



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ: การเตรียมสารช่วยทนไฟที่ว่องไว : อนุพันธ์ของ
มาลอิไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส

Preparation of Reactive Fire Retardant: Phosphorus
Containing Maleimide Derivative

โดย

ดร.แวอาแซ แวหามะ

และ

น.ส. ปิยะบุตรี ทองสุข

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี
เดือน พฤศจิกายน พ.ศ. 2549

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การเตรียมสารช่วยทนไฟที่ว่องไว : อนุพันธ์ของ
มาลิอีไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส

คณะผู้วิจัย

สังกัด

1. ดร. แวอาแซ แวหามะ

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

2. น.ส. ปิยะบุตรี ทองสุข

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชุดโครงการวิจัยขนาดเล็ก เรื่องยางพารา

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

รายงานฉบับสมบูรณ์

ชื่อโครงการ การเตรียมสารช่วยทนไฟที่ว่องไว : อนุพันธ์ของมาลอิไมด์ที่ประกอบด้วย
ฟอสฟอรัส

Preparation of Reactive Fire Retardant: Phosphorus Containing
Maleimide Derivative

ชื่อหัวหน้าโครงการ

ดร. แวอาแซ แวหามะ

หน่วยงาน

ภาควิชาวิทยาศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อ.เมือง จ.ปัตตานี

โทรศัพท์

073-313930-50 ต่อ 1845

ชื่อนักศึกษา

น.ส. ปิยะบุตรี ทองสุข

หน่วยงาน

ภาควิชาวิทยาศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อ.เมือง จ.ปัตตานี

ระยะเวลาดำเนินการ

6 เดือน ตั้งแต่วันที่ 1 ธันวาคม 2548 ถึงวันที่ 31
พฤศจิกายน 2549

ปัญหาที่ทําวิจัยและความสำคัญของปัญหา

นับตั้งแต่ปี พ.ศ. 2534 เป็นต้นมาจนถึงปัจจุบันประเทศไทยได้ก้าวเป็นผู้ผลิตและส่งออก
ยางพาราเป็นอันดับหนึ่งของโลก ยางพาราถือว่าเป็นวัตถุดิบที่สำคัญมากในอุตสาหกรรมต่างๆ
ดังนั้นการเพิ่มมูลค่าของยางพาราโดยการนำมาปรับปรุงสมบัติเพื่อนำไปใช้เป็นวัสดุที่หลากหลาย
มากขึ้น เช่น สายไฟประเภทยืดหยุ่นสูง, ท่อสุญญากาศ, แผ่นยางปูรองในงานเชื่อมโลหะของ
โรงงานอิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น การปรับปรุงสมบัติยางพาราให้ทนความร้อนและเปลวไฟเป็น
ทางเลือกทางหนึ่ง เพราะยางพารามีสมบัติที่ด้อย คือ การไม่ทนความร้อนและเปลวไฟ

การปรับปรุงสมบัติของยางธรรมชาติเพื่อให้ทนความร้อนและเปลวไฟโดยการเติมสารเติม
(additives) ทำให้เกิดผลเสีย คือ เกิดกรดที่กัดกร่อนขณะเผาไหม้ หรือถ้าใช้ในปริมาณมากสมบัติ
ของยางจะเปลี่ยนแปลง สารเติม(additives)เหล่านี้ เช่น สารที่ประกอบด้วยหมู่ฮาโลเจน อลูมินา

ไฮเดรท สารประกอบฟอสฟอรัส เป็นต้น การเพิ่มประสิทธิภาพในการทนความร้อนและเปลวไฟ โดยการนำอนุพันธ์ของมาลิอิมิด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสกราฟต์บนสายโซ่ข้างธรรมชาติ ซึ่งจากประสบการณ์พบว่ากราฟต์อนุพันธ์ของมาลิอิมิด์บนโมเลกุลของยางธรรมชาติสามารถเกิดขึ้นได้ง่าย คาดว่าช่วยทำให้ยางธรรมชาติมีสมบัติการทนต่อความร้อนและเปลวไฟมากขึ้น ซึ่งไม่เกิดกรดกัดกร่อนขณะเผาไหม้และไม่ทำให้สิ่งแวดล้อมเสีย

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อเตรียมอนุพันธ์ของมาลิอิมิด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส
2. เพื่อศึกษาการกราฟต์ของยางธรรมชาติกับอนุพันธ์ของมาลิอิมิด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส
3. เพื่อเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพของยางธรรมชาติที่กราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิอิมิด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส
4. เพื่อเปรียบเทียบสมบัติการทนต่อความร้อนและเปลวไฟของยางธรรมชาติกับยางธรรมชาติที่กราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิอิมิด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส

