ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
245551

รายงานฉบับสมบูรณ์

โครงการ การผลิตวัสดุ Semi-IPN ของยางธรรมชาติและไคโตซาน

โดย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ไชยวัฒน์ รักสกุลพิวัฒน์และคณะ

ตุลาคม 2552

250995

ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
245551

รายงานฉบับสมบูรณ์

โครงการ การผลิตวัสดุ Semi-IPN ของยางธรรมชาติและไคโตซาน

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

โดย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ไชยวัฒน์ รักสกุลพิวัฒน์และคณะ

ตุลาคม 2552

สัญญาเลขที่ RDG5050105

ร่างรายงานฉบับสมบูรณ์

โครงการ การผลิตวัสดุ Semi-IPN ของยางธรรมชาติและไคโตซาน

คณะผู้วิจัย

1. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ไชยวัฒน์ รักสกุลพิวัฒน์
2. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สิทธิพงษ์ อำนวยพานิชย์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น

ชุดโครงการวิจัยขนาดกลางเรื่องยางพารา (Medium Projects on Rubber, MPR)

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

สรุปย่อรายงานสำหรับผู้บริหาร (Executive Summary)

ชื่อโครงการ	**การเตรียมวัสดุ Semi-IPN ของยางธรรมชาติและไคโตซาน** **Preparation Semi-interpenetrating polymer network of modified natural rubber and chitosan**
หัวหน้าโครงการ	ผศ.ดร.ไชยวัฒน์ รักสกุลพิวัฒน์ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น 123 ถนนมิตรภาพ อำเภอเมือง จังหวัดขอนแก่น 40002 โทรศัพท์ (043) 202-222-35 ต่อ 12243 โทรสาร (043) 202-373 E-mail : charuk@kku.ac.th
งบประมาณทั้งโครงการ	350,000 บาท
ระยะเวลาดำเนินการ	18 เดือน ตั้งแต่ 1 กันยายน 2550 ถึง 29 กุมภาพันธ์ 2552

ความสำคัญ

ปัจจุบันมีการนำยางธรรมชาติมาใช้ประโยชน์อย่างแพร่หลาย เพราะยางธรรมชาติมีความยืดหยุ่นสูง มีความต้านทานต่อแรงดึงสูง แต่ก็ข้อเสียคือ ต้านทานต่อสภาพอากาศต่ำ ไม่ทนต่อตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน ไคโตซานเป็นสารที่มีอยู่ในธรรมชาติซึ่งสามารถเตรียมได้จากไคติน สามารถการเข้ากันได้ดีกับสิ่งมีชีวิต ย่อยสลายโดยทางชีวภาพ และสามารถป้องกันเชื้อราหรือแบคทีเรียได้ การนำวัสดุทั้งสองชนิดมาผสมกันแบบ Semi-IPN จะทำให้ได้วัสดุชนิดใหม่ที่มีสมบัติเด่นของวัสดุทั้งสองคือ สามารถยืดหยุ่นได้ดี แข็งแรง มีการเกิดความร้อนได้ต่ำ และกันเชื้อราได้ ซึ่งสามารถนำไปผลิตท่อที่กันเชื้อราได้ กาวที่ยึดติดพื้นผิว แผ่นฟิล์มบำบัดน้ำเสีย ถุงมือยาง เป็นต้น

วัตถุประสงค์

1. เพื่อสังเคราะห์กราฟต์โคพอลิเมอร์ของยางธรรมชาติและไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลต
2. เพื่อเตรียมพอลิเมอร์ผสมแบบ Semi-IPN กราฟต์โคพอลิเมอร์ของยางธรรมชาติกับไคโตซาน
3. เพื่อศึกษาสมบัติเชิงความร้อน เชิงกล ความสามารถของการขึ้นรูป และสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสม

ผลการดำเนินงาน

1. สังเคราะห์กราฟต์โคพอลิเมอร์ระหว่างยางธรรมชาติและไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลตโดยวิธีการอิมัลชัน ซึ่งแสดงร้อยละประสิทธิภาพการกราฟต์สูงสุดเท่ากับ 73.56 ที่อุณหภูมิ 40 °C ปริมาณมอนอเมอร์ 20% โดยโมลของยาง เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง

