



รายงานฉบับสมบูรณ์
ทุนฝ่ายอุตสาหกรรม (SPR) RDG4950021
สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย
(ฝ่าย 5)
ชื่อโครงการ
การศึกษาความเป็นไปได้ในการลงเคราะห์สารเชื่อมติดจากยางธรรมชาติ
สำหรับการทำลู่วิ่งเพื่อใช้ในประเทศ
โดย
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. จันทน์นาย ทองปิ่น และคณะ
ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ
คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม
มหาวิทยาลัยศิลปากร
วิทยาเขตพระราชวังสนามจันทร์ นครปฐม 73000
โทรศัพท์ 034 219 363 โทรสาร 034 219 363
E-mail: chanchai@su.ac.th

สัญญาเลขที่ RDG4950021

รายงานฉบับสมบูรณ์

การศึกษาความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์สารเชื่อมติดจากยาง
ธรรมชาติสำหรับการทำลู่เพื่อใช้ในประเทศ

คณะผู้วิจัย

1. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. จันทน์ฉาย ทองปิ่น
2. นาย คมกฤษ วงศ์ทิมน้อย
3. นางสาว จิรรัตน์ กมลสวัสดิ์
4. นาย ภัทรดนัย รอดเกษม

สังกัด

มหาวิทยาลัยศิลปากร
มหาวิทยาลัยศิลปากร
มหาวิทยาลัยศิลปากร
มหาวิทยาลัยศิลปากร

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนงานวิจัย (สกว.)

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
สารบัญรูป	iii
สารบัญตาราง	iv
สารบัญสมการ	v
บทสรุปผู้บริหาร	vi
บทคัดย่อ	ix
Abstract	x
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 แนวคิดงานวิจัย	3
1.4 ขอบเขตงานวิจัย	3
1.5 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	3
1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับลู่ว้าง	4
2.2 การทำ Epoxidation natural Rubber Latex (ENRL) และการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ	5
2.3 การทำ Acrylated Epoxidized Natural Rubber (AENR)	8
2.4 การทำ Photocrosslink ของ Acrylated Epoxidized Natural Rubber (AENR)	8
บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย	10
3.1 การทำ Epoxidized Natural Rubber Latex (ENRL)	10
3.2 การลดน้ำหนักโมเลกุลของยาง Epoxidized Natural Rubber Latex (ENRL)	10
3.3 ปฏิกริยา Acrylation ของยางที่ลดน้ำหนักโมเลกุลแล้ว	10
3.4 การศึกษาการเกิด Photocrosslinking ของยางที่ผ่านกระบวนการ Acrylation แล้ว	10
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	12
4.1 การศึกษาการเกิด Epoxidation ของน้ำยาง	12
4.2 การศึกษาผลของสัดส่วนของ Periodic acid ที่มีต่อความสามารถในการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางอีพอกไซด์	13
4.3 ปฏิกริยา Acrylation ของยางที่ลดน้ำหนักโมเลกุลด้วย Periodic acid	18

4.4 การเกิดปฏิกิริยา Photocrosslink	21
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	25
เอกสารอ้างอิง	26

สารบัญรูป

รูป		หน้า
รูปที่ 1.1	ลักษณะโดยทั่วไปของ Running track ที่มีความหนาของชั้น Polyurethane ต่างๆ กันและมีเม็ดยางซึ่งทำหน้าที่เป็น Reinforcement แทรกในแต่ละชั้น	1
รูปที่ 4.1	FT-IR แสดงการเปรียบเทียบระหว่างยางธรรมชาติกับ ยาง ENR	12
รูปที่ 4.2	FT-IR spectrum ของยาง ENR ก่อนทำการลดน้ำหนักโมเลกุล	14
รูปที่ 4.3	FT-IR spectrum ของยาง ENR ทำปฏิกิริยากับ 1 % Periodic acid	15
รูปที่ 4.4	FT-IR spectrum ของยาง ENR ทำปฏิกิริยากับ 2 % Periodic acid	15
รูปที่ 4.5	FT-IR spectrum ของยาง ENR ทำปฏิกิริยากับ 5 % Periodic acid	16
รูปที่ 4.6	FT-IR spectrum ของยาง ENR ทำปฏิกิริยากับ 10 % Periodic acid	16
รูปที่ 4.7	FT-IR spectrum เปรียบเทียบระหว่าง ENR กับ Oxidized ENR	17
รูปที่ 4.8	แสดงแนวโน้มการลดลงของน้ำหนักโมเลกุล ตามปริมาณของ Periodic acid	18
รูปที่ 4.9	FT-IR spectrum ของยางที่ Oxidized ด้วย 2 % Periodic acid ก่อนทำ Acrylation	19
รูปที่ 4.10	FT-IR spectrum ของยางที่ Oxidized ด้วย 1 % Periodic acid หลังทำ Acrylation	19
รูปที่ 4.11	FT-IR spectrum ของยางที่ Oxidized ด้วย 2 % Periodic acid หลังทำ Acrylation	20
รูปที่ 4.12	FT-IR spectrum ของยางที่ Oxidized ด้วย 5 % Periodic acid หลังทำ Acrylation	20
รูปที่ 4.13	FT-IR spectrum เปรียบเทียบระหว่าง ยาง ENR ก่อนทำ Acrylation และ หลังทำ Acrylation	21
รูปที่ 4.14	FT-IR spectrum แสดง ENR oxidized ด้วย 2 % periodic acid หลังทำการ cure 30 นาที ใช้ Darocure 1173 ปริมาณ 10 %	22
รูปที่ 4.15	FT-IR spectrum แสดง ENR oxidized ด้วย 2 % periodic acid หลังทำการ cure 30 นาที ใช้ Darocure 1173 ปริมาณ 20 %	23
รูปที่ 4.16	FT-IR spectrum แสดง ENR oxidized ด้วย 2 % periodic acid หลังทำการ cure 30 นาที ใช้ Darocure 1173 ปริมาณ 30 %	23
รูปที่ 4.17	FT-IR spectrum ของยางที่ cure ด้วย Darocure 1173 ปริมาณต่างๆ เปรียบเทียบกัน	24

สารบัญตาราง

ตาราง		หน้า
ตารางที่ 2.1	แสดงค่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวนของยางที่ลดน้ำหนักโมเลกุลด้วยวิธีการต่างๆ	5
ตารางที่ 2.2	แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณหมู่ Epoxide ในยาง Epoxized natural rubber latex	6
ตารางที่ 2.3	ตารางแสดงตัวอย่างสัณฐาน Periodic acid ที่ใช้และน้ำหนักโมเลกุลที่เวลาต่าง ๆ	7
ตารางที่ 4.1	แสดงเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา Epoxidation และ % การเกิดปฏิกิริยา	13

สารบัญสมการ

สมการ		หน้า
สมการที่ 2.1	แสดงโครงสร้างของ Epoxidized natural rubber latex	5
สมการที่ 2.2	แสดงปฏิกิริยาการลดน้ำหนักโมเลกุลของยาง โดย Periodic acid	7
สมการที่ 2.3	แสดงโครงสร้างของ Acrylated Epoxidized Natural Rubber (AENR)	8
สมการที่ 2.4	แสดงโครงสร้างของ Photoinitiator (1-benzoyl-1 hydroxycyclohexane)	8
สมการที่ 2.5	แสดงการเกิด Photocrosslink ของ AENR	9

บทสรุปย่อผู้บริหาร

ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) การศึกษาความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์สารเชื่อมติด
จากยางธรรมชาติสำหรับการทำลู่วิ่ง เพื่อใช้ในประเทศ

(ภาษาอังกฤษ) The Feasibility of Synthesis of Binder from Natural Rubber for
Running Track making in Thailand

ชื่อหัวหน้าโครงการ ผศ.ดร. จันทน์ฉาย ทองปิ่น
ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ
คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม
มหาวิทยาลัยศิลปากร วิทยาเขตพระราชวังสนามจันทร์
นครปฐม 73000

โทรศัพท์ 034 219 363

โทรสาร 034 219 363

นักศึกษาผู้ร่วมวิจัย

1. นาย คมกฤษ วงศ์ทิมน้อย
2. นางสาว จิรารัตน์ กมลสวัสดิ์
3. นาย ภัทรดนัย รอดเกษม

ระยะเวลาดำเนินการ 6 เดือน ตั้งแต่วันที่ 1 ธันวาคม 2548 ถึงวันที่ 31 พฤษภาคม 2549

ปัญหาที่ทำวิจัยและความสำคัญ

การทำลู่วิ่ง Running track ที่ใช้แทนพื้นดินธรรมชาติ ใช้สารเชื่อมติด (Binder) ที่สังเคราะห์มาจาก Polyurethane ซึ่งมีสมบัติความยืดหยุ่นที่ดี ทนต่อการเกิด Oxidation และทนต่อการขัดถู พร้อมทั้งทนต่อสภาพอากาศได้และเนื่องจากการที่มีรูพรุน ทำให้น้ำซึมผ่านได้เล็กน้อย แต่ลู่วิ่งสังเคราะห์ชนิดนี้จึงมีต้นทุนสูง และสารเคมีในกระบวนการสังเคราะห์ มีความเป็นพิษเนื่องจาก Isocyanate ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดที่จะนำยางพาราที่มีต้นทุนไม่สูง นำมาประยุกต์ผลิตเป็น Binder แทน Polyurethane ได้

วัตถุประสงค์

1. เพื่อเป็นการประยุกต์ใช้ยางธรรมชาติสำหรับทำเป็น binder ในงานผลิต running track ในสนามกีฬาของประเทศไทย ซึ่งสามารถทำให้ต้นทุนในการผลิตต่ำลง และเพิ่มความสามารถในการมี running track ของสถานศึกษาที่อยู่ห่างไกล
2. เพื่อเพิ่มมูลค่าของยางธรรมชาติ ซึ่งปัจจุบันมีการปลูกกันมากในทุกภาคของประเทศไทย
3. เพื่อเป็นฝึกทำงานวิจัยของนักศึกษาระดับปริญญาตรี
4. เป็นการลดการนำเข้า Polyurethane

ผลการดำเนินงาน

งานวิจัยนี้เริ่มจากการสังเคราะห์น้ำยางธรรมชาติให้มีหมู่ Epoxide 20-25 % จากปฏิกิริยา Epoxidation จากนั้นนำน้ำยาง Epoxidized natural rubber (ENR) ที่ได้ มาลดน้ำหนักโมเลกุลโดยปฏิกิริยา Oxidation ด้วย Periodic acid ที่อุณหภูมิห้อง ทำให้น้ำหนักโมเลกุลของยางอยู่ในช่วงที่ต้องการ นำน้ำยาง oxidized ENR ที่ได้ไปสังเคราะห์ให้มีหมู่ Acrylate ผ่านปฏิกิริยา Acrylation ด้วย Acrylic acid ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส และเมื่อนำยาง Acrylated epoxidized natural rubber (AENR) ไปทำปฏิกิริยา Photocrosslinking โดยใช้ Darocure 1173 เป็น Photoinitiator ด้วยการฉายรังสี UV ที่มีเลขคลื่น 256 nm เป็นเวลา 30 นาที พบว่ายางที่ได้มีความสามารถในการละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ที่ลดลง เมื่อปริมาณ Photoinitiator เพิ่มขึ้น แสดงว่ายางที่สังเคราะห์ได้สามารถเกิดปฏิกิริยาการเชื่อมโยงได้

จากผลการทดลองพบว่าสามารถปรับหมู่ฟังก์ชันของโมเลกุลยางธรรมชาติให้มีหมู่ acrylate ได้ในสถานะที่ยังคงเป็นน้ำยาง และสามารถทำให้เกิดการเชื่อมโยงได้โดยเริ่มจากสถานะที่ยังคงเป็นน้ำยาง จากผลการทดลองในขั้นแรกนี้ คณะผู้วิจัยจะดำเนินงานขั้นต่อไป คือปรับสถานะของการทำให้เกิดการเชื่อมโยงด้วยแสง โดยศึกษาสมบัติของฟิล์มที่เหมาะสมต่อการนำมาประยุกต์ใช้ในงานลู่วิ่ง ในงานวิจัยขั้นแรกนี้ เนื่องจากการทดลองทางด้านการสังเคราะห์จึงใช้เวลาค่อนข้างนานมาก ทำให้ไม่สามารถดำเนินขั้นตอนของงานบางขั้นตอนที่ได้วางแผนไว้ คณะผู้วิจัยจึงจะดำเนินการในโอกาสต่อไป

สรุปผลการวิจัย

ผู้วิจัยสามารถปรับปรุงน้ำยางธรรมชาติ (Liquid natural rubber) ให้มีหมู่ฟังก์ชันที่สามารถเกิดการเชื่อมโยงเป็นร่างแหได้ ด้วยการฉายรังสี UV ที่อุณหภูมิห้อง คดยทำการทดลองในสถานะที่เป็นน้ำยางลาเทกซ์ โดยเริ่มจากการทำปฏิกิริยา Epoxidation จากนั้นเป็นขั้นตอนการตัดน้ำหนักโมเลกุลด้วย Periodic acid จากนั้นทำให้โมเลกุลยางมีหมู่ฟังก์ชัน Acrylate จากปฏิกิริยา Acrylation

ด้วย Acrylic acid พบว่าสามารถทำให้เกิดการเชื่อมโยงของโมเลกุลของยางที่อุณหภูมิห้องได้ ซึ่งยางที่ได้หลังจากเกิดการเชื่อมโยงจะไม่สามารถละลายได้ในโทลูอิน

ข้อเสนอแนะ

เนื่องจากงานวิจัยในขั้นนี้เป็นการทดลองเบื้องต้น ในการศึกษาความเป็นไปได้ในการนำน้ำยางมาทำให้เป็นสารเชื่อมโยง โดยจะประยุกต์ไปใช้เป็นสารเชื่อมโยงในการทำลู่ ซึ่งขั้นตอนแรกนี้ คณะผู้วิจัยพบว่าสามารถลดน้ำหนักโมเลกุลน้ำยาง และนำน้ำยางที่มียางที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำสามารถนำมาทำการเชื่อมโยงได้ด้วยแสง UV ที่อุณหภูมิห้อง และทั้งสามารถทำให้เกิดการเชื่อมโยงในสภาพที่ยังเป็นน้ำยาง จึงสะดวกต่อการนำไปใช้งานในขั้นตอนต่อไปได้ ดังนั้นในขั้นตอนต่อไป คือการนำน้ำยางที่มีการปรับปรุงให้มีหมู่ acrylate และสามารถเกิดการเชื่อมโยงโดยการใช้แสง UV นี้มาทำการผสมกับส่วนผสมต่างๆ เพื่อทำเป็นลู่ต่อไป

