บทที่ 4 ผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผล

4.1 การสังเคราะห์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์

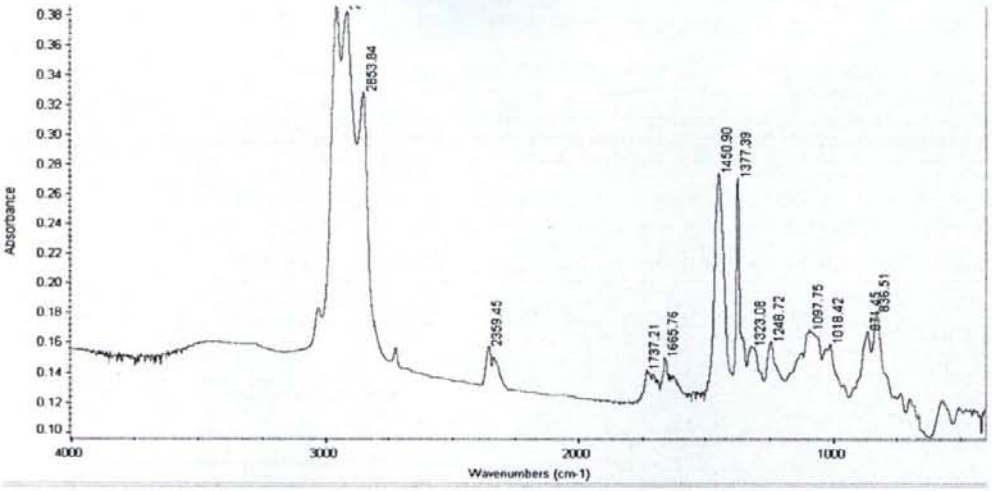
4.1.1 ผลการวิเคราะห์หาค่าปริมาณการเกิดหมู่อีพอกไซด์ในน้ำยางเข้มข้นแอมโมเนียสูง

ตารางที่ 4-1 แสดงผลการทดสอบหาปริมาณการเกิดอีพอกไซด์โดยการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์กับกรดฟอร์มิก และเวลาการสังเคราะห์ ที่กรดฟอร์มิก 30% ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 70%

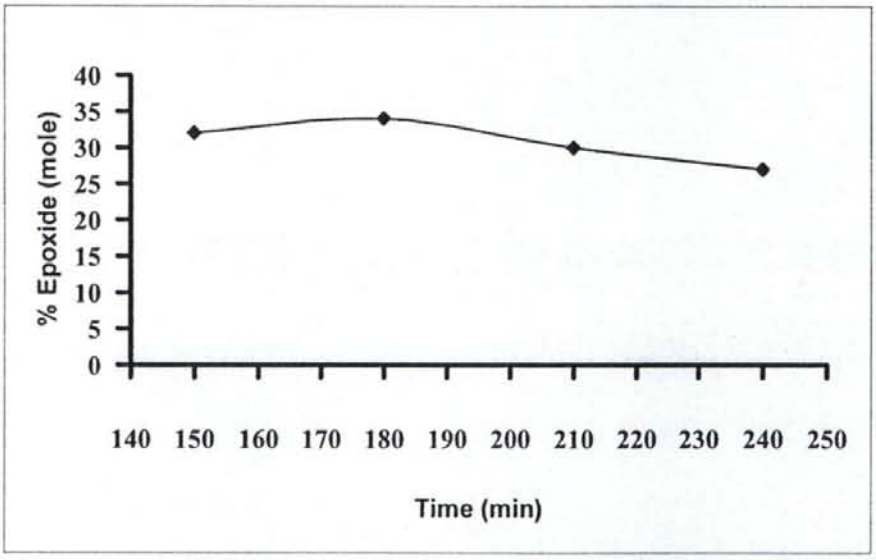
ตัวอย่าง	เวลาการสังเคราะห์ (นาที)	ความสูงของ Peak C = C (836 cm^{-1})	ความสูงของ Peak C-O-C (871cm^{-1})	Absorbance ratio	% epoxide (mole %)
ENR1	60	-	-	-	-
ENR2	150	0.045	0.058	0.52	32
ENR3	180	0.072	0.092	0.52	34
ENR4	210	0.059	0.062	0.50	30
ENR5	240	0.082	0.061	0.47	27