ผลการดำเนินการ

การเตรียมสารอนุพันธ์ของมาลิอิมิด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสโดยเตรียมจาก เอ็น- 4-ไฮดรอกซีฟีนิลมาลิอิมิด์ (N-(4-hydroxyphenyl)maleamide) ทำปฏิกิริยากับไดฟีนิลคลอโรฟอสเฟต (Diphenyl Chlorophosphate) สามารถเตรียมได้แต่การทำให้บริสุทธิ์ค่อนข้างมีปัญหา การกราฟต์ยางธรรมชาติกับสารอนุพันธ์มาลิอิมิด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสในสถานะสารละลายสามารถกราฟต์ได้ที่ 10 phr เกิดปริมาณการกราฟต์สูงสุดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง ซึ่งมีอัตราส่วนของการดูดกลืน 0.61 โดยวัดค่าอัตราส่วนของการดูดกลืนแสงที่ A_{1716}/A_{835} แต่สถานะหลอมไม่สามารถกราฟต์กับยางธรรมชาติได้ ต้องกราฟต์กับยางธรรมชาติเหลวที่ 10 phr ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที เกิดปริมาณการกราฟต์โดยมีอัตราส่วนของการดูดกลืนแสง 1.26 เมื่อพิจารณาจากค่าอัตราส่วนของการดูดกลืนแสงจะเห็นว่ายางกราฟต์ที่ได้จากยางธรรมชาติเหลวมีปริมาณการกราฟต์ได้สูงกว่าแบบสถานะสารละลาย การทดสอบสมบัติทางกายภาพ พบว่าสมบัติของยางกราฟต์ไม่แตกต่างจากยางธรรมชาติ การทดสอบสมบัติเชิงกล กล่าวคือ การทดสอบการดึงของยางกราฟต์มีค่าโมดูลัสที่ 100% สูงกว่ายางธรรมชาติ แต่ค่ากันดึง (tensile strength) น้อยกว่า การทดสอบสมบัติการทนความร้อนและเปลวไฟพบว่ายางกราฟต์ทน

ความร้อนได้ไม่แตกต่างจากยางธรรมชาติ แต่มีเปลวไฟที่เล็กกว่า ช่วยลดอัตราการเผาไหม้ มีเถ้าเกิดขึ้นขณะเผาไหม้มากกว่ายางธรรมชาติทำให้ดับง่ายขึ้น ไม่ให้สัมผัสกับความร้อนโดยตรง

สรุปผลการวิจัย

การเตรียมสารอนุพันธ์ของมาลีไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสสามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาระหว่าง เอ็น- 4-ไฮดรอกซีฟีนิลมาลีไมด์ (N-(4-hydroxyphenyl)maleimide) กับไดฟีนิลคลอโรฟอสเฟต (Diphenyl Chlorophosphate) แต่การทำให้สารบริสุทธิ์ค่อนข้างมีปัญหา

การกราฟต์ยางธรรมชาติกับสารอนุพันธ์มาลีไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสโดยสภาวะหลอมไม่สามารถกราฟต์สารมาลีไมด์ลงบนโมเลกุลยางธรรมชาติได้ ต้องใช้วิธีการกราฟต์ในรูปของยางธรรมชาติเหลวจึงสามารถกราฟต์ได้ และสามารถกราฟต์ได้ดีกว่าวิธีการแบบสารละลาย ยางกราฟต์ทนความร้อนได้ไม่แตกต่างจากยางธรรมชาติ แต่มีเปลวไฟที่เล็กกว่า ช่วยลดอัตราการเผาไหม้ มีเถ้าเกิดขึ้นขณะเผาไหม้มากกว่ายางธรรมชาติทำให้ทนต่อเปลวไฟได้ดีกว่า

ข้อเสนอแนะที่คาดว่าจะควรวิจัยเพิ่มเติม และวิธีการที่ควรพัฒนาต่อยอดสู่ภาคปฏิบัติจริง

งานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าสารอนุพันธ์มาลีไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส สามารถสังเคราะห์ขึ้นได้ เป็นสารใหม่ที่มีศักยภาพในการช่วยให้อย่างทนไฟ ฉะนั้นถ้าได้ทำการวิจัยเพิ่มเติม โดยเตรียมสารอนุพันธ์มาลีไมด์ให้บริสุทธิ์และทำการทดลองเพิ่มเติม จะทำให้ผลงานทางวิชาการสมบูรณ์ขึ้น

ผลงานทางวิชาการที่คาดว่าจะเกิดขึ้น

งานวิจัยนี้คาดว่าจะสามารถที่จะนำเสนอโดยนำเสนอในงานวิจัยระดับประเทศได้

บทคัดย่อ

การเตรียมสารช่วยทนไฟที่ว่องไวของอนุพันธ์มาลอิไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสโดยใช้สารตั้งต้น คือ เอ็น-(4-ไฮดรอกซีฟีนิล)มาลอิไมด์ (N-(4-hydroxyphenyl)maleimide) ซึ่งสามารถเตรียมได้จาก พารา-อะมิโนฟีโนล (p-aminophenol) และ มาลอิแอนไฮไดรด์ (maleic anhydride) ทำปฏิกิริยากับไดฟีนิลคลอโรฟอสเฟต (Diphenyl Chlorophosphate) เพื่อเพิ่มทางเลือกในการปรับปรุงสมบัติของยางธรรมชาติให้ทนความร้อนและเปลวไฟมากขึ้นจึงนำเอาอนุพันธ์มาลอิไมด์ที่สังเคราะห์ได้กราฟต์กับยางธรรมชาติที่ผ่านการบดเพื่อลดน้ำหนักโมเลกุลให้เหลือ 3.8×10^5 สามารถกราฟต์ได้ที่ 3, 5, 7, 10 phr ซึ่งริเริ่มปฏิกิริยาโดยอนุมูลอิสระของเบนโซิลเปอร์ออกไซด์ในโทลูอีนที่ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง โครงสร้างของอนุพันธ์มาลอิไมด์และยางกราฟต์ทำการวิเคราะห์ด้วย FTIR และ ^1H NMR การทดสอบประสิทธิภาพการทนความร้อนและเปลวไฟตามมาตรฐาน ISO 3582-1978(E) และ TGA ซึ่งยืนยันว่ายางกราฟต์สามารถทนความร้อนไม่แตกต่างจากยางธรรมชาติแต่ช่วยชะลอการเผาไหม้ เพราะเกิดเข้าขึ้นขณะเผาไหม้มากกว่ายางธรรมชาติทำให้เนื้อยางไม่สัมผัสกับความร้อนโดยตรง การเปรียบเทียบสมบัติทางกายภาพของยางกราฟต์และยางธรรมชาติ คือ การทดสอบความแข็ง, เวลาที่ยางแข็งตัวเมื่อให้ความร้อน และ ความต้านทานต่อของเหลวพบว่าสมบัติของยางกราฟต์ไม่แตกต่างจากยางธรรมชาติ และการเปรียบเทียบสมบัติเชิงกล คือ การหาความต้านทานต่อแรงดึง โดยที่ยางกราฟต์มีค่าโมดูลัส 100% สูงกว่ายางธรรมชาติแต่ค่าความเค้นดึงน้อยกว่า