ผลงานทางวิชาการที่คาดว่าจะเกิดขึ้น

คาดว่าจะในการต่อยอดออกไปนั้น สามารถได้ผลงานคือการผลิตเป็น ลู่ได้ แต่เป็นแบบเบื้องต้น หลังจากนั้นยังต้องเป็นการปรับปรุงสูตรให้ ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีสมบัติที่เหมาะสม และคาดว่าจะสามารถจดเป็นสิทธิบัตรได้

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อปรับปรุงให้ยางธรรมชาติมีหมู่ อะคริเลต (Acrylate) ซึ่งว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงด้วยรังสี UV โดยเริ่มจากสังเคราะห์น้ำยางธรรมชาติให้มีหมู่เอพอกไซด์ (Epoxide) จากปฏิกิริยาเอพอกซิเดชัน (Epoxidation) จากนั้นนำน้ำยางที่ผ่านการเอพอกซิไดซ์แล้ว (Epoxidized natural rubber, ENR) มาลดน้ำหนักโมเลกุลผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชัน Oxidation ด้วยกรด เพอร์ริออดิก (Periodic acid) ที่อุณหภูมิห้อง ทำให้น้ำหนักโมเลกุลของยางอยู่ในช่วงที่ต้องการเพื่อให้ยางมีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสม จากนั้นนำน้ำยาง ENR ที่ได้ไปสังเคราะห์ให้มีหมู่อะคริเลต โดยผ่านปฏิกิริยาอะคริเลชัน (Acrylation) ด้วยกรดอะคริลิกที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส และเมื่อนำยางอะคริเลตเอพอกซิไดซ์ (Acrylated epoxidized natural rubber, AENR) ไปทำให้เกิดการเชื่อมขวางโดยใช้สารเชื่อมขวางด้วยแสง (Photocrosslinking) ซึ่งในงานวิจัยนี้จะใช้ Darocure 1173 เป็นสารเชื่อมขวางด้วยแสง ด้วยการฉายรังสี UV ที่มีเลขคลื่น 256 นาโนเมตร เป็นเวลา 30 นาที พบว่ายางที่ได้มีความสามารถในการละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ที่ลดลง เมื่อปริมาณ สารเชื่อมขวางด้วยแสงเพิ่มขึ้น แสดงว่ายางที่สังเคราะห์ได้สามารถเกิดปฏิกิริยาการเชื่อมโยงได้ จากผลการทดลองในส่วนนี้ สามารถบอกได้ว่า สามารถทำให้น้ำยางธรรมชาติที่ปรับปรุง แล้วนี้ เกิดการเชื่อมขวางด้วยแสงอัลตราไวโอเลต ซึ่งขั้นตอนต่อไปคือทดสอบศักยภาพในการนำมาเป็นสารเชื่อมติดในกระบวนการทำลู่ว้าง แทน พอลิยูรีเทนได้ อย่างไรก็ตาม ขั้นตอนแรกที่ได้นำเสนอนี้เป็นขั้นตอนของการทำการปรับปรุงหมู่ฟังก์ชันในยางธรรมชาติ ขั้นตอนต่อไปจะเป็นการศึกษาความเป็นไปได้ในการนำยางนี้ไปผสมกับส่วนผสมต่างๆ ที่ใช้ทำลู่ว้าง แต่เนื่องจากงานสังเคราะห์ใช้เวลาในการศึกษาค่อนข้างนาน จึงไม่สามารถทำส่วนที่สองต่อไปได้

Abstract

The aim of this research is to functionalize acrylate group onto natural rubber molecule in order to improve the reactivity of the rubber molecule for photocrosslinking. Natural rubber latex was firstly epoxidized then oxidized by periodic acid, at room temperature, giving rise to the low molecular weight natural rubber latex. The low molecular weight natural rubber latex was then being acrylate modified with acrylic acid at 50 °C. The acrylated epoxidized natural rubber latex was then radiated with UV of the wavelength 256 nanometer for 30 minutes. Darocure 1173 was used as photoinitiator in the photocrosslinking process. The crosslinked film was characterized, using FT-IR, and dissolved in toluene. It was found that the extent of crosslinking was increased as the amount of photoinitiator added was increased.

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

เนื่องจากในปัจจุบันการเล่นกีฬานับเป็นสิ่งสำคัญต่อสุขภาพร่างกาย กีฬาที่ได้รับความนิยมส่วนใหญ่มักเป็นกีฬาประเภทคู่ เช่น การวิ่ง เนื่องจากเป็นกีฬาที่เล่นได้ง่ายและไม่ต้องใช้อุปกรณ์ที่ยุ่งยาก แต่อย่างไรก็ตาม ลู่วิ่งที่ได้มาตรฐานยังคงเป็นสิ่งสำคัญสำหรับการเล่นกีฬานานาชาติ

สำหรับประเทศไทยสนามกีฬาที่ได้มาตรฐานยังมีไม่มากโดยเฉพาะตามโรงเรียนต่าง ๆ เนื่องจากการผลิตลู่วิ่งมีความจำเป็นต้องใช้วัสดุที่มีคุณภาพที่เหมาะสม คือสามารถยึดเกาะกับพื้นรองเท้าได้และทำให้ทรงตัวได้ดี พร้อมทั้งสามารถรับแรงกระแทกจากการวิ่งหรือกระโดดได้เป็นอย่างดี ตามมาตรฐานของการแข่งขันกีฬาระดับชาติ นอกจากนี้ยังต้องสามารถทนทานต่อสิ่งแวดล้อมภายนอกและสภาพอากาศได้เป็นอย่างดี เพื่อให้สามารถใช้งานได้ยาวนาน โดยมากวัสดุที่ใช้ผลิตลู่วิ่งมักเป็นวัสดุสังเคราะห์ ลู่วิ่งจึงมีต้นทุนการผลิตสูง

โดยทั่วไปลู่วิ่งหรือ Running track ที่ใช้แทนพื้นดินธรรมชาติ ใช้สารเชื่อมติด (Binder) ที่สังเคราะห์มาจาก Polyurethane ซึ่งมีสมบัติความยืดหยุ่นที่ดี ทนต่อการเกิด Oxidation และทนต่อการขูดถู พร้อมทั้งทนต่อสภาพอากาศได้และเนื่องจากการที่มีรูพรุน ทำให้น้ำซึมผ่านได้เล็กน้อย ในการผลิตลู่วิ่งโดยทั่วไปจะทำการเทส่วนผสมที่เป็นของเหลวคือ Isocyanate ผสมกับ Diol เป็นชั้นๆ ซึ่งแต่ละชั้นสามารถเกิดการเชื่อมโยงเพื่อยึดเกาะกันอย่างมั่นคงเล็ก ๆ ที่ใส่ลงไปเพื่อเพิ่มเนื้อ ซึ่งมักใช้ยางที่ผ่านการใช้งานแล้ว ดังนั้น Polyurethane ต้องทำหน้าที่เป็นสารเชื่อมติดและสามารถยึดเกาะกันได้ดี โดยทำการโรยเม็ดยางและเท Binder เป็นชั้น ๆ ตามความหนาที่ต้องการ และชั้นบนสุดจะทำการโรยโดยเม็ดยาง EPDM ซึ่งจะมีสมบัติทนต่อการขูดถูและการเกิด Oxidation จากสภาพแวดล้อมได้ดี



รูปที่ 1.1 ลักษณะโดยทั่วไปของ Running track ที่มีความหนาของชั้น Polyurethane ต่างๆ กัน และมีเม็ดยาง ซึ่งทำหน้าที่เป็น Reinforcement แทรกอยู่ในแต่ละชั้น

ลู่วิ่งสังเคราะห์ชนิดนี้จึงมีต้นทุนสูง และสารเคมีในกระบวนการสังเคราะห์ มีความเป็นพิษ เนื่องจาก Isocyanate ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดที่จะหาวัสดุซึ่งสามารถใช้แทน Polyurethane ที่ใช้กันอยู่ในปัจจุบัน โดยมีสมบัติการยึดเกาะและยืดหยุ่นที่ดี อีกทั้งประเทศไทยได้มีการปลูกยางพารากันมาก

ในหลายพื้นที่ของประเทศ และราคาขางพารามีต้นทุนไม่สูง ซึ่งหากสามารถนำมาผลิตเป็น Binder แทน Polyurethane ได้ จะสามารถลดต้นทุนการผลิตลู่วิ่งของประเทศไทยได้ พร้อมทั้งเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับขางพาราของประเทศไทยได้อีกด้วย

งานวิจัยนี้ มีวัตถุประสงค์เพื่อปรับปรุงให้น้ำยางธรรมชาติเกิดการเชื่อมโยงได้ที่อุณหภูมิห้อง โดยการใช้การฉายรังสีและสามารถห่อหุ้มชั้นยางและเม็ดยางที่เติมเข้าไปแทรกในแต่ละชั้น เพื่อลดต้นทุนการผลิตและเพิ่มความหนาให้เหมาะสมได้ แต่โมเลกุลของยางธรรมชาติจำเป็นต้องปรับปรุงให้มีหมู่ฟังก์ชันที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยา Crosslink โดยการฉายรังสี ซึ่งในงานวิจัยนี้จะปรับปรุงให้โมเลกุลของยางมีหมู่ Acrylate ซึ่งสามารถเกิดการเชื่อมโยงได้ด้วยการฉายรังสี โดยทำการเติม Acrylic acid ลงไปทำปฏิกิริยา Acrylation บนสายโซ่โมเลกุลยางที่ผ่านการทำ Epoxidation แล้ว ทำให้ได้หมู่ Acrylate ที่มีความว่องไวต่อการเกิด Photocrosslink ได้ ซึ่งจากงานวิจัยนี้หากประสบความสำเร็จและได้รับการพัฒนาผลิตภัณฑ์ต่อไป จะทำให้ประเทศไทยสามารถผลิตลู่วิ่งที่มีคุณภาพดี โดยใช้ต้นทุนต่ำลงได้ อีกทั้งกระบวนการผลิตยังลดความเสี่ยงจากการสัมผัส Isocyanate ที่เป็นพิษอีกด้วย

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อปรับปรุงน้ำยางธรรมชาติ (Liquid natural rubber) ให้มีหมู่ฟังก์ชันที่สามารถเกิดเชื่อมโยงเป็นร่างแหได้ ด้วยการฉายรังสี
2. เพื่อปรับปรุงน้ำยางนี้สามารถใช้เป็นสารเชื่อมติดในการผลิตคอมปาวด์ลู่วิ่ง

1.3 แนวคิดงานวิจัย

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อปรับปรุงสมบัติของ Liquid natural rubber ให้สามารถใช้เป็นสารเชื่อมติด (Binder) ได้ โดยนำ Liquid natural rubber มาสังเคราะห์ให้มีหมู่ Epoxide ด้วย H_2O_2 และ Formic acid และนำมาทำการลดน้ำหนักโมเลกุลของน้ำยาง โดยใช้ Periodic acid ตัดสายโซ่โมเลกุลให้อยู่ในช่วงประมาณ 3,000-35,000 ซึ่งเป็นวิธี Oxidation method และปรับปรุงสมบัติให้สามารถเชื่อมติดเป็น Crosslink ได้ด้วยการฉายรังสี โดยให้มีหมู่ Acrylate เกิดขึ้นบนสายโซ่โมเลกุลหลักของยาง ได้จากปฏิกิริยา Acrylation ระหว่าง Epoxidized liquid natural rubber ที่ลดน้ำหนักโมเลกุลแล้วกับ Acrylic acid นอกจากนี้ ได้มีการแปรผันปริมาณ Photoinitiator ที่ใช้ และติดตามการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น

งานวิจัยนี้แบ่งออกเป็น 3 ตอน คือ

ตอนที่ 1 ลดน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

ขั้นที่ 1 Epoxidation ของน้ำยางธรรมชาติ

ขั้นที่ 2 ลดน้ำหนักโมเลกุลโดยการ Oxidation ด้วย Periodic acid

ตอนที่ 2 Acrylation น้ำยาง ด้วย acrylic acid [1]

ตอนที่ 3 การศึกษาความเป็นไปได้ในการคงรูปน้ำยางที่ปรับปรุง มีขั้นตอนดังนี้

ขั้นที่ 1 การทำให้เกิดการเชื่อมโยงด้วยการฉายรังสี โดยแปรผันปริมาณ Photoinitiator ที่ใช้

ขั้นที่ 2 ทดสอบความสามารถในการเกิดการเชื่อมโยงของยางที่ปรับปรุง

1.4 ขอบเขตงานวิจัย

1. ปรับโครงสร้างภายในโมเลกุลให้มีความเหมาะสม Acrylate เพื่อให้สามารถเกิด Photocrosslinking ที่อุณหภูมิห้องได้
2. นำยางที่ทำการปรับปรุงสมบัติแล้วไปขึ้นรูปเป็นฟิล์ม เพื่อทดสอบสมบัติการบวมตัวของยางในตัวทำละลายเท่านั้น

1.5 ขั้นตอนดำเนินงานวิจัย

1. ทำการศึกษาเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
2. ออกแบบวิธีการทดลองและวางแผนการทดลอง
3. ดำเนินงานวิจัย

3.1 ทำ Epoxidized Natural Rubber (ENR) โดยควบคุมให้ได้ปริมาณ Epoxidation ประมาณ 25-30 % [1]

3.2 ลดน้ำหนักโมเลกุลของยางจาก Epoxidized Natural Rubber (ENR) โดยใช้ Periodic acid [2]

3.3 เตรียม Acrylated epoxidized liquid natural rubber (AELNR) จากน้ำยาง Epoxidized liquid natural rubber จากปฏิกิริยา Acrylation [1]

3.4 Cure น้ำยางที่ได้จากการทดลองขั้นที่ 3 ด้วยแสง UV ความยาวคลื่นแสง 256 nm โดยแปรผันปริมาณ Photoinitiator (Darocure 1173) ที่ 10, 20, 30 % โดยน้ำหนัก [3]

3.5 ศึกษาความสามารถในการละลายของยางที่ผ่านการเกิดการเชื่อมโยงโดยการฉายแสง ในโทลูอีน เพื่อยืนยันการเกิดการเชื่อมโยง