2. เตรียมไคโตซานที่มีการเชื่อมขวางโมเลกุลโดยใช้กลูตารัลดีไฮด์ (GA) เป็นสารเชื่อมขวาง พบว่าที่อุณหภูมิ 50 °C และกลูตารัลดีไฮด์ 20% โดยโมลของไคโตซาน เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง เกิดการเชื่อมขวางโมเลกุลของไคโตซานสูงสุด

3. เตรียมวัสดุ Semi-IPN ได้โดยการผสมยางธรรมชาติดัดแปลงที่กราฟต์ด้วยไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลต (20% โดยโมลของยาง) กับไคโตซานที่มีการเชื่อมขวางโมเลกุลด้วยกลูตารัลดีไฮด์ (GA) ที่อุณหภูมิ 50 °C เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง แล้วเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนผสมระหว่างยางธรรมชาติที่ดัดแปลงกับไคโตซานและปริมาณสารเชื่อมขวางโมเลกุลที่อัตราส่วนต่างๆ 2.5 : 1 (GA 20%), 5 :1(GA 20%), 7.5 :1(GA 20%), 10 : 1(GA 10, 20 และ 30%)

4. ศึกษาสมบัติเชิงความร้อนของวัสดุ Semi-IPN ด้วยเทคนิค TG/DTG พบว่าอัตราการลดลงของน้ำหนักสูงสุดเพิ่มขึ้น (379-383 °C) เมื่อเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติ (373 °C) และจากเทคนิค DSC แสดงค่าอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน (T_g) เฉพาะยางธรรมชาติที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ -61 °C

5. ทดสอบความสามารถในการขึ้นรูป พบว่าวัสดุ Semi-IPN ใช้ระยะเวลาคงรูปที่เหมาะสม (t_c90) ประมาณ 2.1-3.1 วินาที ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับยางธรรมชาติซึ่งใช้เวลา 2.4 วินาที ที่อุณหภูมิ 150 °C

6. สมบัติเชิงกลของวัสดุ Semi-IPN ที่อัตราส่วน 7.5 :1(GA 20%), 10 : 1(GA 10, 20 และ 30%) แสดงค่าความต้านทานต่อแรงดึงและมอดูลัสสูงกว่ายางธรรมชาติประมาณ 2-3 เท่า สอดคล้องกับข้อมูลจาก SEM แสดงลักษณะรอยฉีกขาดขรุขระของวัสดุ Semi-IPN ซึ่งเกิดจากการค่อยๆยืดออกของวัสดุก่อนเกิดการฉีกขาดแตกต่างจากยางธรรมชาติที่มีลักษณะการขาดเป็นรอยเส้น แต่หากอัตราส่วนของยางธรรมชาติลดลง (5 : 1) ความสามารถในการต้านทานต่อแรงดึงของวัสดุ Semi-IPN ก็จะลดลงเช่นเดียวกัน

7. ทดสอบความสามารถในการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราชนิด *Aspergillus niger*, *Rhizopus sp.* และ *Penicilium sp.* แบคทีเรียชนิด *Escherichia coli* และ *Staphylococcus aureus* โดยใช้วิธีการ Agar diffusion test พบว่าวัสดุ Semi-IPN ยังไม่สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราและแบคทีเรียได้

สรุปผลการวิจัย

เตรียมวัสดุ Semi-IPN ของยางธรรมชาติและไคโตซาน โดยการกราฟต์ไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลตบนอนุภาคยางธรรมชาติและเติมไคโตซานที่มีการเชื่อมขวางโมเลกุลด้วยกลูตารัลดีไฮด์ ได้วัสดุชนิดใหม่ที่มีสมบัติเด่นของวัสดุทั้งสองชนิด คือ มีความแข็งแรง เสถียรต่อความร้อนเพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติ และมีความเสถียรทั้งที่อยู่ในรูปของแข็งและลาเท็กซ์ สามารถนำไปพัฒนาต่อไปเพื่อเพิ่มมูลค่าให้กับยางธรรมชาติ

