

บทที่ 3

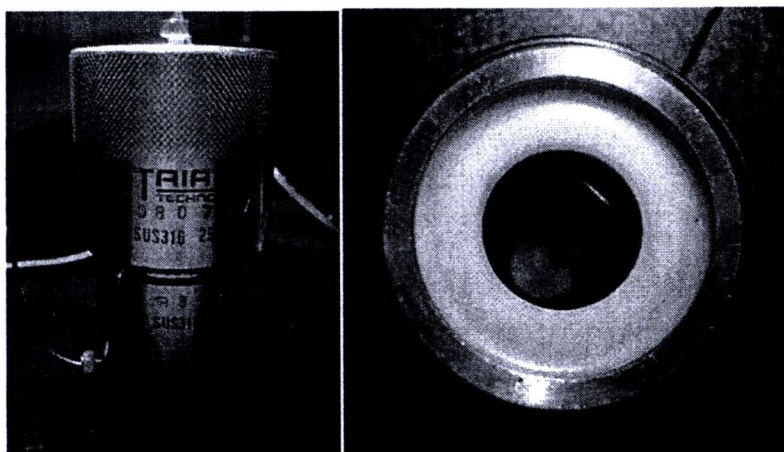
การทดลอง

3.1 วัสดุและสารเคมี

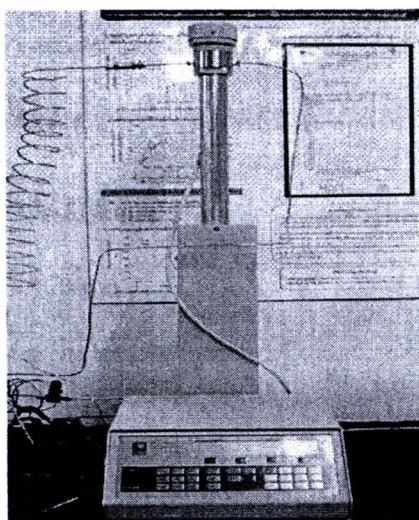
1. ยางธรรมชาติ (STR-5L จาก MTEC)
2. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (30% จาก Fluka)
3. โทลูอิน (AR GRADE ความบริสุทธิ์ 99 % จาก RCI Labscan)
4. คาร์บอนไดออกไซด์ (ความบริสุทธิ์ 99.95% จาก UIG)
5. คลอโรฟอร์ม (AR เกรด RCI labscan)
6. เมทานอล (AR GRADE ความบริสุทธิ์ 99.9 % จาก RCI Labscan)
7. เปอร์ไอโอดิกแอซิด (Periodic acid 99 % ACS Reagent)
8. โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (Sodium borohydride 99% : NaBH_4)
9. โทลูอิน ไดไอโซไซยานาต (TDI 80 , IRPC)
10. ไดบิวทิลทินไดลอเรต (Dibutyltin dilurate)
11. แมกนีเซียมซัลเฟต (MgSO_4)
12. เตตระไฮโดรฟูราน (Tetrahydrofuran :THF)
13. ดีวเทอเรตคลอโรฟอร์ม (Deuterate chloroform : CDCl_3)
14. คลอโรฟอร์ม (Chloroform : CHCl_3)
15. โซเดียมคลอไรด์ (Sodium Chloride : NaCl)
16. โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (NaHCO_3)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ทำการวิจัย