4. วิเคราะห์ผลการวิจัย
5. สรุปผลการวิจัย
6. รายงานผลการวิจัย

1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย

1. สามารถปรับปรุงหมู่ฟังก์ชันของ Natural rubber latex ให้สามารถเกิดการ Cure โดยใช้การฉายรังสี UV ได้ และมีสมบัติที่ดี
2. สามารถสังเคราะห์สารเชื่อมติดได้จากยางธรรมชาติ และนำไปใช้ทดแทน Polyurethane ช่วยให้การผลิตลู่วิ่งมีต้นทุนต่ำลงได้

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับลู่วิ่ง

ลู่วิ่งใช้เพื่อการแข่งขันกีฬาระยะทางและลาน เช่น การวิ่งแข่ง กระโดดสูง กระโดดไกล เป็นต้น ซึ่งนักกีฬาจะต้องสามารถวิ่งด้วยการทรงตัวที่ดี ดังนั้นคุณลักษณะของพื้นลู่วิ่งควรมีความสามารถในการยึดเกาะกับพื้นรองเท้าได้ดี อีกทั้งเพื่อเป็นการลดความเสี่ยงของการเกิดอุบัติเหตุกับตัวนักกีฬา พื้นลู่วิ่งจึงต้องสามารถรับแรงกระแทกได้ดี ทำให้มีการพัฒนาลู่วิ่งและลานสำหรับแข่งขันกีฬาระยะทางต่าง ๆ ขึ้นหลายรูปแบบ พื้นของสนามแข่งจึงไม่อาจมีเพียงชั้นเดียวได้ เพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของพื้นสนามให้สามารถใช้งานได้อย่างเหมาะสมพร้อมกับมีอายุการใช้งานที่ยาวนาน จึงมีการใช้วัสดุหลายชนิดมาประสานกันเป็นชั้น ๆ จนได้เป็นพื้นสนามที่มีคุณสมบัติตามต้องการ ซึ่งโดยทั่วไปลู่วิ่งได้สังเคราะห์มาจาก Polyurethane มีสมบัติความยืดหยุ่นที่ดี ทนทานต่อการขีดข่วน ทนต่อการเกิด Oxidation และทนทานต่อสภาพแวดล้อมได้ดี การผลิตลู่วิ่งจะใช้ Polyurethane เทราดเป็นชั้น ๆ พร้อมกับโรยเม็ดยางแทรกเข้าไปในแต่ละชั้น จากนั้นจึงใช้แสง UV หรือแสงแดดตามธรรมชาติ เพื่อทำให้เกิดการ Crosslink และยึดเม็ดยางในแต่ละชั้นเข้าด้วยกัน

โดยแต่ละชั้นจะมีสมบัติที่แตกต่างกันคือ

- 1). ชั้นล่างสุดของพื้นสนามคือส่วนที่มีความแข็งมากที่สุด จึงใช้เม็ดยางแข็งสำหรับชั้นนี้ เพื่อเพิ่มความแข็งแรงของลู่วิ่ง
- 2). ชั้นถัดมาเป็นชั้นวัสดุที่สามารถยืดหยุ่นได้ เนื่องจากเป็นชั้นที่สัมผัสกับสภาพแวดล้อมภายนอกน้อยกว่าชั้นนอกและไม่จำเป็นต้องทนต่อสภาวะการถูกขีดข่วนใด ๆ จึงมักนำเศษยางรถยนต์เก่ามาใช้เป็นวัสดุตัวเติมสำหรับชั้นนี้ไปกับสารเชื่อมติดที่ใช้ เพื่อลดต้นทุนและเพิ่มความหนาของพื้นยางให้เหมาะสม
- 3). ชั้นบนสุดเป็นชั้นที่ต้องการวัสดุที่สามารถทนทานต่อสภาพแวดล้อมต่าง ๆ ไม่ว่าจะเป็นแสงแดด อากาศ ฝน รวมไปถึงการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของสภาพแวดล้อม นอกจากนี้ยังต้องมีคุณสมบัติที่สามารถทนต่อการขีดข่วนและแรงอัดกระแทก เนื่องมาจากการเสียดสีของพื้นรองเท้าขณะทำการแข่งขันกีฬา อีกทั้งต้องมีสีสันตามมาตรฐานของการกีฬาแต่ละประเภท วัสดุที่ใช้จึงเป็นเม็ดยาง EPDM สีสันต่าง ๆ ที่มีความทนทานต่อการขีดข่วน ทนต่อสภาพแวดล้อม ทนโอโซนและออกซิเจนได้ดี

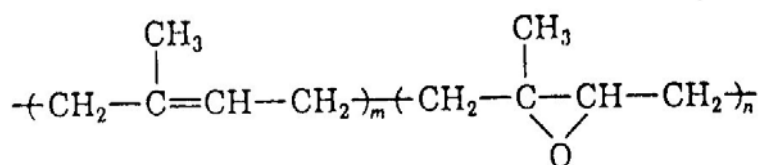
2.2 การทำ Epoxidized Natural Rubber Latex (ENRL) และการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ [2]

การให้น้ำยางมีน้ำหนักโมเลกุลต่ำลงมีหลายวิธี เช่น การใช้แสง ใช้กระบวนการ Oxidation และ การใช้ปฏิกิริยา Redox เป็นต้น เพื่อเพิ่มความสามารถในการเกิดปฏิกิริยากับสารตั้งต้นได้มากขึ้น ส่งผลให้มีปริมาณการเกิดการเชื่อมโยงสูงขึ้นตามไปด้วย อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพในการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางในแต่ละวิธีนั้นมีไม่เท่ากัน ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 แสดงค่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวนของยางที่ลดน้ำหนักโมเลกุลด้วยวิธีการต่าง ๆ [4]

Methods of synthesis	$\overline{M}_n$
Redox method	3,000-35,000
Photochemical	3,000-8,400
Oxidation	2,500-3,000

การลดน้ำหนักโมเลกุลของยางด้วย Periodic acid เป็นวิธีการแบบ Oxidation โดยกระบวนการเริ่มต้นจากการทำ Epoxidation ก่อน เพื่อให้ภายในโมเลกุลของยางมีหมู่ Epoxide ที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยากับโมเลกุลของ Periodic acid ทำให้สามารถตัดสายโซ่โมเลกุลของยางได้ดีขึ้น โดยการทำ Epoxidation จะนำ Natural rubber latex ที่มี 20% Dry rubber content มาเติม Formic Acid เข้าไปก่อนด้วยสัดส่วน $[HCOOH]/[polyisoprene\ unit] = 0.3\ mol/mol$ จากนั้นจึงเติม Hydrogen peroxide ในสัดส่วน $[H_2O_2]/[polyisoprene\ unit] = 0.3\ mol/mol$ ซึ่งการเติมสารเคมีทั้งสองต้องเติมอย่างช้า Formic acid จะทำหน้าที่รวมตัวกับ Hydrogen peroxide ให้กลายเป็น Performic acid ที่พร้อมเข้าทำปฏิกิริยากับพันธะคู่ของยาง ปฏิกิริยาสามารถเกิดได้ดีที่อุณหภูมิ 60 °C จากนั้นจึงนำ Epoxidized natural rubber latex ไปลดน้ำหนักโมเลกุลต่อด้วย Periodic acid โครงสร้างของ Epoxidized natural rubber latex แสดงดังสมการที่ 2.1



สมการที่ 2.1 แสดงโครงสร้างของ Epoxidized natural rubber latex [2].

การวิเคราะห์ปริมาณหมู่ Epoxide สามารถทำได้หลายวิธี ดังแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณหมู่ Epoxide ในยาง Epoxidized natural rubber latex [5]

Anticipated	HBr	^1H n.m.r.	^{13}C n.m.r.	Elemental analysis	Tg (K)	Density (g.cm $^{-3}$)
0	-	-	-	-	206.8	0.898
10	7.5	10.8	10.5	9.1	212.9	0.906
20	14.5	18.9	19.1	17.4	220.2	0.917
35	22.1	31.8	31.8	27.0	231.0	0.937
50	28.0	45.2	45.1	45.9	243.1	0.965
65	31.3	59.7	60.4	61.1	256.6	0.986
75	32.6	67.2	73.7	77.2	267.3	-
90	32.6	82.4	83.6	90.4	276.3	-
a based on amount of per-acetic acid added.						

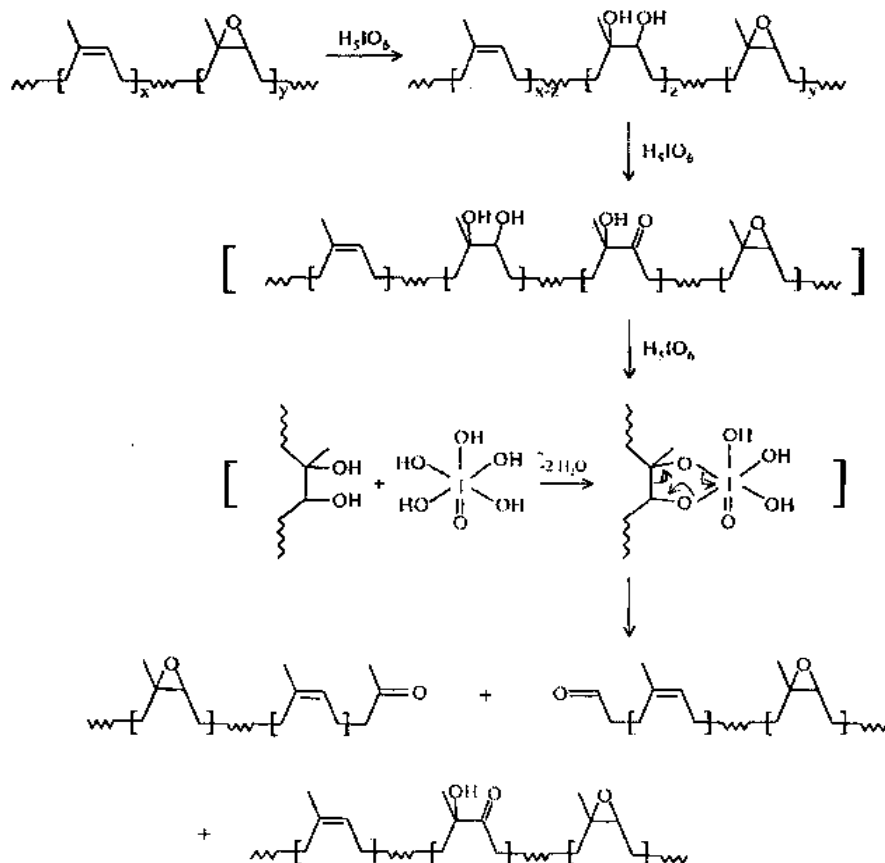
สำหรับการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยใช้ Periodic acid นั้นสามารถ ทำได้ที่อุณหภูมิห้อง โดยปฏิกิริยาในขั้นแรก Periodic acid จะทำปฏิกิริยากับพันธะคู่ จากนั้นจะเกิดการรวมเป็นสารประกอบเชิงซ้อนขึ้น และ Periodic acid จะเข้าไปทำปฏิกิริยาอีกครั้งโดยเกิดการแตกออกของสารเชิงซ้อนนั้น ตามสมการที่ 2.2 ซึ่งปฏิกิริยาจะเกิดได้ดีหรือไม่ขึ้นอยู่กับปริมาณหมู่ epoxide เนื่องจากมีผลการวิจัยพบว่าหมู่ Epoxide ช่วยกระตุ้นให้พันธะคู่สามารถเกิดปฏิกิริยากับ Periodic acid ได้ดีขึ้น ส่งผลให้ยาง ENRL มีอัตราการลดน้ำหนักโมเลกุลที่สูงกว่ายางธรรมชาติปกติ [2]

การลดน้ำหนักโมเลกุลของยางด้วยวิธีนี้ พบว่าปริมาณ Periodic acid $[\text{H}_5\text{IO}_6]/[\text{epoxidized unit}]$ ที่ใช้ในปฏิกิริยา มีผลอย่างมากต่อค่าน้ำหนักโมเลกุลของยาง ดังแสดงในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 ตารางแสดงตัวอย่างสัดส่วน Periodic acid ที่ใช้และน้ำหนักโมเลกุลที่เวลาต่าง ๆ [2]

[H ₅ IO ₆]/[epoxidized unit] = 0.51 mol.mol ⁻¹				
Reaction time (h)	Epoxide content (%)	$\overline{M}_w$ (x10 ⁴)	$\overline{M}_n$ (x10 ⁴)	I ^a
0	20.4	91.41 ^b	14.58	6.27
2	20.4	26.36	1.11	23.79
4	22.2	12.41	0.68	18.17
8	21.8	9.89	0.74	13.28
12	21.4	4.98	0.52	9.67
21	21.6	4.45	0.45	9.86
30	19.8	4.16	0.46	9

^a Polydispersity index.



