100	-	-	-

ขั้นตอนที่ 2 นำ PE porous ที่บรรจุสาร DCM (1), DOM (2) และ TCM (3) จากขั้นตอนที่ 1 กับเนื้อพลาสติก LDPE โดยนำเครื่องผสมของเหลวชนิดผ่านช่องใส่ของเหลว (liquid side feeder) ต่อเข้ากับเครื่องผสม Twin screw extruder (ภาพ 31) ใช้ความเร็วรอบในการเดินสาร 9 รอบต่อนาที และใช้ความเร็วในการผสม 90 รอบต่อนาที อุณหภูมิที่ใช้ในการผสมแต่ละโซน 90, 100, 120, 130, 135, 140, 145 และ 150 °C จากโซนที่ 1-8 ตามลำดับ



ภาพ 31 เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหอนคู่ (Twin screw extruder)

2. กระบวนการขึ้นรูปชิ้นงานตามลักษณะของการนำไปใช้ในการทดสอบ

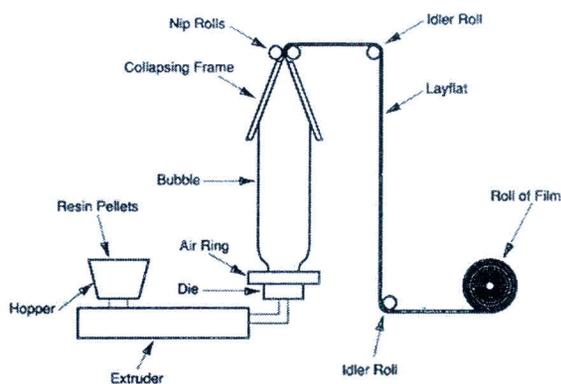
การขึ้นรูปชิ้นงานพลาสติกสำหรับทดสอบพฤติกรรมกลไกของวัสดุ

นำเม็ดพลาสติกที่ผ่านการผสมกับสารประกอบคาร์บอนิล (1-3) จากขั้นตอนที่ 1 มาขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปร้อน (compression molding) ที่อุณหภูมิการขึ้นรูป 150 องศาเซลเซียส

โดยการให้ความร้อนเริ่มต้นเป็นเวลา 5 นาที และอัดด้วยแรงดันแม่พิมพ์ที่ 15,000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เป็นเวลา 5 นาที หลังจากนั้นลดความร้อนลงเป็นเวลา 5 นาที โดยจะได้ชิ้นงานที่เป็นแผ่นพลาสติกที่มีความหนาประมาณ 1 มิลลิเมตร

การเตรียมแผ่นฟิล์มพลาสติกบาง

นำเม็ดพลาสติกที่ผ่านการผสมมาขึ้นรูปเป็นฟิล์มด้วยเครื่องเป่าฟิล์ม (Blown film extruder) (ภาพ 32) บริษัท Thermo Electron corporation รุ่น HAAKE PolyDrive extruder ที่อุณหภูมิในการผสมจากช่องป้อนสาร (Hopper) จนถึงหัวขึ้นรูป (Die) เป็น 100 120 140 และ 150 องศาเซลเซียส ตามลำดับ โดยใช้อัตราเร็วสกรู 60 รอบต่อนาที ปรับความเร็วตัวเก็บฟิล์ม เพื่อให้ได้ฟิล์มที่มีความหนาประมาณ 150 ไมโครเมตร