Abstract

Preparation of reactive fire retardant, phosphorus containing maleimide derivative, was carried out. Phosphorus containing maleimide derivative was synthesized by reacting N(4-hydroxymaleimide), which was prepared from p-aminophenol and maleic anhydride, with diphenyl chlorophosphate. Phosphorus containing maleimide was grafted with natural rubber, that was masticated for molecular weight of 3.8×10^5 . Grafting natural rubber at 3, 5, 7 and 10 phr of maleimide derivative was carried out using benzoyl peroxide as an initiator in toluene at 80°C for 1 hr. The FTIR and ^1H NMR analysis confirmed the chemical structure of the products. Flame retardation was tested according to ISO 3582-1978(E) and the heat resistance was measured by TGA. The physical properties of grafted natural rubber such as hardness, scorch time, cure time and resistance to liquid were compared to that of natural rubber. It was found that they were very similar. The mechanical properties of grafted natural rubber such as 100% modulus and tensile strength were studied. The grafted natural rubber showed higher value of 100% modulus but less tensile strength than that of natural rubber.

1. ความสำคัญและที่มาของการวิจัย

นับตั้งแต่ปี พ.ศ. 2534 เป็นต้นมาจนถึงปัจจุบันประเทศไทยได้ก้าวเป็นผู้ผลิตและส่งออกยางพาราเป็นอันดับหนึ่งของโลก ยางพาราถือว่าเป็นวัตถุดิบที่สำคัญมากในอุตสาหกรรมต่างๆ ดังนั้นการเพิ่มมูลค่าของยางพาราโดยการนำมาปรับปรุงสมบัติเพื่อนำไปใช้เป็นวัสดุที่หลากหลายมากขึ้น เช่น สายไฟประเภทยืดหยุ่นสูง, ท่อสุญญากาศ, แผ่นยางปูรองในงานเชื่อมโลหะของโรงงานอิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น การปรับปรุงสมบัติยางพาราให้ทนความร้อนและเปลวไฟเป็นทางเลือกทางหนึ่ง เพราะยางพารามีสมบัติที่ด้อย คือ การไม่ทนความร้อนและเปลวไฟ

การปรับปรุงสมบัติของยางพาราเพื่อให้ทนความร้อนและเปลวไฟโดยการเติมสารเติม (additives) ทำให้เกิดผลเสีย คือ เกิดกรดที่กัดกร่อนขณะเผาไหม้ หรือถ้าใช้ในปริมาณมากสมบัติของยางจะเปลี่ยนแปลง สารเติม (additives) เหล่านี้ เช่น สารที่ประกอบด้วยหมู่ฮาโลเจน อลูมินาไฮดรอกไซด์ สารประกอบฟอสฟอรัส เป็นต้น เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการทนความร้อนและเปลวไฟโดยการนำอนุพันธ์ของมาลิอิมิด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสกราฟต์บนสายโซ่ยางธรรมชาติ คาดว่าช่วยทำให้ยางพารามีสมบัติการทนต่อความร้อนและเปลวไฟมากขึ้น ซึ่งไม่เกิดกรดกัดกร่อนขณะเผาไหม้จนไม่ส่งผลต่อสิ่งแวดล้อม

2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 1.2.1. เพื่อเตรียมอนุพันธ์ของมาลิอิมิด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส
- 1.2.2. เพื่อศึกษาการกราฟต์ของยางธรรมชาติกับอนุพันธ์ของมาลิอิมิด์ประกอบด้วยฟอสฟอรัส
- 1.2.3. เพื่อเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพของยางธรรมชาติที่กราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิอิมิด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส
- 1.2.4. เพื่อเปรียบเทียบสมบัติการทนต่อความร้อนและเปลวไฟของยางธรรมชาติกับยางธรรมชาติที่กราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิอิมิด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส

3. ทฤษฎี แนวคิดในการวิจัยและผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