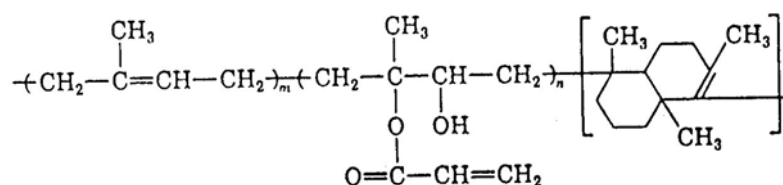
สมการที่ 2.2 แสดงปฏิกิริยาการลดน้ำหนักโมเลกุลโดย Periodic acid

จากปฏิกิริยาที่แสดงในสมการที่ 2.3 โมเลกุลของยางจะมีหมู่ปลายเป็น Carbonyl และ Hydroxyl group เพิ่มขึ้น

2.3 การทำ Acrylated Epoxidized Natural Rubber (AENR)

ปฏิกิริยา Acrylation ของ Epoxidized natural rubber คือปฏิกิริยาที่ทำให้เกิดหมู่ฟังก์ชันเพื่อให้สามารถเกิด Photocrosslinking ได้ โดย

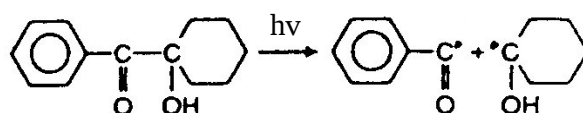
H. Lexuan และ C. Decker [1] ได้ศึกษาปฏิกิริยา Acrylation ของ epoxidized natural rubber ในตัวทำละลาย Toluene โดยพบว่า หากใช้ยาง ENR ความเข้มข้น 50 % โดยน้ำหนัก และใช้ Acrylic acid ปริมาณ 5 เท่าของปริมาณเนื้อยาง โดยทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิประมาณ 35 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 16 ชั่วโมง ตกตะกอนยางด้วยเมทานอล สามารถทำให้เกิด Acrylation ได้ประมาณ 30 % ปฏิกิริยาการเกิด acrylation แสดงดังสมการที่ 2.4 และยังพบว่าปริมาณ acrylation นี้จะทำให้สมบัติเชิงกลของยางที่เกิดการเชื่อมโยงด้วยแสงมีสมบัติเชิงกลที่ดี



สมการที่ 2.3 แสดงโครงสร้างของ Acrylated Epoxidized Natural Rubber (AENR) [1]

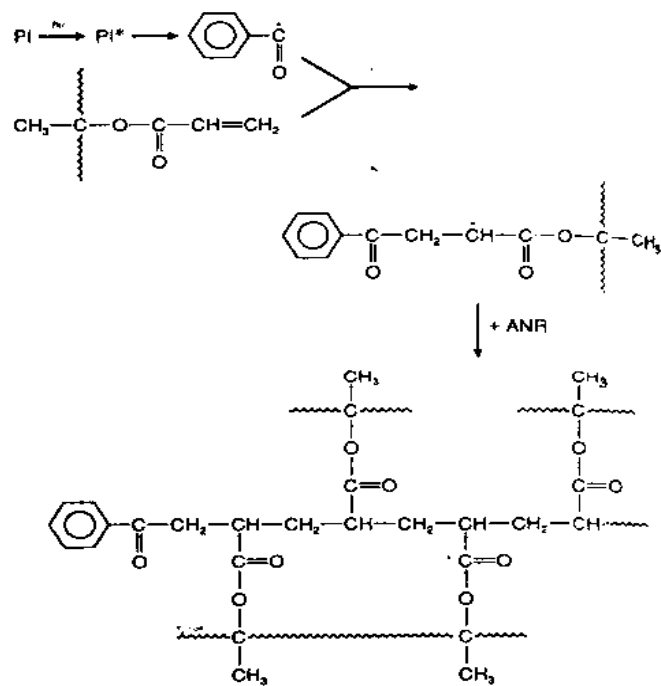
2.4 การทำ Photocrosslink ของ Acrylated Epoxidized Natural Rubber (AENR) [3]

โมเลกุลของยางจะเกิดปฏิกิริยา Photocrosslinking เมื่อโครงสร้างภายในมีหมู่ Function เฉพาะคือหมู่ Acrylate เนื่องจากมี Carbonyl group ที่ไวต่อแสง ทำให้พันธะคู่ที่ Conjugate อยู่ มีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยา สำหรับการเกิดปฏิกิริยาจำเป็นต้องมีตัวริเริ่มที่ไวต่อแสงคือ Photoinitiator เมื่อได้รับรังสี UV สารนี้จะมีการแตกตัวเป็นอนุมูลอิสระ ตัวอย่างของ Photo initiator ที่นิยมใช้ 1-benzoyl-1 hydroxycyclohexane ซึ่งสามารถเกิดการแตกตัว แล้วไปเริ่มการเกิดปฏิกิริยากับพันธะคู่ในโมเลกุลของยางที่มี acrylate ทำให้เกิด Crosslink ขึ้นได้ ดังแสดงในสมการที่ 2.5 และ 2.6



สมการที่ 2.4 แสดงโครงสร้างของ Photoinitiator (1-benzoyl-1 hydroxycyclohexane)

และการแตกตัวของ Initiator [1]



สมการที่ 2.5 แสดงการเกิด Photocrosslink ของ Acrylated Epoxidized Natural Rubber (AENR) [3]

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 การทำ Epoxidized Natural Rubber Latex (ENRL)

นำ Natural rubber latex ที่มีความเข้มข้นของเนื้อยางแห้ง (Dry Rubber Content, DRC) 20 % เติม Stabilizer (Igepal CO-890) 3 % ของน้ำหนักเนื้อยาง กวนต่อเนื่องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้แอมโมเนียระเหยไปจนหมด จากนั้นจึงนำน้ำยางมาทำปฏิกิริยา Epoxidation ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จากนั้นเติมกรดฟอร์มิก ลงไปในปริมาณ 30 % โดยน้ำหนักของเนื้อยาง และทำการกวนต่อเนื่องทั้งวันนาน 15 นาที เพื่อให้ Formic acid สามารถกระจายตัวได้ดีในน้ำยาง จากนั้นเติม Hydrogen peroxide ในสัดส่วน 30 % โดยน้ำหนักเนื้อยางและกวนให้ปฏิกิริยาดำเนินไปเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ศึกษาปริมาณการเกิด epoxidation

3.2 การลดน้ำหนักโมเลกุลของยาง Epoxidized Natural Rubber Latex (ENRL)

ขั้นตอนการลดน้ำหนักโมเลกุลของ Epoxidized natural rubber latex โดยศึกษาผลของสัดส่วนของ Periodic acid ต่อการลดน้ำหนักโมเลกุล เริ่มจากนำน้ำยาง ENR เติม Periodic acid ในสัดส่วน 1, 2, 5 และ 10 % โดยน้ำหนักเนื้อยาง ให้ปฏิกิริยาดำเนินไปเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยา นำไปวิเคราะห์ผลโดยเทคนิค FT-IR และความหนืดโดยวิธีสารละลายเพื่อหาน้ำหนักโมเลกุล โดยในการวัดความหนืดของสารละลายยางนั้น ดำเนินการโดยการละลายยางในตัวทำละลายโทลูอีนด้วยการ Reflux ยางในโทลูอีนที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส จนละลายหมด เมื่อสารละลายเย็นตัวลง นำไปวัดความหนืด ด้วยเครื่อง Ubbelohde Viscometer เพื่อคำนวณหาความหนืดและน้ำหนักโมเลกุล

3.3 ปฏิกิริยา Acrylation ของยางที่ลดน้ำหนักโมเลกุลแล้ว (จากข้อ 3.2)

นำน้ำยางที่ได้จากข้อ 3.2 มาทำปฏิกิริยา Acrylation เริ่มจากให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส และเติม Igepal CO-890 3 % โดยน้ำหนักเนื้อยาง เพื่อทำให้น้ำยางเสถียร จากนั้นเติม Acrylic acid ในสัดส่วน 50 % โดยน้ำหนักเนื้อยาง ให้ปฏิกิริยาดำเนินไปเป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อปฏิกิริยาเสร็จสิ้น วิเคราะห์ผลการเกิดปฏิกิริยา Acrylation โดยเทคนิค FT-IR

3.4 การศึกษาการเกิด Photocrosslinking ของยาง ที่ผ่านกระบวนการ Acrylation แล้ว

ในขั้นตอนนี้จะศึกษาถึงผลของปริมาณของ Photoinitiator ซึ่งทำให้น้ำยาง Acrylated epoxidized liquid natural rubber (AELNR) เกิดการเชื่อมโยงด้วยการฉายรังสี UV โดยมี Photoinitiator คือ Darocure 1173

ขั้นตอนแรก นำน้ำยาง AELNR ที่มี 10 % ของเนื้อยาง มาปริมาณ 15 มิลลิลิตร เติม Darocure 1173 ปริมาณ 10 20 และ 30 % โดยน้ำหนักของยางลงไป ผสมเป็นเวลา 10 นาที เทใส่จานเลี้ยงเชื้อ จากนั้นฉายรังสี UV ความยาวคลื่น 256 นาโนเมตร เป็นเวลา 30 นาที วิเคราะห์การเกิด Crosslink ด้วยเทคนิค FT-IR และทดสอบสมบัติความสามารถในการละลายของยางก่อนและหลังการเกิด Photocrosslink

บทที่ 4

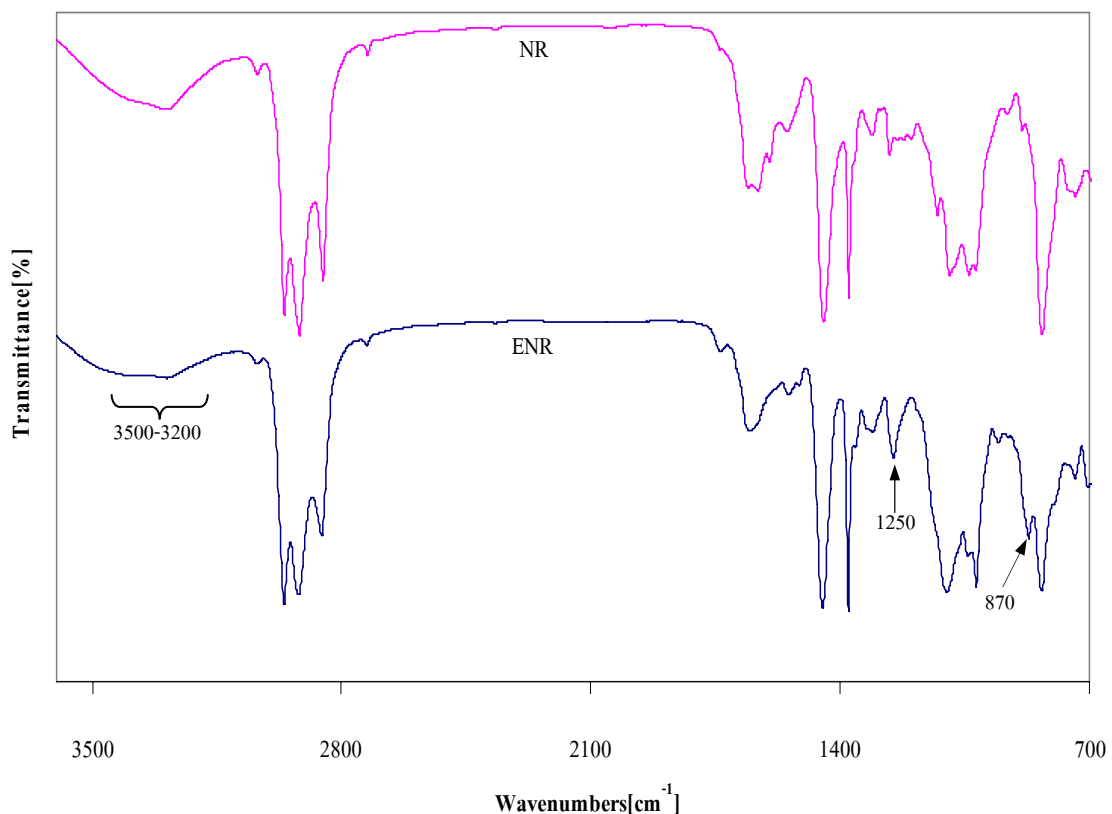
ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 การศึกษาการเกิด Epoxidation ของน้ำยาง

4.1.1 การวิเคราะห์ผลการเกิด Epoxidation ด้วยเทคนิค FT-IR

งานวิจัยนี้เริ่มจากการทำปฏิกิริยา Epoxidation ของยางในน้ำยางก่อน เพื่อเพิ่มอัตราการตัดน้ำหนักโมเลกุล ของยางทำปฏิกิริยากับ Periodic acid [2]

หมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นหลังจากนำน้ำยางธรรมชาติมาทำปฏิกิริยา Epoxidation ศึกษาจาก FT-IR Spectrum ของน้ำยางธรรมชาติเทียบกับน้ำยางที่ผ่านการทำปฏิกิริยา Epoxidation แล้ว ดังรูปที่ 4.1 พบว่าที่ความยาวคลื่น $870\text{--}880\text{ cm}^{-1}$ เป็น Peak การยึดอย่างไม่สมมาตรของหมู่ Epoxide และที่ความยาวคลื่น $1240\text{--}1250\text{ cm}^{-1}$ เป็น Peak การยึดอย่างสมมาตรของหมู่ Epoxide โดยทั้ง 2 peak สามารถยืนยันได้ว่าภายในโมเลกุลของยางมีหมู่ Epoxide เกิดขึ้นแล้ว แตกต่างอย่างชัดเจนเมื่อเทียบกับ IR Spectrum ของน้ำยางธรรมชาติ ซึ่งเป็นไปตามงานวิจัยที่ Pinyocheep และคณะ [2] ได้รายงานไว้



รูปที่ 4.1 FT-IR แสดงการเปรียบเทียบระหว่างยางธรรมชาติกับยาง ENR

4.1.2 การวิเคราะห์การเกิด Epoxidation โดยเทคนิคการไตเตรตกับ HBr/Acetic acid

การวิเคราะห์โดยการไตเตรตกับ ENR กับ HBr/Acetic acid ความเข้มข้น 0.1481 M ที่เวลาของปฏิกิริยาต่างกัน ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา Epoxidation และ % Epoxidation ที่ได้

Reaction time (hr)	น้ำหนักยางแห้ง (กรัม)	% Epoxidation ต่อ น้ำหนักยางแห้ง
2	0.265	18.70
4	0.201	19.12
6	0.200	21.18

จากตารางที่ 4.1 พบว่าเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยา Epoxidation เพิ่มขึ้น ปริมาณการเกิดหมู่ Epoxide ในโมเลกุลของยางธรรมชาติมากขึ้น ซึ่งจะทำให้ โมเลกุลของยางตรงบริเวณ หมู่ epoxide สามารถทำปฏิกิริยาในขั้นต่อไปได้มากขึ้น สายโซ่โมเลกุลของยางจะสามารถถูกตัดให้สั้นได้มากขึ้น

4.2 การศึกษาผลของสัดส่วนของ Periodic acid (H_5IO_6) ต่อการลดน้ำหนักโมเลกุลของ Epoxidized Natural Rubber Latex (ENRL)