ภาพ 32 กระบวนการเป่าขึ้นรูปแผ่นฟิล์ม

การศึกษาสมบัติต่างๆ ของสารและวัสดุชนิดแผ่นฟิล์ม

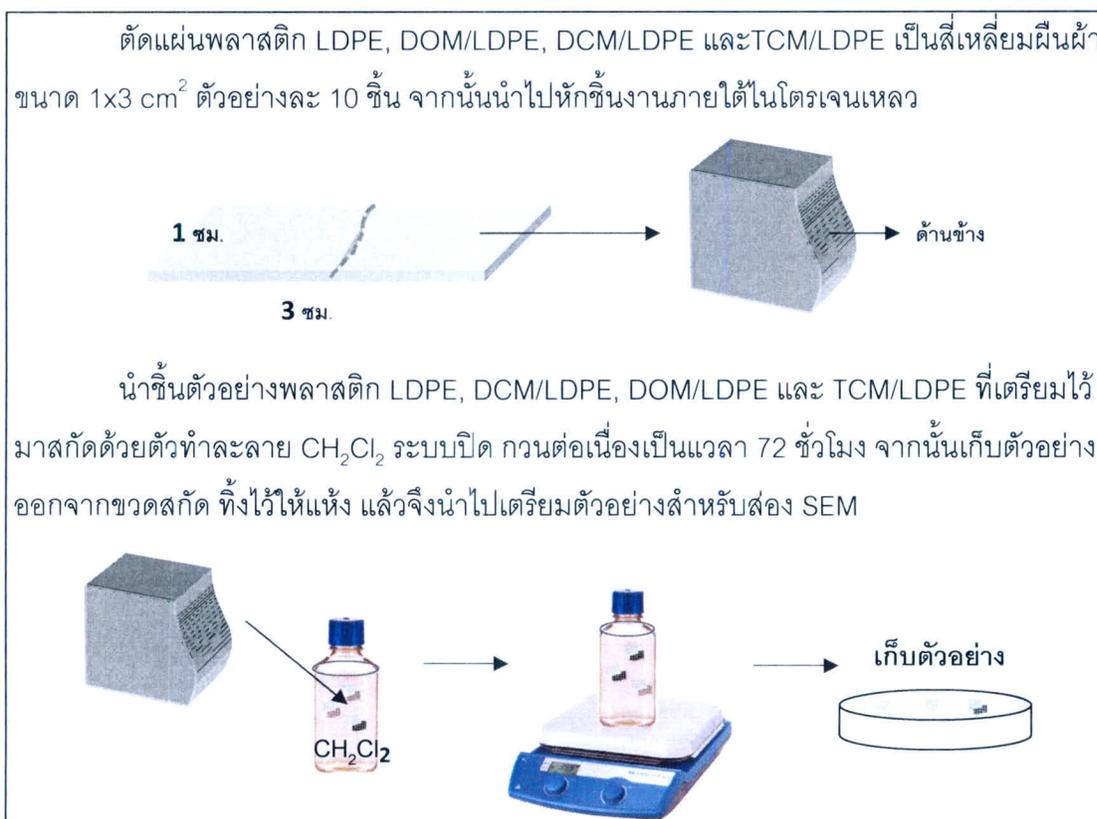
การศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุชนิดแผ่นฟิล์ม

การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลของวัสดุชนิดแผ่นฟิล์ม DOM/LDPE, DCM/LDPE, TCM/LDPE เพื่อบ่งบอกถึงความแข็งแรง ความยืดหยุ่น และความสามารถในการโค้งงอได้ของแผ่นฟิล์มแต่ละชนิด โดยการทดสอบแรงดึง (Tensile test) ของฟิล์มด้วยเครื่องทดสอบแรงดึง Instron instruments รุ่น Instron 5943 การเตรียมตัวอย่างแผ่นฟิล์มก่อนทดสอบจะต้องเลือกแผ่นฟิล์มที่มีผิวเรียบขนาดสม่ำเสมอและตัดแผ่นฟิล์มให้มีขนาด 1x10 ตารางเซนติเมตร โดยตัวอย่างที่ตัดต้องมีขอบเรียบ ไม่มีรอยขาด รอยพับ และวัดความหนาของฟิล์ม 5 ตำแหน่งด้วยเครื่องไมโครมิเตอร์ ที่มีความละเอียด 0.001 มิลลิเมตร และหาความหนาเฉลี่ย จากนั้นนำแผ่นฟิล์มไปหนีบเข้ากับตัวหนีบ (Grip) ทั้งด้านบนด้านล่าง โดยกำหนดให้มี สภาวะการทดสอบดังนี้ ระยะห่างของตัวรองรับตัวอย่าง

(gauge length) 50 มิลลิเมตร ดึงแผ่นฟิล์มด้วย load cell ขนาด 100 นิวตัน แรงดึงเริ่มต้น (preload) 0.0100 นิวตัน ดึงด้วยความเร็ว 50 มิลลิเมตรต่อนาที การทดสอบฟิล์มที่อุณหภูมิ 20.0-25.0 องศาเซลเซียส และร้อยละของความชื้นสัมพัทธ์ (relative humidity, RH) เท่ากับ 40 ผลการทดสอบแรงดึงของฟิล์มที่ได้จะถูกบันทึกเป็นรูปกราฟของเส้นโค้งความเค้น-ความเครียด

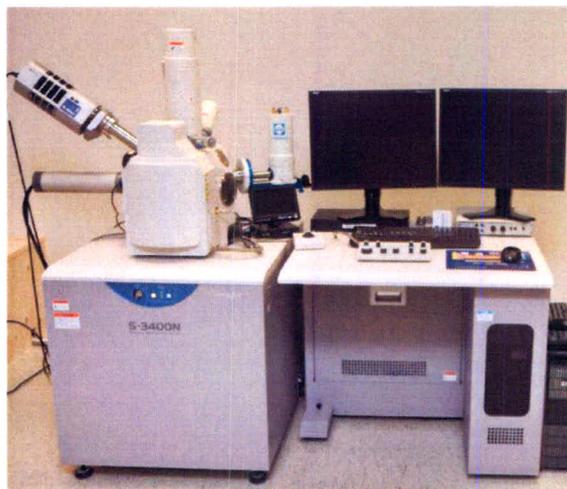
การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของวัสดุชนิดแผ่นฟิล์ม

ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ของบริษัท Hitachi รุ่น S-3400N เพื่อดูลักษณะการกระจายตัวของสารประกอบ DOM, DCM และ TCM ในเนื้อพลาสติก LDPE โดยทดสอบผิวหน้าผิวด้านในของชิ้นงาน DOM/LDPE, DCM/LDPE และ TCM/LDPE ด้วยวิธีการสกัดสารประกอบ DOM, DCM และ TCM ออกจากแผ่นพลาสติกด้วยตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน มีขั้นตอนการเตรียมชิ้นงาน (ภาพ 33) ดังต่อไปนี้



ภาพ 33 ขั้นตอนการสกัดสารประกอบ DOM (1), DCM (2) และ TCM (3) ออกจากแผ่นฟิล์ม LDPE

หลังจากนั้นนำชิ้นงานตัวอย่างไปเคลือบทองด้วยเครื่อง Sputter coater 108 เป็นเวลา 120 วินาที จึงนำชิ้นงานตัวอย่างทดสอบ SEM ภายในสุญญากาศ (ภาพ 34)



ภาพ 34 เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

การศึกษาสมบัติเชิงความร้อน

1. Thermogravimetric Analysis (TGA) ใช้ในการทดสอบสมบัติเชิงความร้อนและพฤติกรรมการสลายตัวของสารประกอบ DOM, DCM, TCM ในวัสดุเชิงประกอบ DOM/LDPE, DCM/LDPE, TCM/LDPE ในช่วงอุณหภูมิ 25 ถึง 800 องศาเซลเซียส อัตราเร็วการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

2. Differential Scanning Calorimetry (DSC) เพื่อวิเคราะห์ทดสอบวัสดุโดยการวัดค่าพลังงานความร้อนและอุณหภูมิของสาร DOM, DCM, TCM และวัสดุเชิงประกอบ DOM/LDPE, DCM/LDPE, TCM/LDPE เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ หรือการเปลี่ยนแปลงทางเคมี เช่น การหลอมเหลว การเปลี่ยนสถานะ การเปลี่ยนรูปผลึก การเกิดปฏิกิริยาเคมี ในช่วงอุณหภูมิ 0 ถึง 180 องศาเซลเซียส อัตราเร็วการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

การศึกษาพฤติกรรมการไหลของพอลิเมอร์

โดยทำการเตรียมแผ่นพลาสติก DCM/LDPE และ TCM/LDPE เป็นวงกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร และหนา 1 มิลลิเมตร เพื่อใช้สำหรับการศึกษาพฤติกรรมการไหลด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบแผ่นขนาน (Parallel plate rheometer) (รุ่น Gemini 200HR Nano rheometer, Malvem-Bohlin instrument) ด้วยเทคนิค Frequency sweep ในช่วงความถี่ 0.1-333 รอบต่อวินาที

ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส และค่าความเครียด (strain) ร้อยละ 1 พฤติกรรมการไหลของพอลิเมอร์ ในแต่ละชั้นงาน DCM/LDPE และ TCM/LDPE ถูกศึกษาผ่านค่ามอดุลัสสะสม (Storage modulus, G'), ค่ามอดุลัสสูญเสีย (Loss modulus, G'') และค่าความหนืดเชิงซ้อน (complex viscosity, η^*)

การศึกษาประสิทธิภาพการป้องกันรังสีของแผ่นฟิล์ม

นำแผ่นฟิล์มเชิงประกอบที่ผ่านการเตรียมด้วยเครื่องเป่าฟิล์มให้มีความหนา 150 ไมโครเมตร นำมาตรวจทดสอบบัติการผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV/Vis/NIR spectrophotometer) บริษัท PerkinElmer รุ่น Lambda 950 (ภาพ 35) โดยทดสอบในช่วงของรังสี UV และอินฟราเรดแบบใกล้ที่ความยาวคลื่น 200–2500 นาโนเมตร ทำการสแกนความยาวคลื่น (Interval scan) 10 นาโนเมตรต่อครั้ง จำนวน 5 ซ้ำต่อตัวอย่าง โดยทำการศึกษาการผ่านแสง (Transmission) การดูดกลืนแสง (Absorption) และการสะท้อนแสง (Reflection) ของแผ่นฟิล์ม LDPE, DOM/LDPE, DCM/LDPE และ TCM/LDPE



ภาพ 35 เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV/Vis/NIR spectrophotometer)