3.1 ทฤษฎี

3.1.1 ยางธรรมชาติ

ยางธรรมชาติสามารถออกสูตรเพื่อใช้งานอย่างกว้างขวาง มีความอ่อนและเหนียวจนถึง
แข็งแรงมาก เมื่อใช้กับงานที่ต้องการความแข็งแรงสูงได้ เส้นใยผ้าหรือเนื้อผ้าจะถูกเคลือบด้วยยางเมื่อ
ใช้งานที่มีโหลดสูง เช่น ทำยางรถยนต์และรถบรรทุก ยางธรรมชาติมีความยืดหยุ่นสูงซึ่งสามารถใช้
ทำท่อน้ำ สายพานเครื่องจักร ยางดัน รองเท้าบูช ปุ่มยาง และถุงมือ ยางธรรมชาติเป็นฉนวนไฟฟ้าที่
ดี ทนทานต่อสารอินทรีย์ เช่น กรด เบส และด่าง แต่ไม่ทนต่อการออกซิเดชัน ความร้อนและ
เปลวไฟ

3.1.2 สารลดการติดไฟ (บุญธรรม และ คณะ, 2530)

โพลิเมอร์จำพวกไฮโดรคาร์บอน เช่น พอลิเอทิลีน พอลิสไตรีน จะคล้ายกับ
สารไฮโดรคาร์บอนที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำทั่วไป สามารถติดไฟง่าย เพื่อป้องกันไม่ให้พอลิเมอร์ติด
ไฟและลุกไหม้ได้ง่าย จึงมีการเติมสารลดการติดไฟ สารที่นิยมใช้มากที่สุด คือ แอนติโมนีไตร
ออกไซด์ (Sb_2O_3) จากการศึกษาพบว่าสารนี้ความจริงแล้วไม่มีสมบัติช่วยดับไฟ แต่ถ้าสารนี้
เปลี่ยนไปเป็น $SbOCl$ และ $SbCl_3$ จะมีสมบัติช่วยลดการติดไฟเป็นอย่างดี จึงต้องมีการเติมสารที่มี
เฮโลเจน เชื่อได้ว่าเมื่อมีแก๊ส เหล่านี้ซึ่งเป็นแก๊สหนักเกิดขึ้น แก๊สนี้จะปกคลุมไปทั่วบริเวณผิวหน้า
ของพลาสติกป้องกันไม่ให้ออกซิเจนจากอากาศเข้าถึงผิวของพลาสติกได้ ไฟจึงไม่สามารถลุก
ไหม้ต่อไปและจะดับเองในที่สุด

นอกจาก antimony oxide สารเคมีอื่นที่ใช้เพื่อลดการติดไฟของยางได้แก่ halogenated
wax, borate, hydrated alumina และ Organic ester of phosphoric acid เอสเทอร์อินทรีย์ของ
กรดฟอสฟอริก สารประกอบที่มีฟอสฟอรัสนี้เคยใช้เป็นสารกันไฟสำหรับเส้นใยมาเป็นเวลานาน
แล้ว และเหมาะที่จะใช้ยางที่มีออกซิเจนอยู่ เช่น พอลิยูรีเทน เป็นต้น สารประกอบฟอสฟอรัสนี้จะ
เป็นตัวไปดูดน้ำ ในขณะที่เกิดการลุกไหม้ของยางที่มีออกซิเจนทำให้ยางเกรียม เป็นฉนวนความร้อน
ทำให้ยางสลายตัวช้าลงไปตาม และในขณะเดียวกันจะเกิดกรดฟอสฟอริกคลุมผิวของยางนั้นไว้
ตัวอย่างเช่น Triphenyl phosphate และ Tricresyl Phosphate เป็นต้น

3.1.3 สภาพของการกราฟต์

3.1.3.1 การกราฟต์ที่สภาวะสารละลาย

การกราฟต์ในสภาวะสารละลายคล้ายกับการพอลิเมอร์ไรเซชันในสารละลาย
ตัวริเริ่มต้องละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสม เช่น เบนซีน โทลูอิน คลอโรฟอร์ม และ
ไฮโดรคาร์บอน โพลิเมอร์ที่ได้ อาจละลายในตัวทำละลายหรืออาจตกตะกอนออกจากสารละลายก็

ได้ เนื่องจากมีตัวทำละลายซึ่งทำหน้าที่ถ่ายเทความร้อน จะไม่มีปัญหาในการควบคุมอุณหภูมิ การเลือกตัวทำละลายที่ไม่เหมาะสมจะเกิดจากย้ายสายโซ่ให้แก่ตัวทำละลายจึงอาจเป็นปัญหาได้

3.1.3.2 การกราฟต์ที่สภาวะหลอม

การกราฟต์ในสภาวะหลอมต้องทำในบราเบนเดอร์ เพื่อผสมเข้ากับสารเคมี มีลักษณะของการจำลองเครื่องผสมแบบปิด ที่มีปริมาณห้องผสมขนาดเล็กเพียง 80 มิลลิลิตร สามารถแปรอัตราการหมุนของการผสม แปรอุณหภูมิ พร้อมทั้งติดตาม และทอร์กกับอุณหภูมิในเวลาต่างๆ ได้อย่างต่อเนื่อง ทำให้สามารถนำเอาความสัมพันธ์ที่ได้ไปขยายสเกล เพื่อทำการผลิตจริงได้

3.2 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

แวนอาแซ และคณะ (2536) ได้ศึกษาทางทฤษฎีโดยการนำคลอโรฟรินกับแอนทราซีนไตรออกไซด์ (Sb_2O_3) ผสมกับยางธรรมชาติเพื่อปรับปรุงสมบัติของยางธรรมชาติให้ทนไฟ ผลปรากฏว่าเมื่อใช้ Sb_2O_3 15 phr และยางคลอโรฟรินอย่างน้อย 20 phr ทำให้ยางทนไฟ และสามารถดับไฟได้เองยิ่งกว่านั้น เมื่อผสมสารเติมซิลิกา และเขม่าดำอย่างละ 40 phr สมบัติการทนไฟดีของยางที่เตรียมได้เท่ากับยางคลอโรฟริน