การวิเคราะห์กราฟการสังเคราะห์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ FT-IR จากรูปสามารถคำนวณหาเปอร์เซ็นต์อีพอกไซด์ได้จากสมการ

$$\text{Absorbance ratio} = \frac{\log A_{871}}{\log A_{871} + \log A_{836}}$$



รูปที่ 4-1 แสดงกราฟการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงผลของการสังเคราะห์ยาง ENR32 เพื่อทดสอบหมู่อีพอกไซด์



รูปที่ 4-2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับปริมาณอีพอกไซด์ที่อัตราส่วนต่างๆและเวลาที่เปลี่ยนแปลง

4.1.2 ผลการวิเคราะห์ตาราง และกราฟการสังเคราะห์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ด้วยเครื่อง FT-IR

ซึ่งแสดงค่าความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับเปอร์เซ็นต์อีพอกไซด์ที่กรดฟอร์มิก30% และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์70% จากกราฟจะแสดงให้เห็นว่า เมื่อเวลาเพิ่มขึ้นเปอร์เซ็นต์ของหมู่อีพอกไซด์ก็มีแนวโน้มจะเพิ่มขึ้นแปรผันตามเวลาด้วย เพราะว่าเมื่อให้เวลาในการสังเคราะห์มากขึ้น เวลาในการทำปฏิกิริยาก็มีมากขึ้น ทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างสารเคมีเป็นไปอย่างสมบูรณ์ขึ้น ทำให้เปอร์เซนต์อิพอก

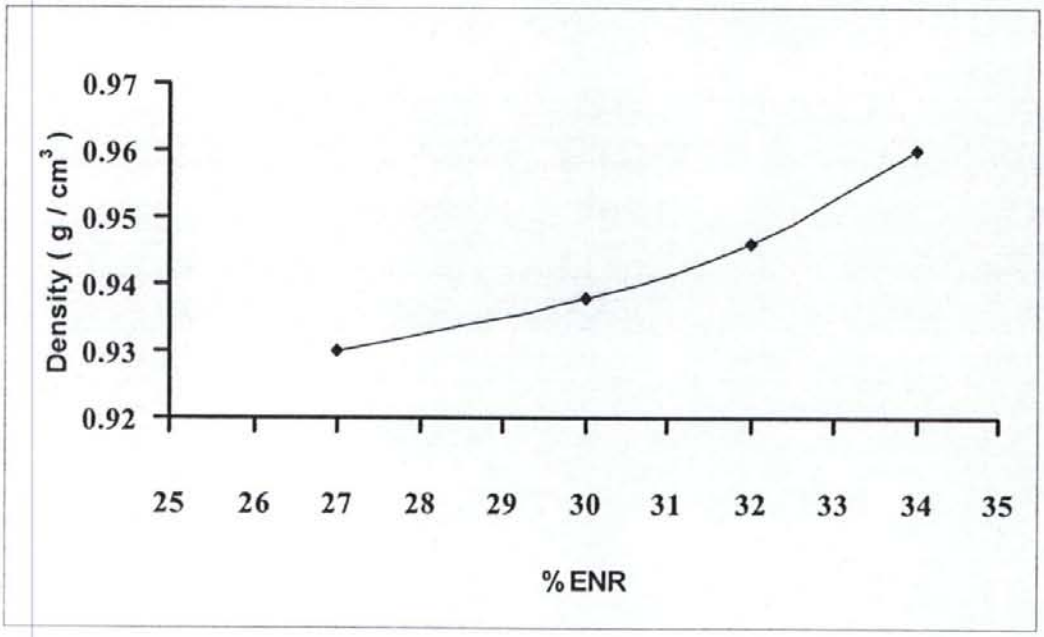
ไซด์มีมากขึ้นตามเวลาไปด้วย และจะเห็นได้ว่าที่เวลา 180 นาที จะเกิดเปอร์เซนต์อีพอกไซด์มากที่สุด คือ 34 % แต่เมื่อให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยามากขึ้นทำให้เปอร์เซนต์อิพอกไซด์ลดลง โดยในงานวิจัยนี้จะเลือกยางอิพอกไซด์ 32 % ในการเตรียมการกาว