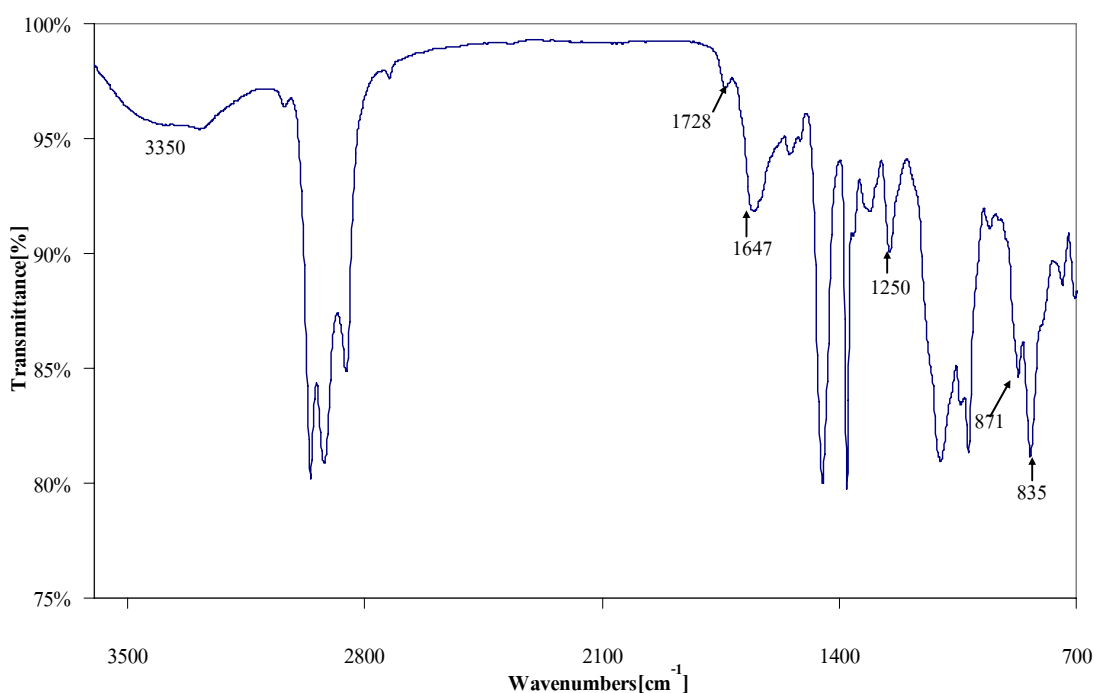
4.2.1 การศึกษาผลของปริมาณของ Periodic acid ที่มีต่อความสามารถในการลดน้ำหนักโมเลกุลของยาง

ปริมาณของ Periodic acid ที่เติมลงไปเพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยา Oxidation ส่งผลโดยตรงต่อน้ำหนักโมเลกุลของยาง และสามารถส่งผลต่อความยืดหยุ่นของสารเชื่อมติดที่ได้ ซึ่งเมื่อใช้ Periodic acid มากเกินไปจะทำให้สารเชื่อมติดที่ได้มีความยืดหยุ่นลดลง เพราะสายโซ่โมเลกุลของยางสั้นเกินไป หรือยางหลังจากเกิดการเชื่อมโยงสมบูรณ์มีความเปราะ ซึ่งไม่เหมาะต่อการนำมาทำเป็นสารเชื่อมติด ดังนั้นในการวิจัยนี้จึงได้ทำการปรับสัดส่วนของ Periodic acid เพื่อให้ได้ปริมาณของ Periodic acid ที่เหมาะสม ในงานวิจัยนี้จะใช้ ปริมาณ Periodic acid ดังนี้คือ 1 2 5 และ 10 % โดยน้ำหนักของยาง (กลไกการเกิดของปฏิกิริยาดังสมการที่ 2.3 ในบทที่ 2 ตอนที่ 2.2)

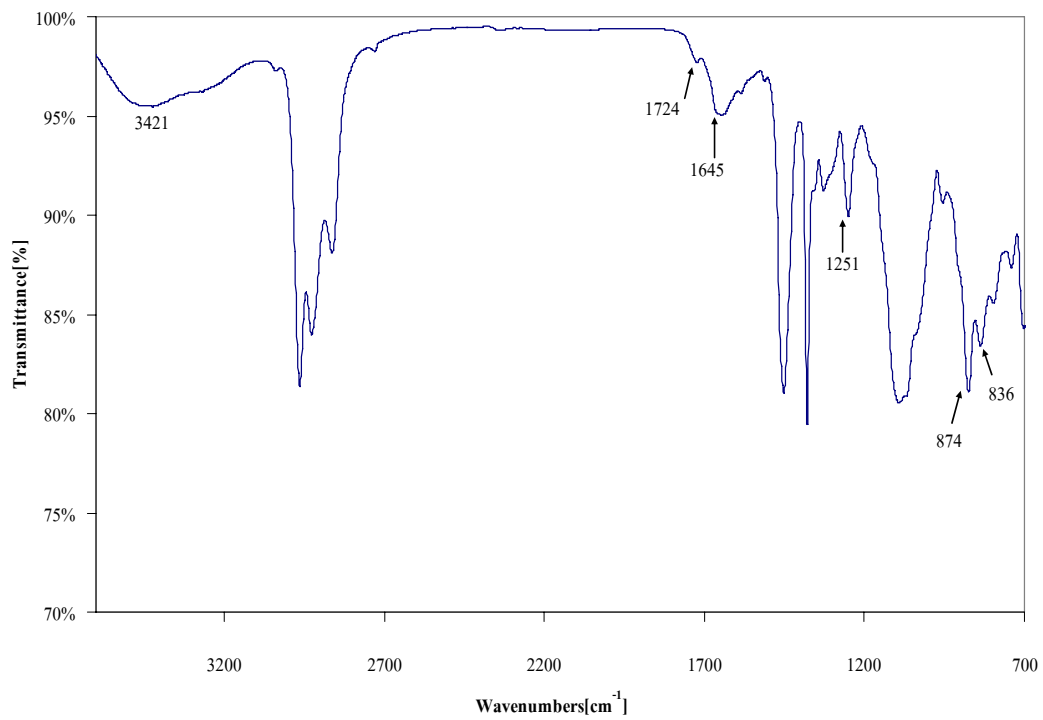
จากผลการทดสอบ FT-IR ของยาง ENR ที่สังเคราะห์และทำปฏิกิริยากับ periodic acid ปริมาณต่างๆ ที่กล่าวข้างต้น แสดงดังรูปที่ 4.2-4.6 และรูปที่ 4.7 เป็นรูปเปรียบเทียบ ยางที่ผ่านปฏิกิริยา epoxidation กับยาง epoxidation ที่ผ่านการทำปฏิกิริยากับ periodic acid 2 % ซึ่งพบว่า ยาง epoxidized ที่ผ่านการทำปฏิกิริยากับ periodic acid มีสัญญาณที่ความยาวคลื่น 1724 cm^{-1} , $1640\text{-}1660\text{ cm}^{-1}$ และ 1100

cm^{-1} ซึ่งเป็นการยืดของหมู่ Carbonyl การยืดของ $\text{C}=\text{C}$ และ การสั่นของ $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ ในหมู่ Epoxide ตามลำดับ นอกจากนี้ที่ตำแหน่งความยาวคลื่นที่ $1640-1660 \text{ cm}^{-1}$ พบว่ามีความเข้มของ สัญญาณ ต่ำลง เนื่องจากการทำปฏิกิริยาของ Periodic acid จะเข้าทำปฏิกิริยาที่ตำแหน่งพันธะคู่ของยาง และอีกตำแหน่งที่ 1100 cm^{-1} ซึ่งพบว่ามีความเข้มมากขึ้น แสดงว่าหมู่ Epoxide ในยาง epoxidized ที่ผ่านการทำปฏิกิริยากับ periodic acid สามารถเกิดการสั่นได้มากขึ้น เมื่อเทียบกับยาง ENR ที่ยังไม่ได้ดัดน้ำหนักรีดโมเลกุล ซึ่งเป็นผลมาจากขนาดของโมเลกุลที่เล็กลง

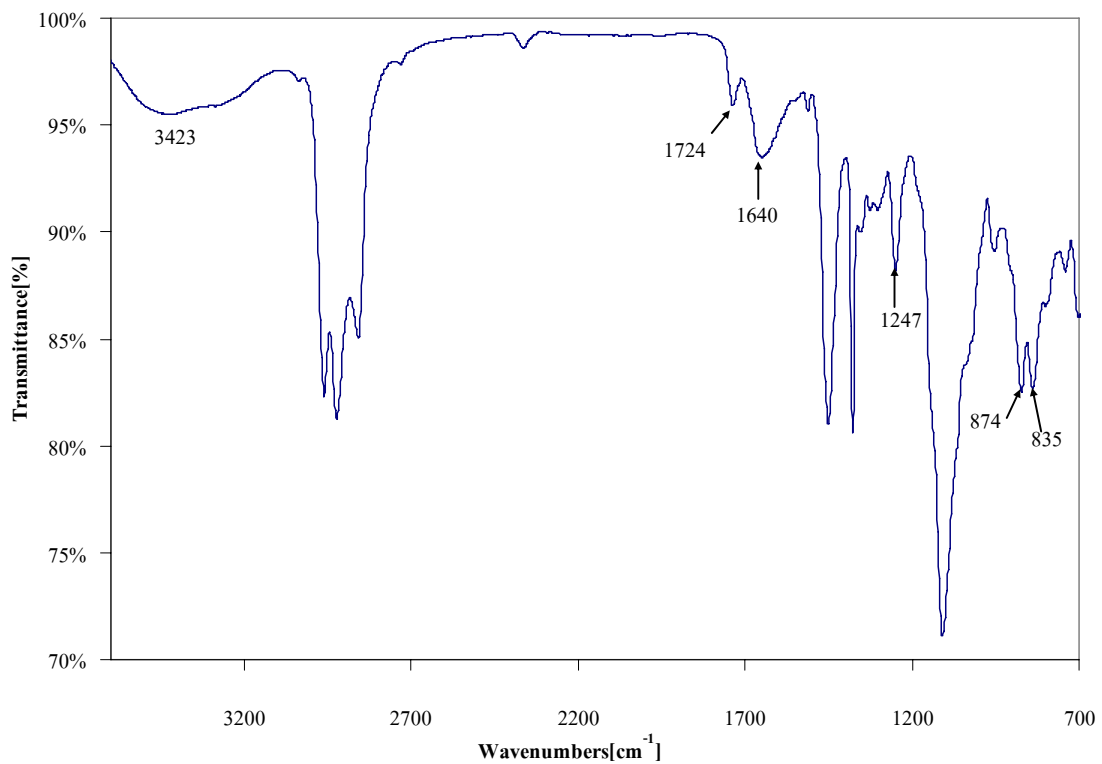
สำหรับการศึกษาน้ำหนักโมเลกุลของยางที่ลดน้ำหนักโมเลกุลแล้วนี้ ในงานวิจัยนี้ใช้ วิธีการศึกษาหาค่าความหนืดของสารละลายยางในโทลูอินด้วย Ubbelohde Viscometer ซึ่งได้ผลการคำนวณของน้ำหนักโมเลกุลจากค่าความหนืดดังตารางที่ 4.2 สำหรับยาง ENR ที่ลดน้ำหนักโมเลกุลด้วย Periodic acid ในสัดส่วน 10 % ของเนื้อยาง ไม่สามารถคำนวณด้วย Ubbelohde Viscometer ได้เนื่องจากยางที่ได้หลังจากนำไปอบแห้งไม่สามารถละลายในโทลูอิน



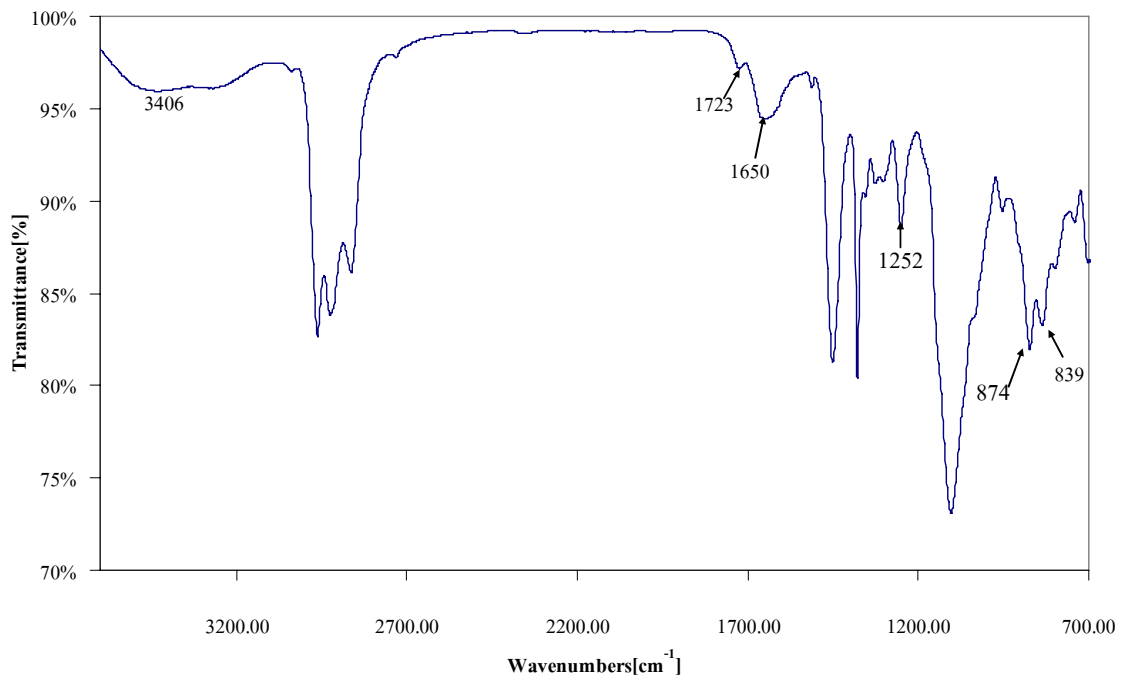
รูปที่ 4.2 FT-IR spectrum ของยาง ENR ก่อนทำการลดน้ำหนักโมเลกุล



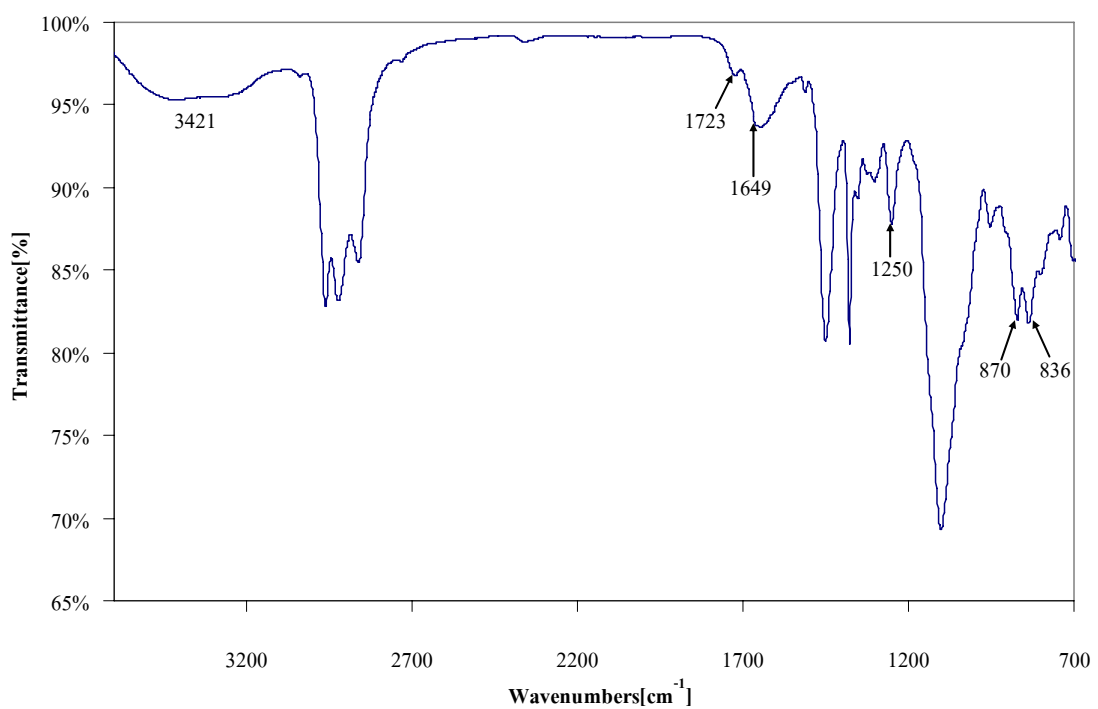
รูปที่ 4.3 FT-IR spectrum ของยาง ENR + 1% Periodic Acid