Allcock (2003) ได้ศึกษาผลของสารประกอบการทนไฟของสารประกอบฟอสฟาซีน ที่เป็นไซคลิกและพอลิเมอร์ริก เพื่อใช้กับพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ พบว่าการเติม poly[bis(4-carboxylatophenoxy)phosphazene] ทำให้พอลิยูรีเทนทนต่อความร้อนมากขึ้น

Buckingham *et al.*, (1996) ได้ศึกษาการเตรียมโมโนเมอร์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส เช่น di/tri amino cyclotriphosphazene, di/tri hydroxy cyclotriphosphazene และ Phosphine oxide derivatives สารประกอบเหล่านี้เป็นทั้งสารช่วยทนไฟและ curing agent เมื่อเติมใน epoxy resin และทดสอบสมบัติการทนไฟโดยใช้เครื่อง OSU calorimeter และ Cone calorimeter เพื่อวัดค่าการติดไฟ, อัตราการให้ความร้อน และปริมาณควันพิษที่เกิดขึ้น พบว่า epoxy resin ที่ประกอบด้วย Phosphazene และ Phosphine oxide มีสมบัติการทนต่อความร้อนและเปลวไฟรวมทั้งมีสมบัติเชิงกลที่ดี

Derouet *et al.*, (2003) ได้ศึกษาการดัดแปลงโมเลกุลยางธรรมชาติด้วยไดบิวทิลฟอสเฟต เริ่มโดยการเตรียมน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีปริมาณวงแหวนอีพอกไซด์ระดับต่างๆ หลังจากได้น้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่อุณหภูมิ 30 °C หยดไดบิวทิลฟอสเฟต (DBP) อย่างช้าๆ ด้วยอัตราคงที่ และศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อการเตรียม เช่น ปริมาณของสารรักษาความเสถียรของน้ำยาง ปริมาณ [DBP] / [epoxidized units] ปริมาณ % DRC และอัตราเร็วที่หยด พบว่าสำหรับยางธรรมชาติที่ใช้ในการเตรียม % DRC ต่ำ และ อัตราเร็วที่หยดช้า ปริมาณ [DBP] / [epoxidized units] เท่ากับ 1 หลังจากนั้นล้างด้วยเมทานอลและน้ำ นำมาละลายด้วยไดคลอโรมีเทน ล้างด้วยเมทานอลอีกครั้ง อบด้วยสุญญากาศที่อุณหภูมิ 50 °C จนน้ำหนักคงที่ วิเคราะห์โครงสร้างของยางที่ได้ FTIR และ ^1H NMR พบว่าลักษณะโครงสร้างที่ได้ คือ 2-hydroxy-2-oxo-1,3,2-

dioxaphospholane , β -hydroxyphosphate , pyrophosphate groups , α,β -diols และ ether bonds และพบว่ายางธรรมชาติที่ดัดแปลงด้วยไดบิวทิลฟอสเฟต ทำให้ยางมีเพิ่มสมบัติการทนไฟ

Hall and Horrocks (1993) กล่าวว่าสารที่ช่วยทนไฟที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสที่ผลิตในเชิงการค้า คือ Sandotham (5060) ซึ่งทั้งสารประกอบของฟอสฟอรัสและซัลเฟอร์อยู่ คือ 2,2-oxybis (5,5-dimethyl-1,2,3-dioxaphosphorinane-2,2-disulphide) ซึ่งสามารถทนไฟได้ดี

Richard (1996) ได้รวบรวมเรื่องราวของวัสดุทนต่อความร้อนและเปลวไฟที่เกี่ยวข้องกับสิ่งทอ โดยใช้ ammonium polyphosphate หรือ สารแอนติโมนีไดรอกไซด์ และเรซินที่มีฮาโลเจนหรือสารประกอบ organophosphorus และสารประกอบไนโตรเจน นำไปฉาบบนผ้าที่ทำจากฝ้ายและขนสัตว์ พบว่าสารที่มีทั้งธาตุไนโตรเจนและฟอสฟอรัสเป็นองค์ประกอบมีการทนความร้อนและเปลวไฟได้ดีที่สุด

Thame and Gupta (2001) ศึกษาการสังเคราะห์และวิเคราะห์ Maleinized-Silylate low molecular weight guayule rubber (MASiGR) โดยผ่านกระบวนการ 2 ขั้นตอน ขั้นตอนแรกเป็นการกราฟต์มาลีนแอนไฮไดรด์บน guayule rubber โดย BPO เป็นตัวเร่งเพื่อให้ได้ maleinized guayule rubber (MAGR) ขั้นที่ 2 เป็นการ hydrosilation ของ MAGR ที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ โดยผ่าน dichloromethylsilane โดยใช้ chloroplatinic acid เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และทำการตรวจสอบผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นโดยใช้เครื่อง FTIR, $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$ และ $^{29}\text{Si-NMR}$ พบว่ามีการกราฟต์โคพอลิเมอร์เกิดขึ้น

4.วิธีการทดลอง

4.1 การเตรียมยางธรรมชาติบริสุทธิ์และยางเหลว (Liquid Natural Rubber, LNR)