4.2 ผลการทดสอบหาค่าความหนาแน่นของยาง ENR

4.2.1 การทดสอบหาค่าความหนาแน่นของยาง ENR โดยวิธีการชั่งน้ำ ชั่งอากาศ

ตารางที่ 4-2 แสดงผลการทดสอบหาค่าความหนาแน่นของยาง ENR

ตัวอย่าง	%อีพอกไซด์ (mole%)	ความหนาแน่นของ ENR (g/cm^3)
ENR1	-	0.920
ENR2	32	0.946
ENR3	34	0.960
ENR4	30	0.938
ENR5	27	0.930



รูปที่ 4-3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกับปริมาณอีพอกไซด์กับความหนาแน่น

4.2.2 ผลการวิเคราะห์ตารางและกราฟการหาค่าความหนาแน่นของยางธรรมชาติอีพอกไซด์

จากตารางที่ 4.2 และกราฟที่ 4.3 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกับเปอร์เซนต์อีพอกไซด์ สามารถอธิบายได้ว่าเมื่อเปอร์เซ็นต์ของอีพอกไซด์ในยางเพิ่มขึ้น ความหนาแน่นก็มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามไปด้วย ซึ่งดูจากค่าและความสัมพันธ์ในตาราง ยางที่มีเปอร์เซนต์อีพอกไซด์ 32% ความหนาแน่นเท่ากับ 0.946 g/cm^3เปอร์เซนต์อีพอกไซด์ 34% ความหนาแน่นเท่ากับ 0.960 g/cm^3 เปอร์เซนต์อิพอกไซด์ 30% ความหนาแน่นเท่ากับ 0.938 g/cm^3เปอร์เซนต์อีพอกไซด์ 27% ความหนาแน่นเท่ากับ 0.930 g/cm^3 ตามลำดับ ซึ่งค่าความหนาแน่นจะแปรผันตรงกับเปอร์เซนต์อีพอกไซด์ และสามารถยืนยันได้จากโครงสร้างของกราฟ FT-IR ที่วิเคราะห์ได้

4.3 การเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ขนาด Batch (500กรัม)

4.3.1 ขั้นตอนการเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์

1. เตรียมน้ำยางธรรมชาติ DRC 15 % w/v 121 g เลือกใช้ flask ก้นกลม ขนาด 5000 ml เตรียมโดยใช้น้ำยางข้นชนิดแอมโมเนียสูง (HANR) DRC 62 % w/v

2. ชั่ง Emulvin w 10 % มา 25 กรัมผสมน้ำกับ Emulvin และยางและนำไปคนให้เข้ากัน ประมาณ 30- 60 นาที

3. เท NR Latex ที่ผสมกันแล้วใส่ใน Flask 5000 ml และนำ Flask แช่ในอ่างน้ำ

4. ปล่อยกรดฟอร์มิก 56.25 ml ลงใน Flask ที่มี NR Latex อยู่ทีละน้อยอย่างช้า ๆแล้วใส่แมกเนติก สเตียเรอ คนปั่นให้เข้ากัน

5. ปล่อยไฮโดรเจนปอร์ออกไซด์ 131.25 ml ลงใน Flask ทีละน้อยอย่างช้า ๆและปั่นให้เข้ากัน

6. เมื่อปล่อยกรดฟอร์มิก และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เรียบร้อยแล้วทำการให้อุณหภูมิ Flask ในการทำปฏิกิริยา ประมาณ 40-50 องศาเซลเซียส

7. ทำการปั่นเป็นเวลา 180 นาที แล้วจึงเก็บตัวอย่าง

8. ทำการปรับค่า pH ให้ได้ 7 โดยใช้แอมโมเนีย (NH_4)