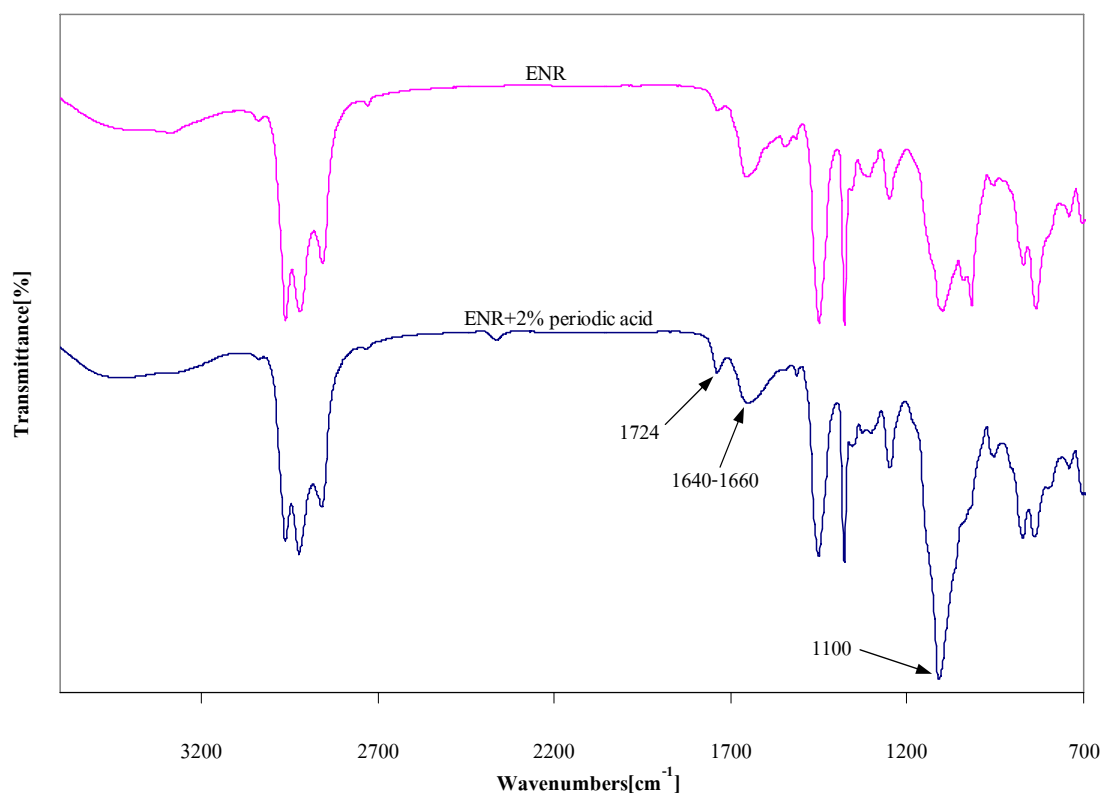
รูปที่ 4.4 FT-IR spectrum ของยาง ENR + 2% Periodic Acid



รูปที่ 4.5 FT-IR spectrum ของยาง ENR + 5% Periodic Acid



รูปที่ 4.6 FT-IR spectrum ของยาง ENR + 10% Periodic Acid

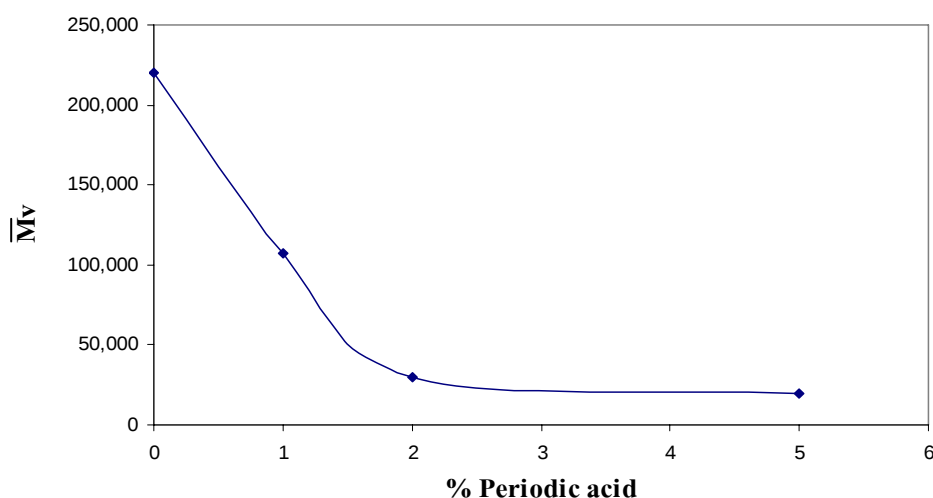


รูปที่ 4.7 FT-IR spectrum แสดงการเปรียบเทียบระหว่าง ENR กับ ENR + 2% Periodic acid

4.2.2 การศึกษาผลของสัดส่วนของ Periodic acid ต่อการลดน้ำหนักโมเลกุลของยาง โดย

เทคนิคการหาความหนืด

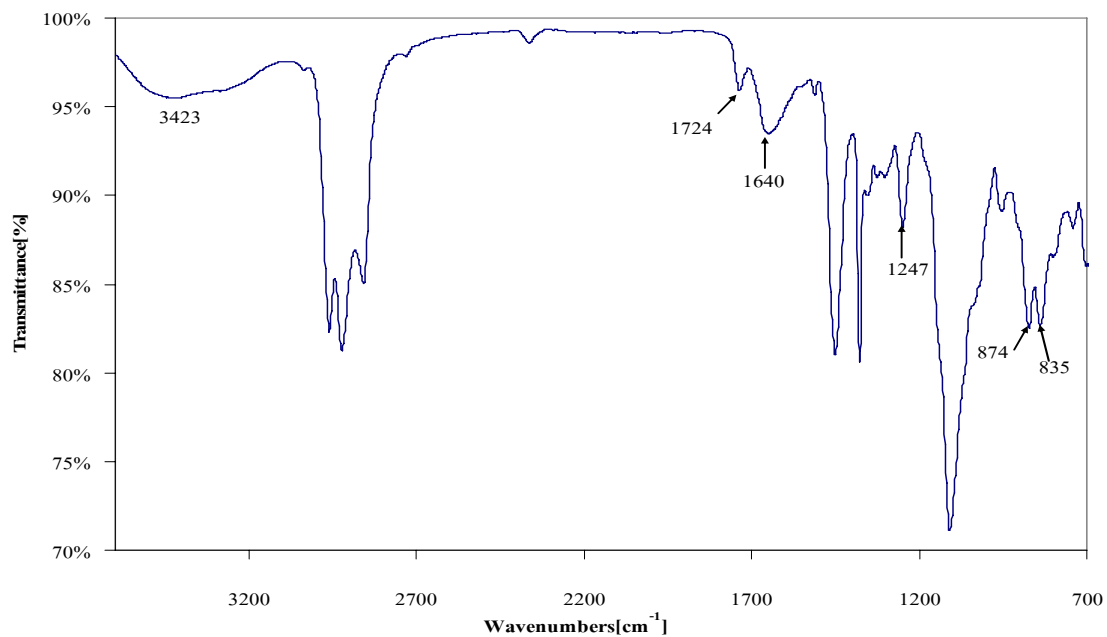
ผลการวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลของยางที่ลดน้ำหนักโมเลกุลแล้ว โดยการวัดความหนืดของสารละลายยางในโทลูอีนด้วย Ubbelohde Viscometer แสดงดังรูปที่ 4.8 พบว่าเมื่อเพิ่มสัดส่วนของ Periodic acid มากขึ้น แนวโน้มของน้ำหนักโมเลกุลของยางจะต่ำลง เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยา Oxidation กับยาง ENR ดังได้กล่าวไว้แล้วในบทที่ 2 อย่างไรก็ตาม ปริมาณ periodic acid ที่เหมาะสมต่อการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางอยู่ที่ 2 %



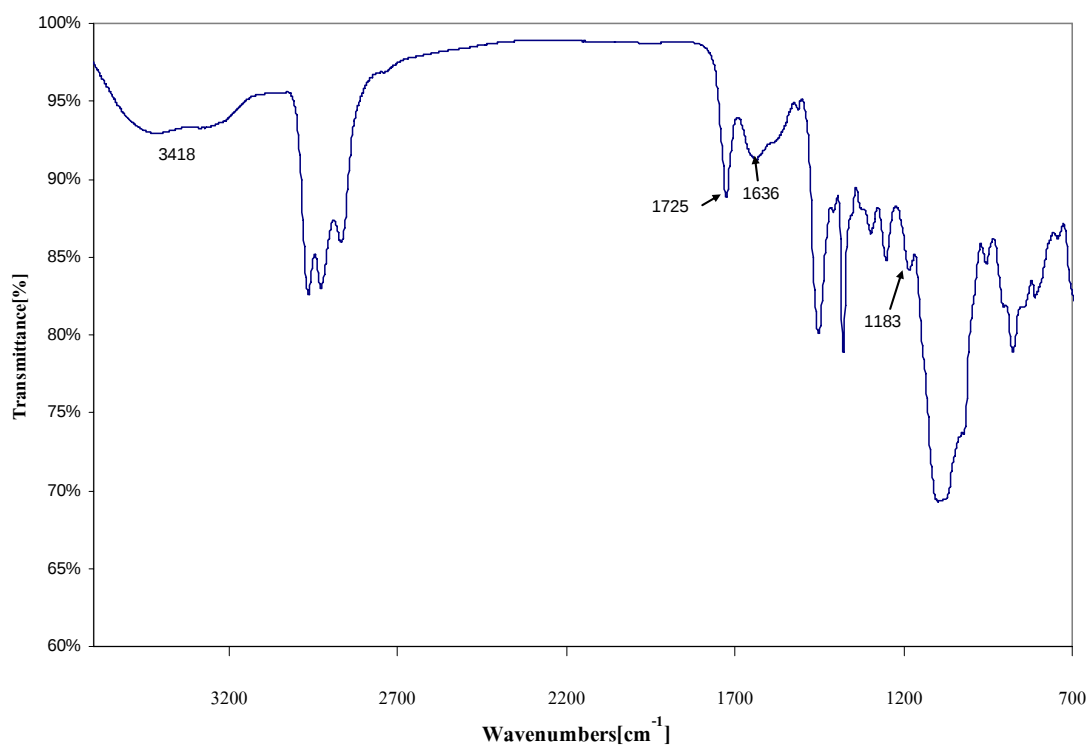
รูปที่ 4.8 แสดงแนวโน้มการลดลงของน้ำหนักโมเลกุล ตามปริมาณของ % Periodic acid ที่ใช้

4.3 ปฏิกิริยา Acrylation ของยางที่ลดน้ำหนักโมเลกุลด้วย Periodic Acid

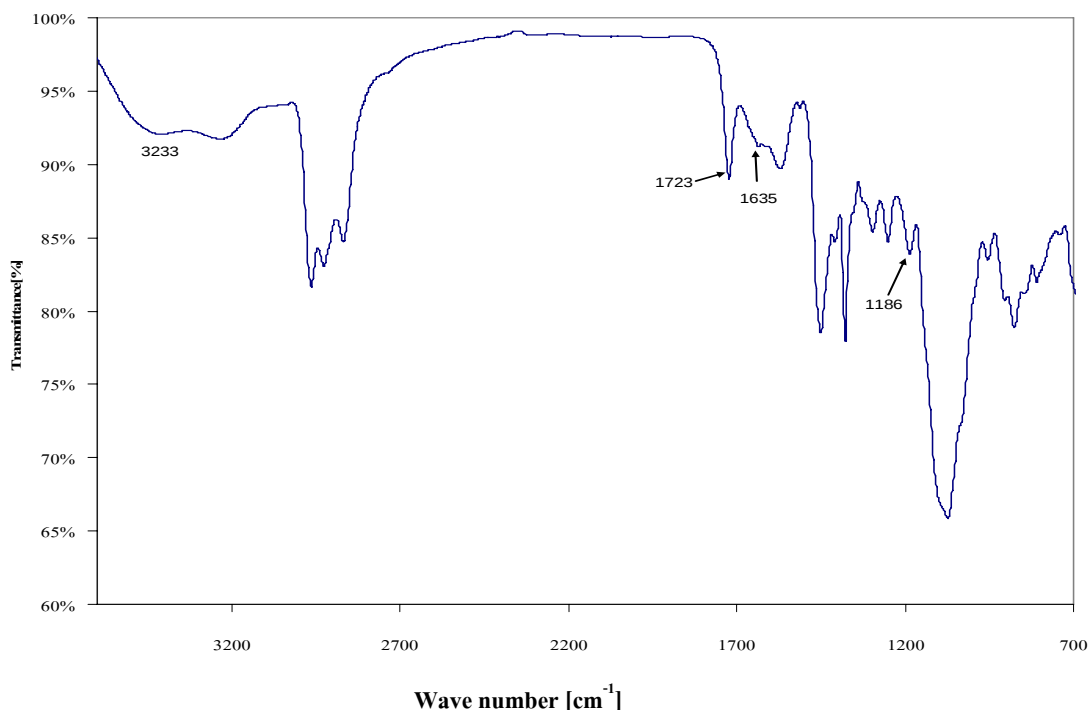
ในปฏิกิริยา acrylation นั้น เริ่มจากนำยางที่ลดน้ำหนักโมเลกุลด้วย Periodic acid แล้ว มาทำปฏิกิริยากับ acrylic acid พบว่าการใช้ Periodic acid มากขึ้นสามารถลดน้ำหนักโมเลกุลของยางได้มากขึ้น ซึ่งจะสามารถทำให้เกิดปฏิกิริยากับ Acrylic acid ได้มากขึ้นด้วย จาก FT-IR spectrum ที่แสดงในรูปที่ 4.9-4.12 สัญญาณ ที่ตำแหน่ง $1720-1730\text{ cm}^{-1}$ ที่มีความเข้มมากขึ้น แสดงถึงปริมาณหมู่ Carbonyl ของ Acrylate ที่มีมาก