4.1.1 การเตรียมยางธรรมชาติบริสุทธิ์

1) การเตรียมยางแห้ง

นำน้ำยางที่มี DRC 60% ปริมาณ 300 มิลลิลิตร เทลงในถาดอลูมิเนียมขนาด 12 X 8 inch หลังจากนั้นเทเมทานอล 150 มิลลิลิตร น้ำยางเริ่มแข็งตัวแล้ว นำไปรีดผ่านลูกกลิ้งให้มีหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร เพื่อกำจัดน้ำส่วนเกินและทำให้ยางแห้งเร็วขึ้น เมื่อได้ยางเป็นแผ่นน้ำยางที่ได้อบที่ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 วัน

2) การบดยางเพื่อลดน้ำหนักโมเลกุล

นำยางแห้งที่เตรียมได้จากข้อ 1. มาบดด้วย Two Roll Mill นาน 30 นาที หลังจากนั้นรีดให้เป็นแผ่นโดยมีความหนาประมาณ 0.2 มิลลิเมตร

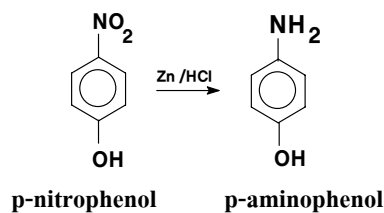
3) การทำยางให้บริสุทธิ์

นำยางที่บดลดน้ำหนักโมเลกุลจากข้อ 2. มา 10 กรัม ตัดเป็นชิ้นเล็กๆ ละลายในโทลูอิน 100 มิลลิลิตร กวนจนยางละลายหมด ตกตะกอนด้วยเมทานอลแล้วรีดยางเป็นแผ่น นำยางที่ได้อบที่ 40 องศาเซลเซียส นาน 48 ชั่วโมง

4.1.2 การเตรียมยางธรรมชาติเหลว (LNR)

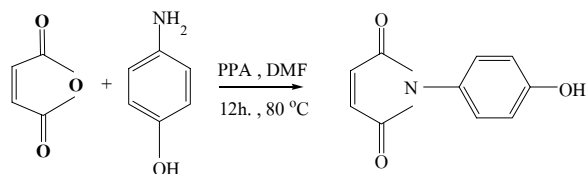
นำยางธรรมชาติ 30 กรัม ที่ผ่านการบดค่น้ำหนักโมเลกุลแล้วจากข้อ 2. ละลายใน โทลูอิน 200 มิลลิลิตร เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 10 มิลลิลิตร และโคบอลต์อะซีทิลอะซีโทเนท 0.3 กรัม ภายใต้สภาวะไนโตรเจน และฉายรังสียูวี นาน 48 ชั่วโมง จากนั้นนำยางมา กลั่นโทลูอินออก

4.2 การเตรียมพารา-อะมิโนฟีนอล (p-aminophenol)



นำ p-nitrophenol 10 กรัม และ ผงสังกะสี 3 กรัม เติมเอทานอล 2 มิลลิลิตร และ 10% HCl 20 มิลลิลิตร รีฟลักซ์ที่ 60 องศาเซลเซียส นาน 25-30 นาที ในอ่างน้ำร้อน ทำให้เย็นที่ อุณหภูมิห้อง เติม 40 % NaOH จนของแข็งละลายหมด สกัดสารละลายที่ได้ด้วย ether (10-15 มิลลิลิตร / ครั้ง) 3 ครั้ง ทำให้แห้งด้วย Anhydrous sodium sulfate กลั่น ether ออกที่ 40-43 องศาเซลเซียส ได้สารละลายสีดํา เมื่อตกตะกอนในเอทานอลจะได้ตะกอนสีดํา

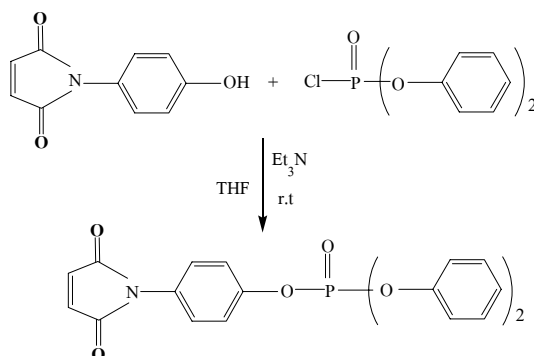
4.3 การเตรียมโดยใช้ Polyphosphoric acid (PPA)



Maleic anhydride p-aminophenol N-(4-hydroxyphenyl)maleimide

นำ Maleic anhydride 21 กรัม และ p-aminophenol 24 กรัม ละลายใน dimethylformamide 70 มิลลิลิตร พร้อมทั้งค่อยๆเติมกรดโพลีฟอสฟอริก(PPA) จนครบ 20 มิลลิลิตร ตั้งชุดรีฟลักซ์ภายใต้สภาวะก้ำกึ่งไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 12 ชั่วโมง เกิดสารละลายสีส้มน้ำตาล ตกตะกอนในน้ำ ได้ตะกอนสีส้ม ตกตะกอนซ้ำใน Isopropanol แล้วอบ ที่ 40 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง

4.4 การเตรียม Phosphoric acid 4-(2,5-dione-pyrrol-1-yl)-phenyl ester diphenyl ester