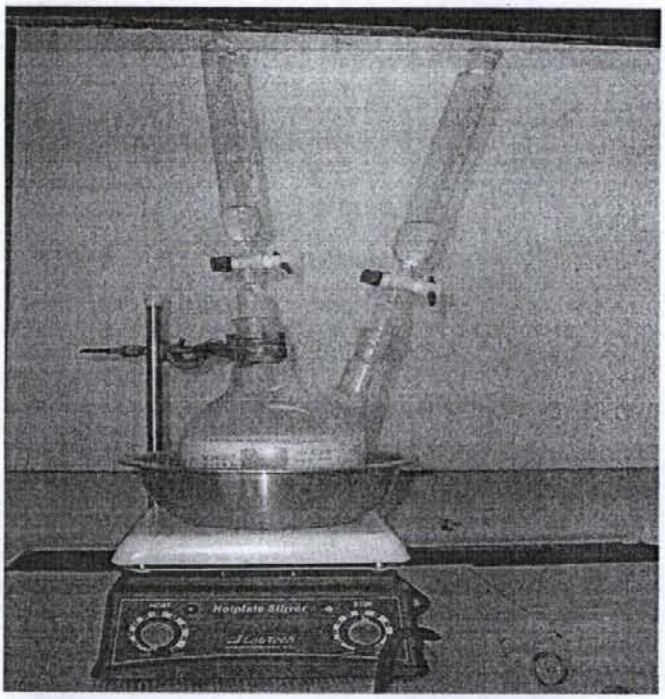
9. ทำการตกตะกอนยางเพื่อให้น้ำยางจับตัวโดยใช้เมทธานอลในการตกตะกอน

10. นำยางที่ได้มาล้างด้วยน้ำสะอาดและทำให้ยางเป็นแผ่นเล็ก ๆ

11.นำยางที่เป็นแผ่นเล็ก ๆไปอบที่อุณหภูมิ 40-50 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 4-3 แสดงอัตราส่วนในการสังเคราะห์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์

ตัวอย่าง	% DRC	น้ำยาง (g)	กรดฟอร์มิก (ml)	ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (ml)	Emulvin (g)	น้ำ (ml)	เวลาในการสังเคราะห์ (นาที)
ENR	15	121	56.25	131.25	25	379	180

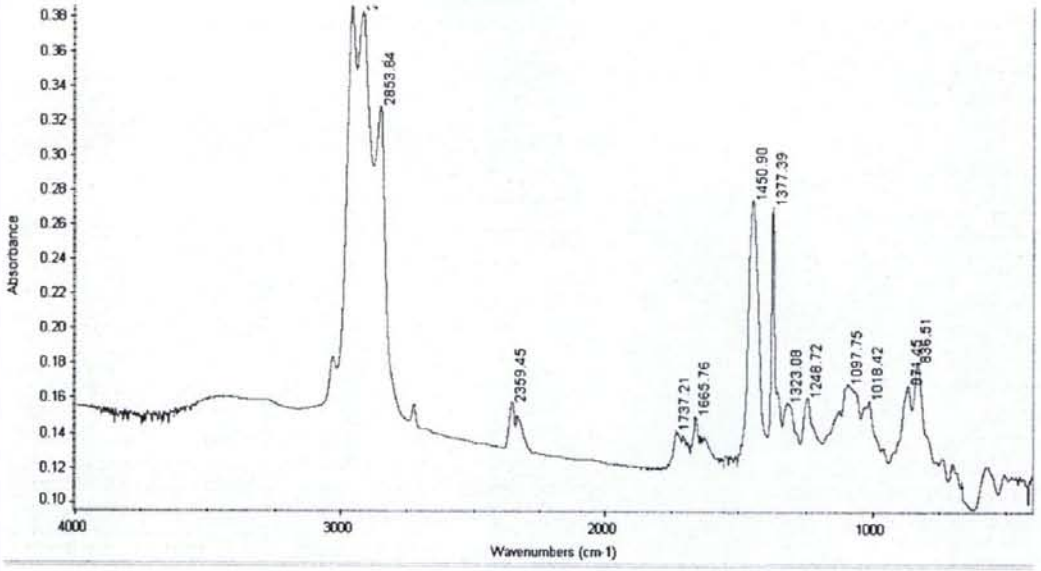


รูปที่ 4-4 แสดงการสังเคราะห์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ และการตั้งอุปกรณ์ในการสังเคราะห์

4.3.2 ผลการสังเคราะห์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ที่เปอร์เซ็นต์โมล 32 เปอร์เซ็นต์ (ENR 32)

ตารางที่ 4-4 แสดงค่าผลการสังเคราะห์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่เปอร์เซ็นต์โมล 32 (ENR 32)

ตัวอย่าง	เปอร์เซ็นต์อิพอกไซด์ (mold %)	ความหนาแน่น (g/cm^3)
ENR	32	0.946



รูปที่ 4-5 แสดงกราฟการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงผลของการสังเคราะห์ยาง ENR 32เพื่อตรวจสอบหมู่อีพอกไซด์