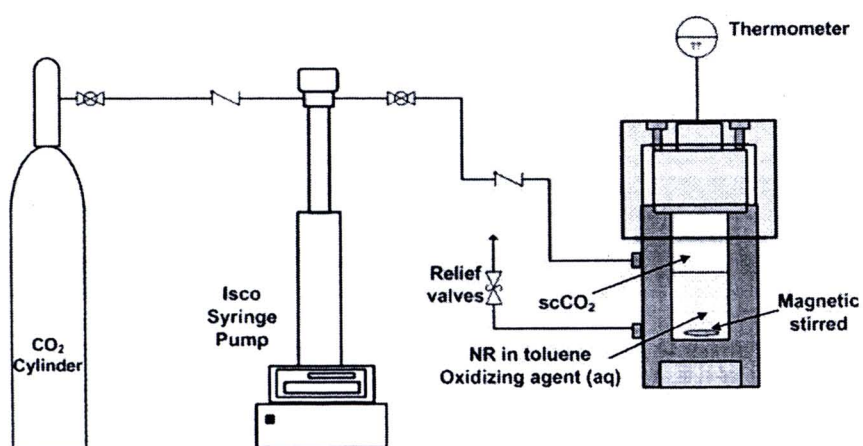
1. เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันสูง (รุ่น Taiatsu Techno/Japan SUS316 ความจุ 15 ml ทนความดันสูงสุด 25 MPa อุณหภูมิ 100°C)
2. ปั๊มความดันสูง (ISCO Syringe Pump Model 260D/USA)
3. อุปกรณ์ให้ความร้อน (Yellow line)
4. น้ำมันซิลิโคนในภาชนะให้ความร้อน
5. เครื่องปั่นกวน
6. ขวดสามคอ
7. เทอร์โมมิเตอร์ชนิดกระเปาะ



รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกรณ์ความดันสูง



รูปที่ 3.2 ปั่นความดันสูง



รูปที่ 3.3 แผนภาพอุปกรณ์การทดลอง

3.3 ขั้นตอนการวิจัย

ตอนที่ 1 การศึกษาการสลายโมเลกุลของยางธรรมชาติด้วย H_2O_2 ภายใต้สภาวะ $scCO_2$

3.3.1 การสลายโมเลกุลของยางธรรมชาติภายใต้สภาวะของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือ

วิกฤต

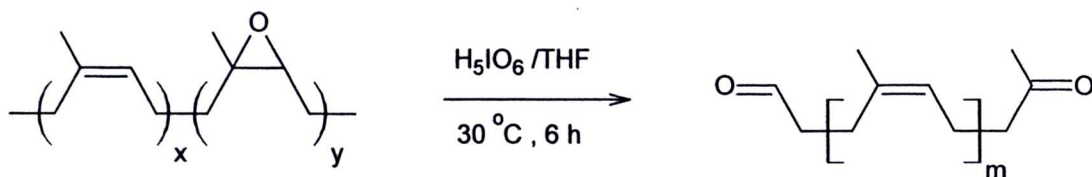
1. เตรียมตัวอย่างยางธรรมชาติ STR-5L ละลายด้วยโทลูอินจนมีความเข้มข้น 0.02% w/v
2. บรรจุสารละลายยางธรรมชาติในข้อ 1 ปริมาตร 5 ml ผสมกับ H_2O_2 10 phr ลงในเครื่องปฏิกรณ์ความดันสูงดังรูปที่ 3.1 ปั่นกวนตลอดเวลาด้วย Magnetic stirrer ด้วยความเร็วรอบ 720 rpm ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ $60^\circ C$
3. จากนั้นทำการอัดแก๊ส CO_2 จนมีความดันคงที่ 120 bar ด้วยปั๊มความดันสูงดังรูปที่ 3.2 เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง และประกอบเครื่องมือดังแผนภาพการทดลองดังรูปที่ 3.3 เมื่อเสร็จสิ้นการทดลองนำผลิตภัณฑ์ไปตกตะกอนด้วยเมทานอล ที่เกินพอและระเหยตัวทำละลายออกภายในตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิ $40^\circ C$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR และ 1H -NMR วิเคราะห์ค่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย ($\bar{M}_w$, $\bar{M}_n$) และการกระจายของน้ำหนักโมเลกุล (PDI) ของยางธรรมชาติด้วยเทคนิค GPC และทดสอบการสลายตัวเชิงความร้อนด้วยเครื่อง TGA
4. ทำตามขั้นตอนที่ 1-3 โดยปรับเปลี่ยนอุณหภูมิเป็น 70 และ $80^\circ C$
5. ทำตามขั้นตอนที่ 1-4 โดยเปลี่ยนปริมาณของ H_2O_2 เป็น 20 และ 30 phr
6. ทำตามขั้นตอนที่ 1-5 และทำการทดลองเป็นระยะเวลา 1, 2, 3, 10 ชั่วโมงตามลำดับ