นำ N-(4-hydroxyphenyl)maleimide 1.63 กรัม(8.67 mmol) ซึ่งละลายใน dried tetrahydrofuran 20 มิลลิลิตร และ diphenyl chlorophosphate 0.82 มิลลิลิตร(8.67 mmol) ซึ่งละลายใน dried tetrahydrofuran 5 มิลลิลิตร เติมสาร triethylamine(8.67mmol)ที่ละลายใน dried tetrahydrofuran 10 มิลลิลิตร ทำปฏิกิริยากันภายใต้สภาวะก้ำขังในโตรเจนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เกิดสารละลายสีแดงและตะกอนสีขาวของเกลือ(NEt₃HCl) เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องอีก 12 ชั่วโมง กรองเกลือที่เกิดขึ้นออก ระเหย tetrahydrofuran ออก นำสารละลายที่เหลือละลายในเอทิลอะซิเตท 10 มิลลิลิตร และล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้งจนได้ชั้นน้ำที่ใส นำสารละลายที่เหลือระเหยเอทิลอะซิเตท ออกจะได้สารที่หนืดสีเหลืองปนน้ำตาล

4.5 การกราฟต์ยางธรรมชาติกับอนุพันธ์ของมาลีไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส

4.5.1 การกราฟต์ยางธรรมชาติกับอนุพันธ์ของมาลีไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสในสถานะสารละลาย

นำยางที่ผ่านการบดลดน้ำหนักโมเลกุลประมาณ 3 กรัมละลายในโทลูอีน 150 มิลลิลิตร ใส่ในขวดสามคอตั้งชุดรีฟลักภายใต้สภาวะไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลา 15 นาที หลังจากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเป็น 80 องศาเซลเซียส ค่อยๆเติมเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ 0.1 กรัมที่ละลายในโทลูอีน 10 มิลลิลิตร โดยต้องเติมทีละหยดเป็นเวลา 30 นาที ถ้าเติมเร็วเกินไปจะเกิดเจล แล้วเติมอนุพันธ์ของมาลีไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส 0.5, 0.33 หรือ 0.25 กรัม ซึ่งละลายในสารละลายผสมโทลูอีนและ เอทิลอะซิเตทในอัตราส่วน 3:1 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เติมทีละหยดเป็นเวลา 30 นาที และทำปฏิกิริยาต่อไปอีก 1 ชั่วโมง ตกตะกอนยางด้วยเมทานอล ทำให้อย่างบริสุทธิ์โดยนำยางกราฟต์ละลายในโทลูอีน 200 มิลลิลิตร รีฟลักที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ตกตะกอนยางซ้ำอีกครั้งด้วยเมทานอล วิเคราะห์โครงสร้างยางกราฟต์ที่ได้ด้วย FTIR และ ¹H NMR

4.5.2 การกราฟต์อย่างธรรมชาติกับอนุพันธ์ของมาลิอิมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส ในสถานะหลอม

มีวิธีการเตรียม 2 วิธี ดังนี้

4.5.2.1 การเตรียมยางกราฟต์ในสถานะหลอมโดยใช้ยางธรรมชาติที่ผ่านการบดลด น้ำหนักโมเลกุล

สถานะที่ 1.การกราฟต์ที่มีอนุพันธ์ของมาลิอิมด์ 10 phr(10 ส่วนใน100 ส่วน ของน้ำหนักยาง) โดยใช้ยางธรรมชาติที่ผ่านการบดลดน้ำหนักโมเลกุล 50 กรัม และสารอนุพันธ์มาลิอิมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส 5 กรัม ตั้งอุณหภูมิของเครื่องบราเบนเดอร์ที่ 150 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบ 45 rpm นำยางที่ซังแล้วใส่ในช่องผสม บดขยำนาน 1 นาที หลังจากนั้นเติมอนุพันธ์มาลิอิมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสใช้เวลานาน 8 นาที

สถานะที่ 2. ใช้อุณหภูมิในการเป็น 150 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบ 60 rpm เวลาที่ใช้ในการผสม 15 นาที ปริมาณยาง 60 กรัม และอนุพันธ์มาลิอิมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส 6 กรัม

เมื่อผสมยางเสร็จพบว่าทั้งสองสถานะได้ยางที่มีลักษณะของยางไม่รวมกับสารอนุพันธ์มาลิอิมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส เกิดการแยกเฟส

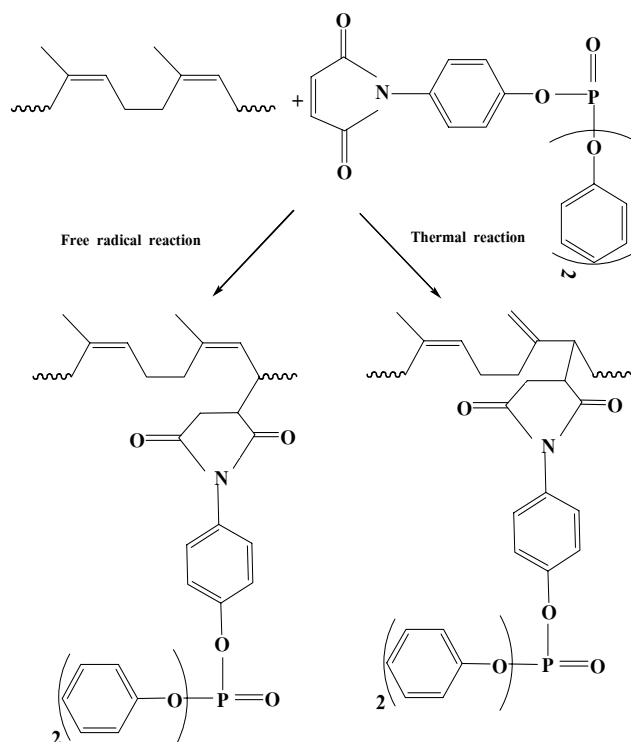
เมื่อทำให้ยางบริสุทธิ์โดยการนำยางละลายในโทลูอิน 150 มิลลิลิตร นาน 5 ชั่วโมง ที่ 80 องศาเซลเซียสแล้วจับตัวในอะซิโตน และวิเคราะห์โครงสร้างยางที่ได้ด้วย FTIR ปรากฏว่าไม่เกิดการกราฟต์ทั้งสองกรณี