4.3.3 การวิเคราะห์ผลการสังเคราะห์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่เปอร์เซ็นต์โมล 32 เปอร์เซ็นต์

จากรูปที่ 4.6 และตารางที่ 4.3 แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ยาง ENR 32 มีค่าความหนาแน่นเป็น 0.946 g/cm^3 ซึ่งเป็นตัวเลือกใช้ในงานวิจัย เพื่อเตรียมคอมเปาว์กับสารตัวเติมต่อไปในสูตรการทำกาว

4.4 ผลการเปรียบเทียบเวลาที่ใช้ในการผสมเป็นเนื้อเดียวกันระหว่าง NR Compound กับตัวทำละลาย (Sovent) ชนิดต่างๆ กัน

ตารางที่ 4-5 แสดงเวลาที่ใช้ในการผสม HANR Compound

ชนิดของกาว	เวลาที่ใช้ในการผสม (นาที)
HANR Compound (โทลูอีน)	40
HANR Compound (เบนซีน)	45
HANR Compound (คลอโรฟอร์ม)	120

ตารางที่ 4-6 แสดงเวลาที่ใช้ในการผสม ENR Compound

ชนิดของกาว	เวลาที่ใช้ในการผสม (นาที)
ENR Compound (โทลูอีน)	55
ENR Compound (เบนซีน)	60
ENR Compound (คลอโรฟอร์ม)	150

จากตารางที่ 4-5 แสดงให้เห็นว่าสูตรทั้ง 3 สูตรมีเวลาที่ใช้ในการผสมเป็นเนื้อเดียวกันต่างกัน จะเห็นได้ว่าการละลายของยางคอมเปาว์ในตัวทำละลายโทลูอีน ใช้เวลาในการผสมน้อยที่สุด รองลงมาเป็นเบนซีน และคลอโรฟอร์มใช้เวลาในการผสมมากสุด ซึ่งเวลาที่ใช้ในการผสมเป็นเนื้อเดียวกันระหว่าง HANR Compound กับตัวทำละลาย จะสามารถอธิบายได้จากค่า Solubility ถ้ามีค่า Solubility ใกล้เคียงกัน จะสามารถทำละลายได้ดี โดยที่โทลูอีนมีค่า Solubility 8.9 เบนซีนมีค่า Solubility 9.2 และคลอโรฟอร์มมีค่า Solubility 9.3 ส่วน NR นั้นจะมีค่า Solubility 8.25 ตามหลักแล้วตัวทำละลายที่เหมาะสมควรมีค่าอยู่ที่ $\pm$ 1.8

จะเห็นได้ว่าค่า Solubility ของเบนซีนและคลอโรฟอร์มมีค่าใกล้เคียงกัน แต่ใช้เวลาในการผสมต่างกันมาก เนื่องจากคลอโรฟอร์มมีความเป็นขั้วสูงถึง 4.8 ซึ่งมากกว่าเบนซีนที่มีความเป็นขั้วที่ 2.3 จึงทำให้เวลาในการผสมนานกว่าเบนซีน

จากตารางที่ 4-6 แสดงให้เห็นถึงเวลาที่ใช้ในการละลายของยางอีพอกไซด์ที่มีหมู่อีพอกไซด์ 32 mol% นั้นมีการละลายในตัวทำละลายยากกว่า เนื่องจากหมู่อีพอกไซด์ทำให้ยางชนิดนี้เกิดการเชื่อมโยงกันทางพันธะเคมี และพบว่าตัวทำละลายที่ดีที่สุดคือโทลูอีน เช่นเดียวกับ HANR Compound

4.5 ผลการคำนวณหาปริมาณเนื้อกาว

ตารางที่ 4-7 แสดงเปอร์เซ็นต์เนื้อกาวใน NR Compound

ชนิดของกาว	เปอร์เซ็นต์เนื้อกาว
HANR Compound (โทลูอีน)	53.20
HANR Compound (เบนซีน)	51.79
HANR Compound (คลอโรฟอร์ม)	49.60
กาวยางสังเคราะห์ชนิดพิเศษ	80.83
กาวลาเท็กซ์	77.87
ENR Compound (โทลูอีน)	40.10
ENR Compound (เบนซีน)	38.65
ENR Compound (คลอโรฟอร์ม)	35.89