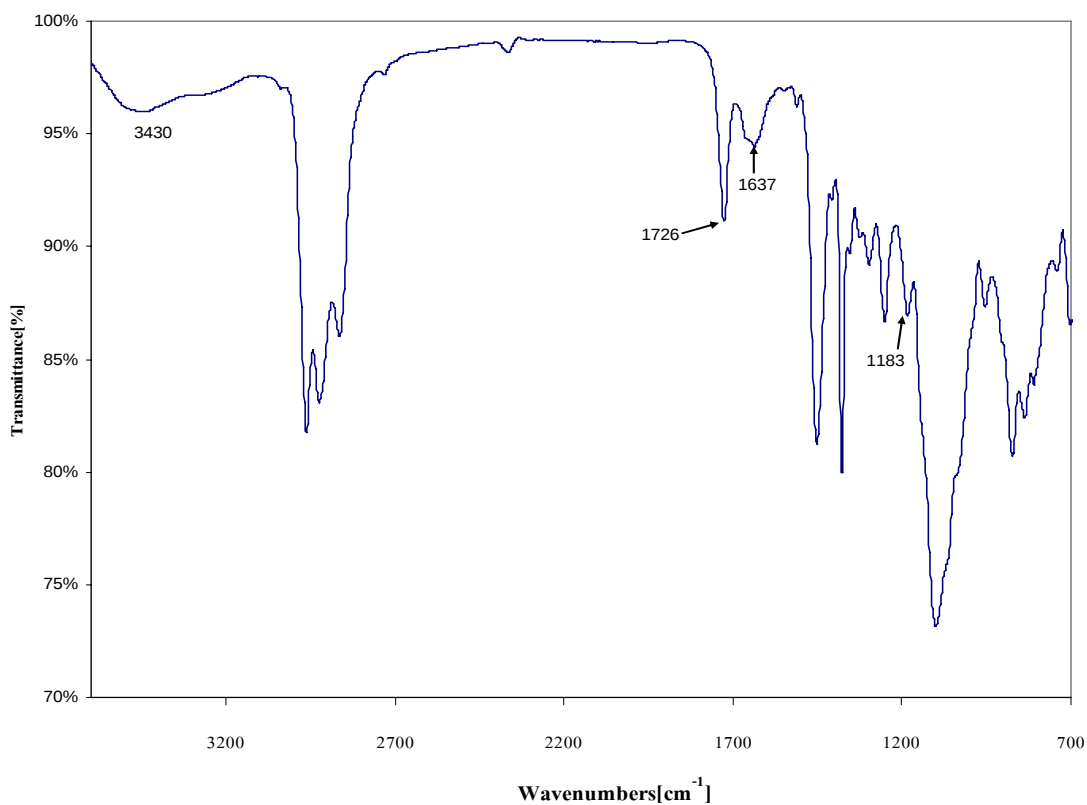
รูปที่ 4.9 FT-IR spectrum แสดงเมื่อมีการลดลงของน้ำหนักโมเลกุลด้วย 2% Periodic acid ก่อนทำปฏิกิริยา Acrylation



รูปที่ 4.10 FT-IR spectrum แสดง ENR + 1% Periodic acid ที่มีการเกิด Acrylation

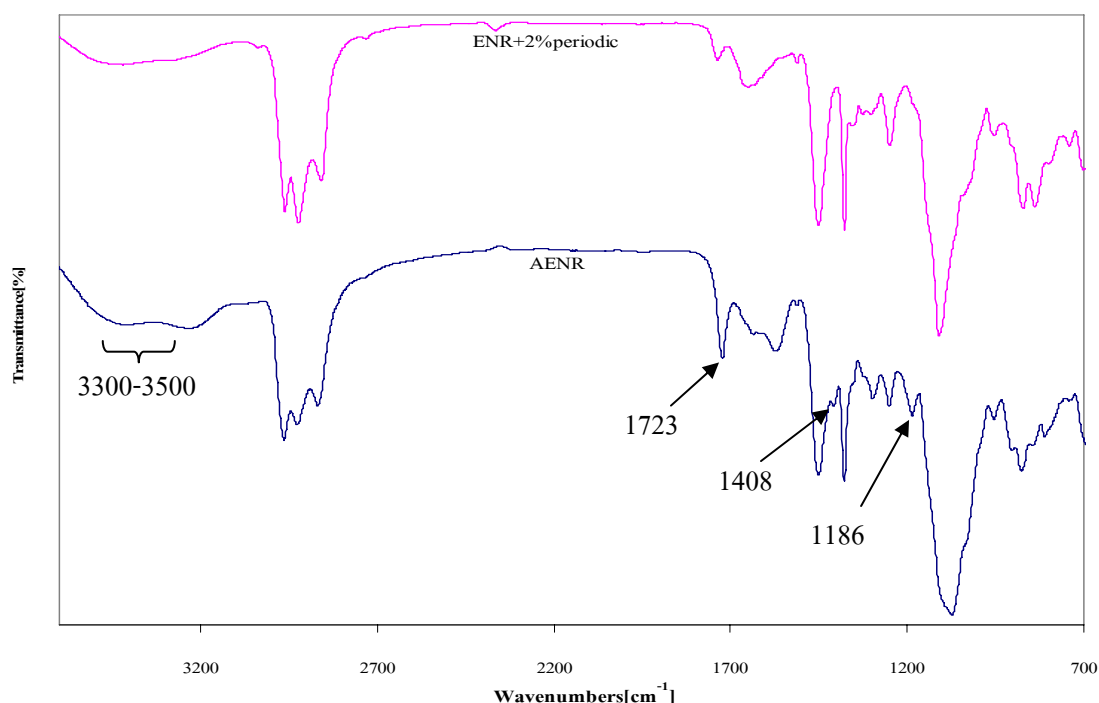


รูปที่ 4.11 FT-IR spectrum แสดง ENR + 2% Periodic acid ที่มีการเกิด Acrylation



รูปที่ 4.12 FT-IR spectrum แสดง ENR + 5% Periodic acid ที่มีการเกิด Acrylation

ข้อสังเกตในรูปที่ 4.13 ซึ่งพบว่ามีสัญญาณ ที่ตำแหน่ง $3300-3500\text{ cm}^{-1}$ $1720-1730\text{ cm}^{-1}$ $1190-1200\text{ cm}^{-1}$ และ 1408 cm^{-1} ซึ่งเป็นการยืดของ O-H C=O C-O และการงอของพันธะ C=C ในหมู่ Acrylate ตามลำดับ แสดงว่ายางที่สังเคราะห์ได้มีหมู่ฟังก์ชันที่เกิดจากการทำปฏิกิริยากันของหมู่ฟังก์ชันที่ติดกับ acrylic acid แล้ว นอกจากนี้ ตามขั้นตอนของการเกิดปฏิกิริยา พบว่า สัญญาณที่ตำแหน่ง 870 cm^{-1} ควรมีความเข้มลดลง [1] แต่สำหรับการทดลองนี้ เนื่องจากไม่ได้กำจัด Formic acid และ Hydrogen peroxide จากขั้นตอนการทำ Epoxidation ออก จึงน่าจะเป็นไปได้ว่าอาจเกิดหมู่ Epoxide ขึ้นในระหว่างการทำปฏิกิริยา Acrylation ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น เกิดที่อนุมูลใกล้เคียงกันกับขั้นตอนการทำปฏิกิริยา Epoxidation ทำให้สารเคมีที่เหลืออยู่เกิดปฏิกิริยาต่อได้ จึงพบว่ามีสัญญาณดังกล่าวมีความเข้มมากขึ้น



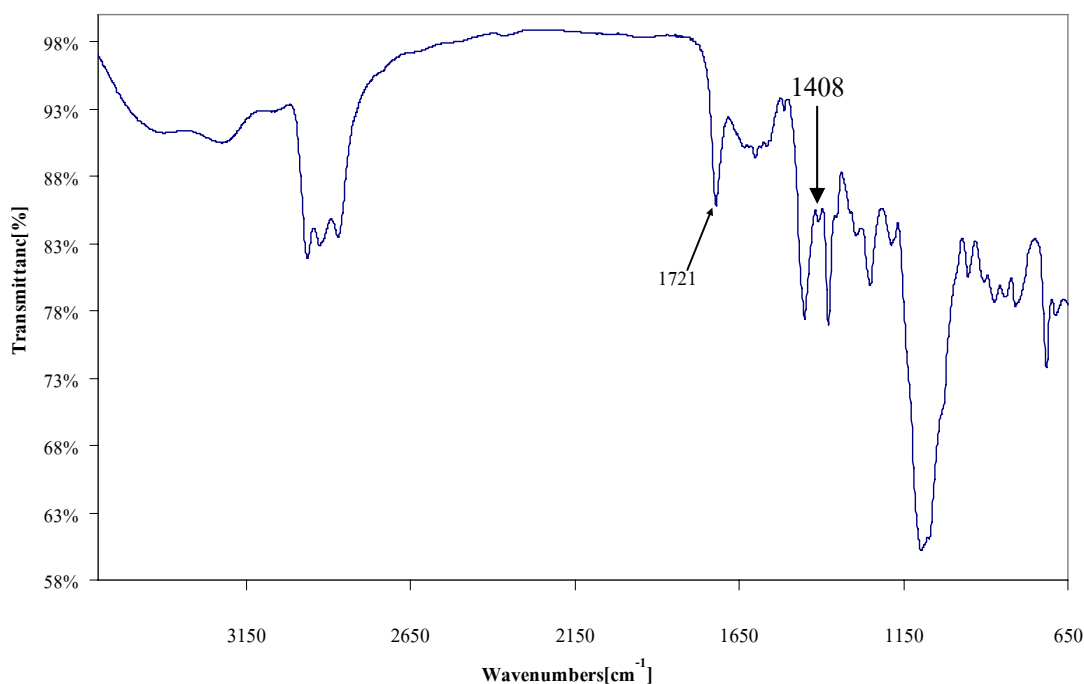
รูปที่ 4.13 FT-IR spectrum แสดงการเปรียบเทียบเมื่อการเกิด Acrylation

4.4 การเกิดปฏิกิริยา Photocrosslink

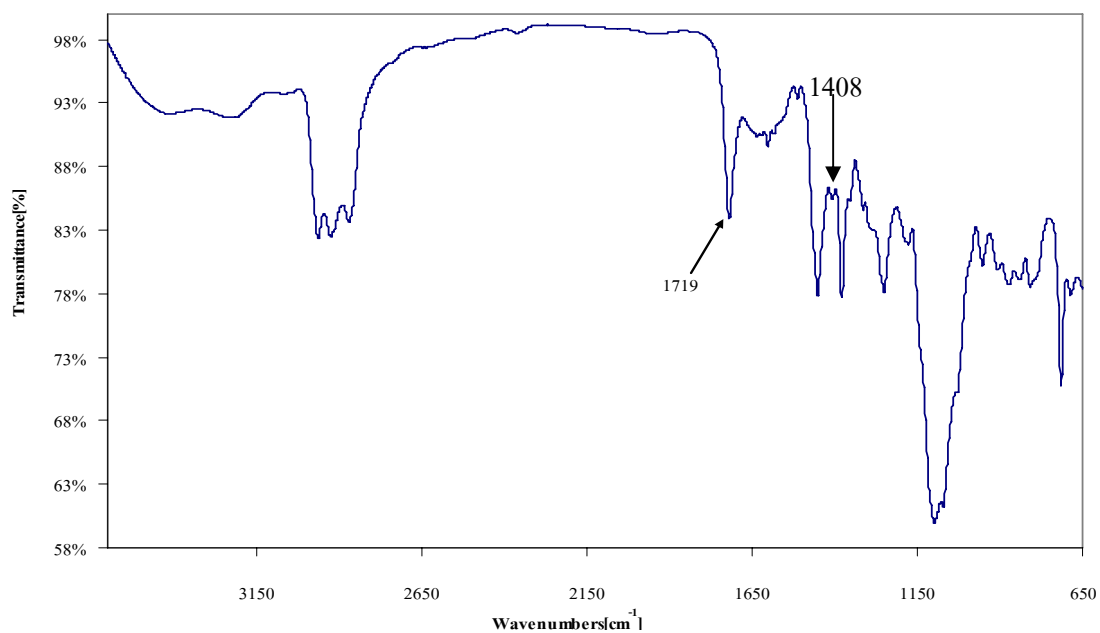
4.4.1 ศึกษาผลของปริมาณ Photoinitiator ต่อการเกิด Photocrosslink

จากผลการทดสอบการทำให้เกิด crosslink ด้วยการใช้แสง พบว่า ยางที่มีการใช้ periodic acid 5 % เพื่อตัดโมเลกุลยางให้สั้นลง พบว่า ยางที่เกิด crosslink แล้วมีความเปราะ ไม่สามารถขึ้นรูปเป็นฟิล์มได้ ดังนั้นในการทดลองการทำการ crosslink ด้วยแสงนี้ จะใช้ยางที่ตัดน้ำหนักโมเลกุลด้วย periodic 2 %