ตอนที่ 2 การสลายโมเลกุลของยางธรรมชาติเหลวภายใต้ระบบตัวทำละลายอินทรีย์

3.3.2 การเตรียมยางธรรมชาติที่มีหมู่ฟังก์ชันคาร์บอนิลตำแหน่งปลาย (CTNR)

1. เตรียมตัวอย่างยางธรรมชาติอีพอกไซด์ข้างต้นละลายด้วยเตตระไฮโดรฟูราน (THF) จนมีความเข้มข้น 0.4 mol l^{-1}
2. ผสมตัวอย่างจากข้อ 1 กับกรดเปอร์ไอโอดิก (H_5IO_6) 1.1 mol equivalent ที่ละลายด้วย THF ความเข้มข้น 0.4 mol.L^{-1} ทำการปั่นกวนตลอดเวลาด้วยความเร็วรอบคงที่ 720 rpm ปฏิบัติการกระทำที่อุณหภูมิ $30^\circ C$ เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
3. หลังจากนั้นจึงทำการแยกผลิตภัณฑ์ โดยการระเหยเอาตัวทำละลายออก และนำมาละลายด้วยไดคลอโรมีเทนอีกครั้ง
4. จากนั้นนำสารละลายนำมาร่างกรดที่เหลือออกด้วย โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต ($NaHCO_3$) โซเดียมคลอไรด์ ($NaCl$) ตามลำดับ และทำให้แห้งด้วยแมกนีเซียมซัลเฟต ($MgSO_4$)

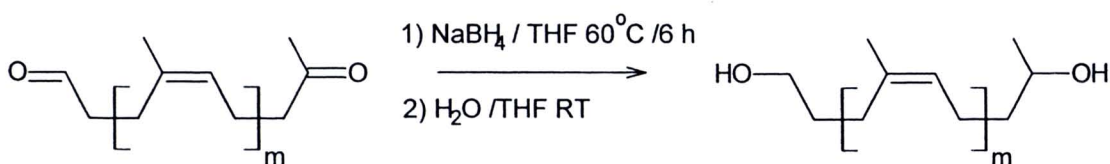
5. หลังจากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบด้วยสุญญากาศที่อุณหภูมิ 40 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR และ ¹H-NMR วิเคราะห์ค่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย ($\bar{M}_w$, $\bar{M}_n$) และการกระจายแบบผสม (PDI) ของยางธรรมชาติด้วยเทคนิค GPC ปฏิริยาที่เกิดขึ้นแสดงดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ปฏิริยาการแตกวงอีพอกไซด์ของ LNR เป็น CTNR

3.3.3 การเตรียมยางธรรมชาติที่มีหมู่ไฮดรอกซิลตำแหน่งปลาย (HTNR)

1. ปฏิริยารีดักชันของยาง CTNR สามารถเตรียมได้โดย นำ CTNR มาละลายด้วย THF จนมีความเข้มข้น 0.1 mol.L⁻¹
2. จากนั้นผสมด้วยโซเดียมบอโรไฮไดรด์ (NaBH₄) ที่มากเกินไปประมาณ 5 mole equivalent ที่ละลายด้วย THF ความเข้มข้น 1 mol.L⁻¹
3. ทำปฏิริยาภายในขวดสามคอ ที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
4. หลังจากนั้นผลิตภัณฑ์ที่ได้ทำปฏิริยาไฮโดรไลซิสด้วยการหยดของผสมระหว่าง THF และน้ำแข็งปริมาณ 10 ml และ 10 g ตามลำดับ ที่อุณหภูมิห้อง
5. หลังจากนั้นของผสมถูกล้างด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรด์ และทำให้แห้งด้วยแมกนีเซียมซัลเฟต ระเหยตัวทำละลายออกด้วยการอบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 40 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นจำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR และ ¹H-NMR วิเคราะห์ค่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย ($\bar{M}_w$, $\bar{M}_n$) และการกระจายของน้ำหนักโมเลกุล (PDI) ของยางธรรมชาติด้วยเทคนิค GPC ปฏิริยาที่เกิดขึ้นแสดงดังรูปที่ 3.5 และทดสอบการสลายตัวเชิงความร้อนด้วยเทคนิค TGA



รูปที่ 3.5 ปฏิริยารีดักชันของ CTNR เป็น HTNR