จากตารางที่ 4-7 แสดงให้เห็นว่ามีกาวที่เตรียมจากยาง HANR Compound ในตัวทำละลายโทลูอีน เบนซีน และคลอโรฟอร์ม มีเปอร์เซ็นต์เนื้อกาวที่ใกล้เคียงกัน คือ HANR Compound (โทลูอีน) มีเปอร์เซ็นต์เนื้อกาว 53.20 รองลงมาคือ HANR Compound (เบนซีน) มีเปอร์เซ็นต์เนื้อกาว 51.79 และ HANR Compound (คลอโรฟอร์ม) มีเปอร์เซ็นต์เนื้อกาว 49.60 ส่วนกาวอีก 2 ชนิด ที่นำมาเปรียบเทียบพบว่ามีเปอร์เซ็นต์เนื้อกว่าที่สูงกว่า คือ กาวยางสังเคราะห์ชนิดพิเศษมีเปอร์เซ็นต์เนื้อกาว 80.83 และกาวลาเท็กซ์มีเปอร์เซ็นต์ 77.87 เนื่องจากมีส่วนผสมของกาวที่แตกต่างกัน ส่วนกาวที่เตรียมจากยาง ENR compound นั้นมีเปอร์เซ็นต์เนื้อกาวน้อยกว่าแบบอื่น ทั้งนี้เนื่องมาจากการเจลของส่วนอีพอกไซด์ทำให้การละลายในตัวทำละลายไม่ดี ส่งผลให้ปริมาณเนื้อกาวต่ำ การหาปริมาณเนื้อกาวสามารถคำนวณได้จากสูตรต่อไปนี้ โดยอบเพื่อหาเปอร์เซ็นต์เนื้อกาว ควรตรวจสอบกาวที่อบทุกๆ 2 ชั่วโมง เพื่อดูว่ากาวที่อบนั้นแห้งดีหรือไม่

$$\text{เนื้อกาว ร้อยละ} = \frac{\text{น้ำหนักของตัวอย่างหลังอบ}}{\text{น้ำหนักของตัวอย่างก่อนอบ}} \times 100$$

4.6 ผลการทดสอบหาค่าความหนืด (Viscosity Testing)

ตารางที่ 4-8 แสดงค่าความหนืด

ชนิดของกาว	Viscosity (MPas)
HANR Compound (โทลูอีน)	571
HANR Compound (เบนซีน)	3292
HANR Compound (คลอโรฟอร์ม)	4192
กาวยางสังเคราะห์ชนิดพิเศษ	451
กาวลาเท็กซ์	1009
ENR Compound (โทลูอีน)	380
ENR Compound (เบนซีน)	2532
ENR Compound (คลอโรฟอร์ม)	2145

ตารางที่ 4-8 แสดงถึงค่าความหนืดของสารละลายกาว จากการศึกษาการหาค่าความหนืดของกาวทั้ง 6 สูตร พบว่า ความหนืดจะมีค่าสูงหรือต่ำนั้น ขึ้นอยู่กับจุดเดือดของตัวทำละลายของแต่ละชนิด คือ จุดเดือดต่ำจะมีค่าความหนืดสูง และจุดเดือดสูงจะมีค่าความหนืดต่ำ เนื่องจากมีการระเหยที่ต่างกันของตัวละลายทั้ง 3 ชนิดคือ โทลูอีนมีจุดเดือด ที่ 110.6 องศาเซลเซียส เบนซีน 80.1 องศาเซลเซียส และคลอโรฟอร์ม 61-62 องศาเซลเซียส ทำให้คลอโรฟอร์มมีความหนืดสูงสุด รองลงมาคือเบนซีน และโทลูอีน

4.7 ผลการทดสอบการดึงลอก (Peel Test)

ตารางที่ 4-9 แสดงค่าเฉลี่ยของแรงที่ใช้ในการดึงลอก

ชนิดของกาว	แรงที่ใช้ในการดึงลอก (นิวตันต่อ 25 เซนติเมตร)	
	ไม่แช่น้ำ	แช่น้ำ
HANR Compound (โทลูอีน)	3.96	3.48
HANR Compound (เบนซีน)	4.1	5.61
HANR Compound (คลอโรฟอร์ม)	4.43	5.42
กาวยางสังเคราะห์ชนิดพิเศษ	15.19	11.53
กาวลาเท็กซ์	7.45	-
ENR Compound (โทลูอีน)	10.51	9.89
ENR Compound (เบนซีน)	13.20	12.68
ENR Compound (คลอโรฟอร์ม)	14.52	13.41