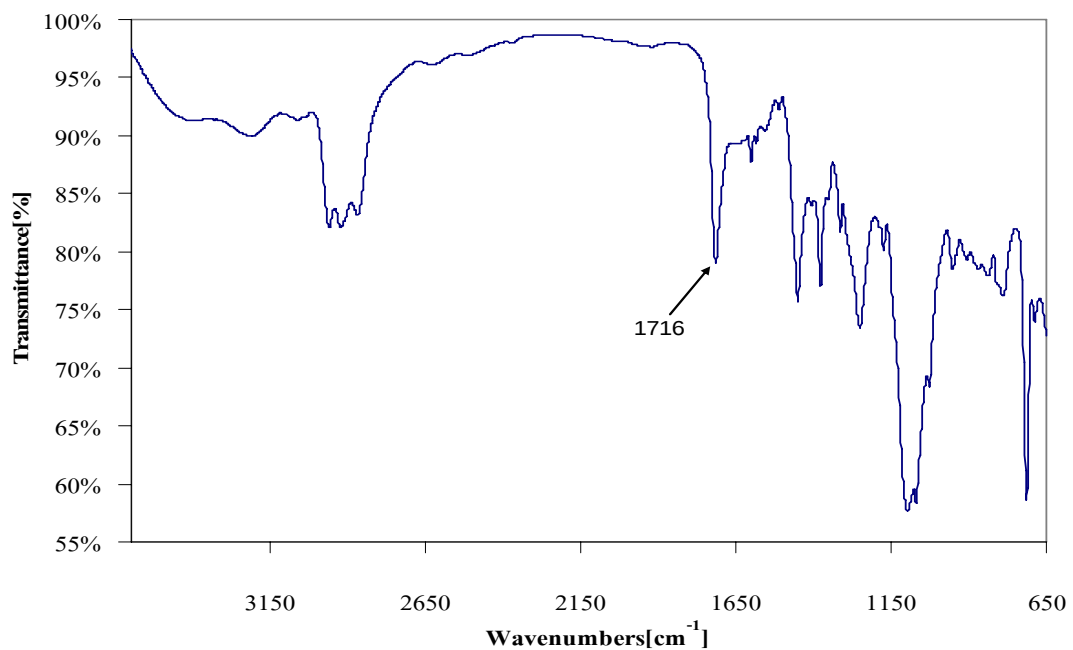
การศึกษาการเกิด Crosslink ของยาง AENR ที่ทำการ Cure ด้วยการฉายรังสี UV โดยเทคนิค FT-IR พบว่า เมื่อเกิดการ Crosslink ขึ้น พันธะคู่ในหมู่ Acrylate จะเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงเป็นร่างแห ส่งผลให้พันธะคู่ที่ Conjugate กับหมู่ Carbonyl ของ Acrylate ลดลง ทำให้ สัญญาณที่ตำแหน่ง 1720-1730 cm^{-1} เคลื่อน ลงมาอยู่ที่ตำแหน่ง 1710-1725 cm^{-1} นอกจากนี้การใช้ Darocure 1173 ในปริมาณที่มากขึ้น ทำให้ สัญญาณมีการเคลื่อนลงมากขึ้น ดังรูปที่ 4.14-4.16



รูปที่ 4.14 FT-IR spectrum แสดง AENR + 2% Periodic acid ที่มีการทำ Curing 30 นาที เมื่อใช้ Darocure 1173 ในสัดส่วน 10% โดยน้ำหนัก

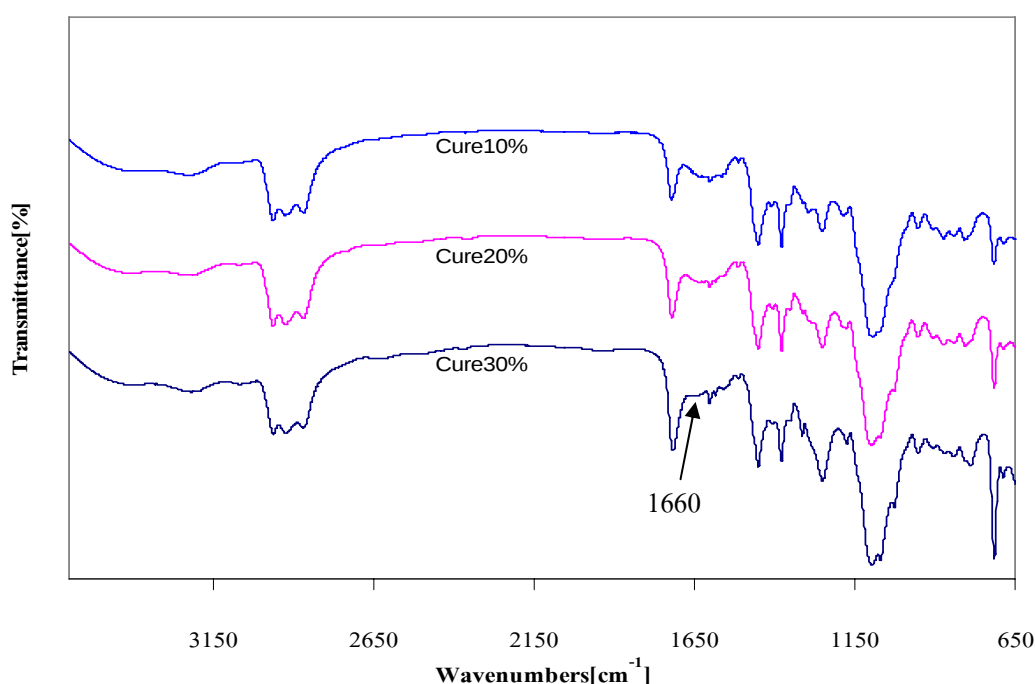


รูปที่ 4.15 FT-IR spectrum แสดง AENR + 2% Periodic acid ที่มีการทำ Curing 30 นาทีเมื่อใช้ Darocure 1173 ในสัดส่วน 20% โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.16 FT-IR spectrum แสดง AENR + 2% Periodic acid ที่มีการทำ Curing 30 นาทีเมื่อใช้ Darocure 1173 ในสัดส่วน 30% โดยน้ำหนัก

จากงานวิจัยของ H. Lexaun และ C. Decker [1] พบว่าเมื่อเกิดการเชื่อมโยงขึ้นอย่างสมบูรณ์ จะทำให้ สัญญาณ ที่ตำแหน่ง 1408 cm^{-1} ซึ่งเป็น สัญญาณการงอของพันธะคู่หายไป แต่จากการทดลองพบว่า ยางที่ผ่านการเชื่อมโยงแล้ว ยังมี สัญญาณ ดังกล่าวปรากฏอยู่ เนื่องจาก Darocure 1173 เป็น Photoinitiator ที่ใช้ในสารละลายอินทรีย์ ทำให้กระจายตัวในน้ำยางได้ไม่ทั่วถึงส่งผลต่อประสิทธิภาพ การเกิดเชื่อมโยงทำให้ยางไม่สามารถเกิดการ เชื่อมโยงได้ทั่วถึงเท่าที่ควร แต่สามารถเชื่อมโยงได้เฉพาะ บริเวณผิวหน้าของยางเท่านั้น นอกจากนี้ ที่ 1660 cm^{-1} ซึ่งเป็นสัญญาณ การยืดของพันธะคู่ในยาง พบว่า มีความเข้มลดลงเมื่อใช้ Darocure 1173 ในสัดส่วนที่มากขึ้น เนื่องจากปฏิกิริยา Photocrosslinking เกิด กับพันธะคู่ในยาง ทำให้ สัญญาณนี้มีความเข้มลดลง ดังรูปที่ 4.17



รูปที่ 4.17 FT-IR spectrum เปรียบเทียบระหว่างการ Cure ด้วย Darocure 1173 ในสัดส่วน 10 20 และ 30% โดยน้ำหนัก

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

สามารถปรับปรุงน้ำยางธรรมชาติ (Liquid natural rubber) ให้มีหมู่ฟังก์ชันที่สามารถเกิดการเชื่อมโยงเป็นร่างแหได้ ด้วยการฉายรังสี UV ที่อุณหภูมิห้อง โดยเริ่มจากการทำปฏิกิริยา Epoxidation ซึ่งได้เปอร์เซ็นต์ Epoxidation ประมาณ 20-25 % จากนั้นเป็นขั้นตอนการตัดน้ำหนักรีดด้วย Periodic acid ในสัดส่วน 2 % โดยน้ำหนักรีดอย่าง ทำให้ได้น้ำหนักรีดเฉลี่ยเชิงความหนืดเท่ากับ 31,844 และมีสมบัติที่เหมาะสม ต่อการสังเคราะห์ในขั้นตอนต่อไป คือทำให้มีหมู่ฟังก์ชัน Acrylate จากปฏิกิริยา Acrylation ด้วย Acrylic acid ในสัดส่วน 50 % โดยน้ำหนักรีดของน้ำยาง จากการศึกษาก่อให้เกิดปฏิกิริยาการเชื่อมโยง ด้วยการฉายรังสี UV ที่อุณหภูมิห้อง สามารถเกิดทำให้เกิดการเชื่อมโยงได้ซึ่งยางที่ได้หลังจากเกิดการเชื่อมโยงจะไม่สามารถละลายได้ในโทลูอีน

5.2 งานที่จะดำเนินการในขั้นต่อไป

เนื่องจากงานวิจัยในขั้นนี้เป็นการทดลองเบื้องต้น ในการศึกษาความเป็นไปได้ในการนำน้ำยางมาทำให้เป็นสารเชื่อมโยง โดยจะประยุกต์ไปใช้เป็นสารเชื่อมโยงในการทำลว้าง ซึ่งขั้นตอนแรกนี้ คณะผู้วิจัยพบว่าสามารถลดน้ำหนักรีดน้ำยาง และนำน้ำยางที่มียางที่มีน้ำหนักรีดต่ำสามารถนำมาทำการเชื่อมโยงต่อด้วยแสง UV ที่อุณหภูมิห้อง และทั้งสามารถทำให้เกิดการเชื่อมโยงในสภาพที่ยังเป็นน้ำยาง จึงสะดวกต่อการนำไปใช้งานในขั้นตอนต่อไปได้ ดังนั้นในขั้นตอนต่อไป คือการนำน้ำยางที่มีการปรับปรุงให้มีหมู่ acrylate และสามารถเกิดเกิดการเชื่อมโยงโดยการฉายแสง UV นี้มาทำการผสมกับส่วนผสมต่างๆ เพื่อทำเป็นลว้างต่อไป

เอกสารอ้างอิง

1. H. Xuan and C. Decker, *J. of Polym. Sci. Part A: Polymer Chemistry*, 31 (1993), 769-780.
2. P. Pinyocheep, C.W. Phetphaisit, D. Derouet, I Campistron and J.C. Brosse, *J. of Applied Polym. Sci.*, 95 (2005), 6-15.
3. P. Pinyocheep and S. Duangthong, *J. of Applied Polym. Sci.*, 78 (2000), 1478-1485.
4. H. Nor and J. Ebdon, *Prog. in Polym. Sci.*, 13 (1998), 143-177.
5. D.R. Burfield, K.L. Lim, K.S. Law and S. Ng, *J. of Polym. Sci.*, 25 (1984), 995-998.

ตอบ สรุปข้อคิดเห็นของผู้ทรงคุณวุฒิต่อโครงการ
“การศึกษาความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์สารเชื่อมติดจากยางธรรมชาติสำหรับการทำลู่วิ่งเพื่อใช้
ในประเทศ” RDG4950021

1. นักวิจัยยังทำงานไม่ครบ ขาด 2 หัวข้อที่ยังไม่ได้ทำ ซึ่งนักวิจัยได้เขียนบอกไว้ในบทสรุปผู้บริหาร แล้ว ที่เสนอมาก็เป็นงานที่นักวิจัยคงต้องทำต่อไปอยู่แล้ว

ตอบผู้ทรงคุณวุฒิ เนื่องจากงานวิจัยที่ดำเนินการไปแล้ว เป็นการสังเคราะห์ซึ่งในส่วนแรก ใช้เวลานาน จึงยังมาสามารถทำในส่วนที่เหลือได้ทัน

2. ปรับบทคัดย่อภาษาไทย ควรปรับใหม่ อย่าใช้ภาษาผสม 2 ภาษา

ตอบผู้ทรงคุณวุฒิ ดำเนินการแล้ว

3. บทคัดย่อควรมีการเชื่อมโยง (linkage) ของข้อมูลที่เชื่อมโยงกับผลิตภัณฑ์ ลู่วิ่งตามที่ระบุในชื่อโครงการ มิฉะนั้นก็ delete “ลู่วิ่ง” ออกจากชื่อโครงการ

ตอบผู้ทรงคุณวุฒิ ได้ดำเนินการแล้ว

4. ตารางที่ 4.2 และ รูป 4.8 ควรเพิ่มเติมคำอธิบายผลการทดลอง (อาจพิจารณาตัดตาราง 4.2 หรือ รูป 4.8 เพราะข้อมูลเดียวกัน)

ตอบผู้ทรงคุณวุฒิ ได้ตัดตารางที่ 4.2 ไปแล้ว

5. เอกสารอ้างอิงน้อยมาก ควรเพิ่มเติม

ตอบผู้ทรงคุณวุฒิ มีเอกสารอ้างอิงที่ใช้จำนวนมาก แต่ขอใส่เฉพาะที่อ้างถึงตรงๆ เท่านั้น

6. การเขียนเอกสารอ้างอิง format ไม่ได้มาตรฐาน ควรปรับปรุง

ตอบผู้ทรงคุณวุฒิ สำหรับรูปแบบขอเอกสารอ้างอิงนั้น ผู้วิจัยเขียนตามรูปแบบของ วารสาร “Materials Science and Engineering” ดังตัวอย่าง

References

[1] D. Liu, B.B. Raju, X. Dang, Int. J. Impact Eng. 24 (2000) 733–746.

[2] S.J. Howard, S.K. Pateras, T.W. Clyne, Mater. Sci. Technol. 14 (1998) 535–541.

[3] L. Xiao, R. Abbaschian, Metal. Trans. A 23A (1992) 2863–2872.

[4] T.C. Lu, A.G. Evans, R.J. Hecht, R. Mehrabian, Acta Metall. Mater. 39 (1991) 1853–1862.

ซึ่งในรายงานนี้มีรูปแบบการเขียนดังนี้

1. H. Xuan and C. Decker, *J. of Polym. Sci. Part A: Polymer Chemistry*, 31 (1993), 769-780.

2. P. Pinyocheep, C.W. Phetphaisit, D. Derouet, I Campistron and J.C. Brosse, *J. of Applied Polym. Sci.*, 95 (2005), 6-15.

ผู้วิจัย และผู้เขียนรายงาน เขียนตาม Format ของวารสาร ต่างประเทศ ที่กล่าวข้างต้น ขอได้โปรด
ช่วยกรุณาแนะนำมาตรฐาน ที่กล่าวถึงให้ด้วย จักขอบพระคุณยิ่ง

7. ควรเพิ่มเติมคำอธิบายเชิงวิชาการของตารางที่ 4.1

ตอบผู้ทรงคุณวุฒิ เพิ่มเติมแล้ว