ข้อเสนอแนะ

การผลิตวัสดุ Semi-IPN ของยางธรรมชาติและไคโตซาน เป็นการประยุกต์เอาสมบัติเด่นของวัสดุสองชนิดคือ ยางธรรมชาติที่มีความแข็งแรง เกิดความร้อนระหว่างการใช้งานน้อย ต้านทานต่อการล้า และมีความยืดหยุ่น ขณะที่ไคโตซานเป็นพอลิเมอร์ที่ได้จากธรรมชาติ จึงมีความเข้ากันได้ดีกับสิ่งมีชีวิต ย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ และมีสมบัติต้านทานต่อการเจริญเติบโตของเชื้อราและแบคทีเรีย ซึ่งการเตรียมวัสดุโดยการกราฟต์มอนอเมอร์ชนิดที่มีขั้วสูงบนอนุภาคยางธรรมชาติ เป็นการเพิ่มความเป็นขั้ว ความสามารถในการทนต่อสภาพแวดล้อมให้กับยางธรรมชาติ ในงานวิจัยเลือกใช้ไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลตกราฟต์กับยางธรรมชาติ เมื่อผสมไคโตซานซึ่งละลายด้วยกรด (กรดอะซิติก 1%) และมีการเชื่อมขวางโมเลกุลด้วยกลูตารัลดีไฮด์กับยางธรรมชาติจำเป็นต้องมีการปรับค่า pH ของไคโตซานให้อยู่ในช่วง pH ที่เป็นกลางเพื่อให้สามารถผสมแล้วยางไม่จับตัวเป็นก้อนซึ่งจะส่งผลให้ได้วัสดุที่ไม่มีความเสถียรในรูปลาเท็กซ์ แต่เมื่อนำวัสดุ Semi-IPN ไปทดสอบการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราและแบคทีเรีย พบว่ายังไม่สามารถยับยั้งได้ อาจจะมาจากวิธีการที่ใช้ในการเตรียมยังไม่เหมาะสม จึงน่าจะมีการศึกษาและพัฒนาปรับปรุงวิธีการให้สามารถดัดแปลงยางธรรมชาติเพื่อเป็นการมูลค่าทางเศรษฐกิจ

ผลงานทางวิชาการที่คาดว่าจะเกิดขึ้น

- วารสารวิจัย มข.

245551

บทคัดย่อ

การศึกษาการเตรียมวัสดุ Semi-IPN ของยางธรรมชาติและไคโตซาน โดยการกราฟต์ไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลต (DMAEMA) บนอนุภาคยางธรรมชาติ (NR) ทำการเชื่อมขวางโมเลกุลของไคโตซานโดยใช้กลูตารัลดีไฮด์ (GA) เป็นสารเชื่อมขวาง ศึกษาผลของอัตราส่วนระหว่างยางธรรมชาติที่กราฟต์ด้วยไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลตกับไคโตซานและปริมาณสารเชื่อมขวางที่มีผลต่อสมบัติของวัสดุ นอกจากนั้นยังทำการศึกษาการกราฟต์ไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลตบนอนุภาคไคโตซาน ศึกษาลักษณะเฉพาะโดยใช้เทคนิค FTIR TGA DSC DLS และ SEM และวัดสมบัติเชิงกล และสมบัติทางความร้อนของวัสดุที่เตรียมได้ จากสเปกตรัม FTIR ของแผ่นฟิล์ม Semi-IPN ปรากฏพีคที่ตำแหน่ง 1654 cm^{-1} แสดงการเกิดการเชื่อมขวางโมเลกุลด้วยกลูตารัลดีไฮด์ของไคโตซาน นอกจากนั้นยังพบว่าวัสดุ Semi-IPN มีความเสถียรต่อความร้อนเพิ่มขึ้นซึ่งแสดงโดยการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิการลดลงของน้ำหนักสูงสุดในช่วงอุณหภูมิ 379-382 °C ซึ่งสูงกว่ายางธรรมชาติที่แสดงที่อุณหภูมิ 373 °C และสมบัติเชิงกลของกราฟต์โคพอลิเมอร์ และวัสดุ Semi-IPN ดีขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติโดยเฉพาะค่าการทนแรงดึงและมอดูลัส และจากการศึกษาความสามารถของแผ่นฟิล์มวัสดุ Semi-IPN ในการยับยั้งการเจริญเติบโตเชื้อราและแบคทีเรีย พบว่าไม่มีพบการยับยั้งเชื้อดังกล่าว

คำสำคัญ : *ยางธรรมชาติ, ไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลต, ไคโตซาน, กลูตารัลดีไฮด์*