* หมายเหตุ กาวลาเท็กซ์ที่แช่น้ำไม่สามารถหาค่าได้ เนื่องจากกาวลาเท็กซ์ละลายน้ำ

จากตารางที่ 4-9 จะเห็นได้ว่า แรงที่ใช้ในการดึงลอกของกาว HANR Compound (โทลูอีน) มีค่าน้อยที่สุดคือ 3.96 นิวตัน ส่วนกาว HANR Compound (เบนซีน) และ HANR Compound (คลอโรฟอร์ม) นั้นค่าแรงที่ใช้ในการดึงลอกใกล้เคียงกันคือ 4.1 และ 4.43 นิวตัน ตามลำดับ และเมื่อทำการทดสอบการดึงลอกของกาวที่เตรียมจาก ENR Compound นั้น พบว่ามีค่าการดึงลอกสูงกว่ากาวที่ทำจากยางธรรมชาติโดยไม่ได้มีการปรับปรุงโครงสร้างทางเคมี คือ ENR Compound (โทลูอีน) มีค่า 10.51 นิวตัน ส่วนกาว ENR Compound (เบนซีน) และ ENR Compound (คลอโรฟอร์ม) นั้นค่าแรงที่ใช้ในการดึงลอกใกล้เคียงกันคือ 13.20 และ 14.52 นิวตัน ตามลำดับ และเมื่อนำมาเปรียบเทียบกับกาวยางสังเคราะห์ชนิดพิเศษและกาวลาเท็กซ์ พบว่าแรงที่ใช้ในการดึงลอกใกล้เคียงกับกาวที่เตรียมจาก ENR compound คือ 15.19 และ 7.45 ตามลำดับ

ส่วนผลการทดสอบชิ้นงานที่นำไปแช่น้ำของกาวทั้ง 6 สูตร และกาวยางสังเคราะห์ชนิดพิเศษ พบว่ามีค่าที่ใช้ในการดึงลอกใกล้เคียงกับชิ้นงานปกติที่ไม่ได้แช่น้ำ ยกเว้นกาวลาเท็กซ์ เพราะกาวลาเท็กซ์ละลายในน้ำได้ จึงหาค่าการดึงลอกไม่ได้ ซึ่งกาวยางที่ดีควรจะไม่มีผลกับน้ำ

4.8 วิเคราะห์ผลการทดลองที่ได้จากเครื่อง FTIR

จากผลของการทดสอบ FTIR พบว่า เมื่อทากาวทิ้งไว้เป็นเวลา 1 วัน แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR ไม่พบหมู่ของตัวทำละลายและหมู่ของกรดฟอร์มิก อยู่ในกาวทั้ง 6 สูตร โดยที่สูตรที่ละลายในโทลูอีน เบนซีน และคลอโรฟอร์ม จะไม่พบพีคของหมู่ที่เป็น C=C หมู่ –CH3-ในโทลูอีนและเบนซีน และ C-Cl ในคลอโรฟอร์ม แสดงว่ากาวทั้ง 6 สูตรที่เตรียมจากยางธรรมชาติมีการระเหยของตัวทำละลายหมดไปเมื่อทากาวให้เกิดการยึดติดและทิ้งไว้เป็นเวลา 1 วัน

และเมื่อนำกาวลาเท็กซ์ และกาวยางสังเคราะห์ชนิดพิเศษ มาทดสอบด้วยเครื่อง FTIR พบว่ากาวลาเท็กซ์พบหมู่ของตัวทำละลาย (-OH) ซึ่งเป็นหมู่มีขั้วรวมอยู่ด้วย ส่วนกาวยางสังเคราะห์ชนิดพิเศษพบหมู่ของสารฟีนอล ซึ่งคาดว่าเป็นเรซินผลิตจากฟีนอลชนิดหนึ่งที่ใช้ในอุตสาหกรรมกาวยางที่ทำให้ยางติดกัน