Abstract

245551

Semi-interpenetrating polymer networks (Semi-IPN) were prepared by a sequential method. In this study, dimethylaminoethyl methacrylate (DMAEMA) was grafted onto natural rubber (NR) and chitosan was crosslinked using glutaraldehyde (GA) as a crosslinking agent. Influence of modified NR and chitosan ratio and amount of GA in Semi-IPN were examined. Moreover, grafted copolymer of DMAEMA onto chitosan was investigated . The polymer were characterized by FTIR, TGA, DSC, DLS and SEM. Thermal and Mechanical properties of prepared materials were measured . An FTIR spectrum of Semi-IPN film showed the peak at 1654 cm^{-1} which were indicated chitosan crosslinked with GA. In addition, the thermal stability of Semi-IPN was higher than pure NR which indicated by increasing of decomposition temperature from 373 °C for NR to 379-382 °C for Semi-IPN and Mechanical properties of grafted copolymer and Semi-IPN exhibited better than NR especially. Tensile strength and Young's modulus. Moreover, antimicrobial properties of Semi-IPN were investigated. The results showed that the Semi-IPN films did not have clear zone.

Keywords : *Natural Rubber, Dimethylaminoethyl methacrylate, Chitosan, Glutaraldehyde*

สารบัญ

	หน้า
Executive Summary	**1**
บทคัดย่อภาษาไทย	**4**
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	**4**
สารบัญ	**5**
สารบัญตาราง	**6**
สารบัญภาพ	**7**
ที่มาและความสำคัญ	**9**
วัตถุประสงค์	**11**
สารเคมีที่ใช้	**11**
วิธีการทดลอง	**12**
ผลการทดลอง	
1. การเตรียมกราฟต์โคพอลิเมอร์ของยางธรรมชาติและไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลต	**14**
2. การเตรียมกราฟต์โคพอลิเมอร์ของไคโตซานและไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลต	**22**
3. การเตรียมไคโตซานที่มีการเชื่อมขวางโดยกลูตารัลดีไฮด์	**26**
4. การเตรียมวัสดุ Semi-IPN ของยางธรรมชาติและไคโตซาน	**28**
สรุปผลการทดลอง	**39**
อ้างอิง	**40**
ภาคผนวก	
- ข้อมูลน้ำหนักโมเลกุลของไคโตซาน	**44**
- ตารางเปรียบเทียบวัตถุประสงค์	**45**
- บทความสำหรับการเผยแพร่	**47**

สารบัญตาราง

		หน้า
ตารางที่ 1	ผลของปริมาณมอนอเมอร์ที่มีผลต่อร้อยละประสิทธิภาพการกราฟต์และร้อยละการเปลี่ยนแปลงมอนอเมอร์	14
ตารางที่ 2	ผลของอุณหภูมิที่มีผลต่อร้อยละประสิทธิภาพการกราฟต์และร้อยละการเปลี่ยนแปลงมอนอเมอร์	16
ตารางที่ 3	TG และ DTG แสดงอุณหภูมิที่มีอัตราการลดลงของน้ำหนักสูงสุดของพอลิเมอร์และกราฟต์โคพอลิเมอร์	18
ตารางที่ 4	ผลของน้ำหนักโมเลกุลของไคโตซานและปริมาณมอนอเมอร์ที่มีผลต่อร้อยละการกราฟต์	22
ตารางที่ 5	TG และ DTG แสดงอุณหภูมิที่มีอัตราการลดลงของน้ำหนักสูงสุดของพอลิเมอร์และกราฟต์โคพอลิเมอร์	25
ตารางที่ 6	TG และ DTG แสดงอุณหภูมิที่มีอัตราการลดลงของน้ำหนักสูงสุดของวัสดุ Semi-IPN ของยางธรรมชาติและไคโตซาน	29
ตารางที่ 7	ศึกษาเวลาที่ใช้ในการขึ้นรูปของวัสดุ Semi-IPN ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส	32

สารบัญภาพ

		หน้า
ภาพที่ 1	โครงสร้างทางเคมีของยางธรรมชาติ	10
ภาพที่ 2	โครงสร้างไคตินและไคโตซาน	10
ภาพที่ 3	โครงร่างตาข่ายพอลิเมอร์แบบกึ่งสอดไขว้	11
ภาพที่ 4	ผลของปริมาณมอนอเมอร์ที่มีผลต่อร้อยละประสิทธิภาพการกราฟต์และร้อยละการเปลี่ยนแปลงมอนอเมอร์	15
ภาพที่ 5	ผลของอุณหภูมิที่มีผลต่อร้อยละประสิทธิภาพการกราฟต์และร้อยละการเปลี่ยนแปลง	16
ภาพที่ 6	เปรียบเทียบอินฟราเรดสเปกตรัมกราฟต์โคพอลิเมอร์ระหว่างยางธรรมชาติและไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลต	17
ภาพที่ 7	เทอร์โมแกรม DSC แสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชันยางธรรมชาติและพอลิไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทราคริเลต	19
ภาพที่ 8	เทอร์โมแกรม DSC แสดงอุณหภูมิกลาสทรานสิชันกราฟต์โคพอลิเมอร์ระหว่างยางธรรมชาติและไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลต	19
ภาพที่ 9	ผลของปริมาณมอนอเมอร์ที่มีผลต่อค่าความต้านทานแรงดึงของกราฟต์โคพอลิเมอร์ระหว่างยางธรรมชาติและไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลต	20
ภาพที่ 10	ผลของปริมาณมอนอเมอร์ที่มีผลต่อค่ายังมอดูลัสของกราฟต์โคพอลิเมอร์ระหว่างยางธรรมชาติและไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลต	21
ภาพที่ 11	ผลของปริมาณมอนอเมอร์ที่มีผลต่อค่าเปอร์เซ็นต์ความเครียดที่จุดขาดของกราฟต์โคพอลิเมอร์ระหว่างยางธรรมชาติและไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลต	21
ภาพที่ 12	ผลของน้ำหนักโมเลกุลและปริมาณมอนเมอร์ที่มีผลต่อการเกิดกราฟต์โคพอลิเมอร์	23
ภาพที่ 13	เปรียบเทียบอินฟราเรดสเปกตรัมกราฟต์โคพอลิเมอร์ของไคโตซานและพอลิไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลต	24
ภาพที่ 14	ผลของน้ำหนักโมเลกุลและปริมาณมอนเมอร์ที่มีผลต่อการเกิดกราฟต์โคพอลิเมอร์ของไคโตซานและไดเมทิลอะมิโนเอทิลเมทาคริเลต	24

สารบัญภาพ (ต่อ)

		หน้า
ภาพที่ 15	เปรียบเทียบอินฟราเรดสเปกตรัมไคโตซานและไคโตซานที่มีการเชื่อมขวางโมเลกุลโดยใช้กลูตารัลดีไฮด์	26
ภาพที่ 16	ผลของปริมาณกลูตารัลดีไฮด์ที่มีผลต่อการเชื่อมขวางโมเลกุลไคโตซาน	27
ภาพที่ 17	ผลของอุณหภูมิที่มีผลต่อการเชื่อมขวางโมเลกุลไคโตซาน	27
ภาพที่ 18	สเปกตรัม Semi-IPN ของยางธรรมชาติและไคโตซาน	28
ภาพที่ 19	เทอร์โมแกรม DSC ของยางธรรมชาติและไคโตซาน	30
ภาพที่ 20	เทอร์โมแกรม DSC ของวัสดุ Semi-IPN ที่อัตราส่วนต่างๆ	30
ภาพที่ 21	ขนาดอนุภาคของวัสดุ Semi-IPN	31
ภาพที่ 22	ค่าความต้านทานแรงดึงของยางธรรมชาติเปรียบเทียบกับวัสดุ Semi-IPN	33
ภาพที่ 23	ค่ายังมอดูลัสของยางธรรมชาติเปรียบเทียบกับวัสดุ Semi-IPN	34
ภาพที่ 24	ค่าเปอร์เซ็นต์ความเครียดที่จุดขาดของยางธรรมชาติเปรียบเทียบกับวัสดุ Semi-IPN	34
ภาพที่ 25	โครงสร้างสัณฐานวิทยาของวัสดุ Semi-IPN	36
ภาพที่ 26	ทดสอบการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา	37
ภาพที่ 27	ทดสอบการยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรีย	38