4.5.2.2 การเตรียมยางกราฟต์โดยใช้ยางธรรมชาติเหลว(LNR)

การเตรียมยางกราฟต์ที่ 10 phr นำยาง LNR 10 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ 250 มิลลิลิตรภายใต้สถานะไนโตรเจน หลังจากนั้นเติมอนุพันธ์ของมาลิอิมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส 1 กรัม ตามลำดับ และทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยเก็บตัวอย่างยางทุกๆ 15 นาที เพื่อเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์การกราฟต์ที่เวลา 15, 30, 45, 60 นาที ทำให้ง่ายบริสุทธิ์โดยตั้งชุดรีฟลักซ์นำยางละลายในโทลูอิน 150 มิลลิลิตร นาน 5 ชั่วโมง ที่ 80 องศาเซลเซียสแล้วจับตัวในอะซิโตน และวิเคราะห์โครงสร้างของยางที่ได้ด้วย FTIR ปรากฏว่าเกิดการกราฟต์

จากนั้นทำการกราฟต์โดยการแปรปริมาณของอนุพันธ์มาลิอิมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส 1, 0.7, 0.5, และ 0.3 กรัม กับชนิดของยางกราฟต์ ที่ 10, 7, 5, และ 3 phr ตามลำดับ

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในการกราฟต์ยางในสถานะสารละลายและสถานะหลอม



รูปที่ 4.1 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในการกราฟต์ยางธรรมชาติ

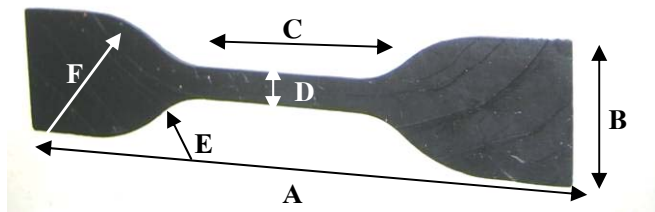
4.5.3 การทดสอบสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพขั้นตอนการเตรียมขึ้นตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ

ตารางที่ 4.1 สารเคมีที่ใช้ในการคอมเปาต์ยางธรรมชาติกราฟต์

สารเคมี	สูตรที่ 1	สูตรที่ 2	สูตรที่ 3
ยางกราฟต์ที่ 5 phr	100 กรัม	-	-
ยางกราฟต์ที่ 10 phr	-	100 กรัม	-
ยางธรรมชาติที่ผ่านการบด	-	-	100 กรัม
ซิงค์ออกไซด์	5 กรัม	5 กรัม	5 กรัม
กรดสเตียริก	1 กรัม	1 กรัม	1 กรัม
Antioxidant	1 กรัม	1 กรัม	1 กรัม
เขม่าดำ	40 กรัม	40 กรัม	40 กรัม
DPG	1.5 กรัม	1.5 กรัม	1.5 กรัม
ซัลเฟอร์	2.5 กรัม	2.5 กรัม	2.5 กรัม

4.5.3.1 การทดสอบการดึง (Tensile testing)

การทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D412-98a การดึงเป็นการนำชิ้นทดสอบมาดึงด้วยเครื่องดึง (tensile machine) ที่สามารถจับชิ้นทดสอบชนิดรัดด้วยตัวเอง (self tightening) ความเร็วสม่ำเสมอที่อัตรา 8.5 มิลลิเมตร/วินาที หรือ 500 มิลลิเมตร/นาทีก่อนและบันทึกส่วนยืด และแรงดึง ได้อย่างต่อเนื่อง



รูปที่ 4.2 ลักษณะชิ้นทดสอบแบบดัมเบล

ตารางที่ 4.2 มิติของชิ้นทดสอบดัมเบล

มิติ	Type 2 (mm)
A ความยาว (ค่าต่ำสุด)	75
B ความกว้างที่ปลาย	12.5±1
C ความยาวของแถบตรงกลาง	25±1
D ความกว้างของแถบตรงกลาง	4.0
E รัศมีโค้งเล็ก	8±0.5
F รัศมีโค้งใหญ่	12.5±1.0
ความหนา	2±0.2

4.5.3.2 การทดสอบความแข็ง (Hardness)

การทดสอบความแข็งแบบ Shore A การกดมี 2 จังหวะ จังหวะแรกเป็นระยะที่ใช้เกิดการสัมผัสกันระหว่างยางกับเข็มกด จังหวะ 2 เป็นการกดด้วยการใช้น้ำหนักจริง เพื่อให้เกิดการยุบตัวลงในยาง โดยกดเป็นเวลา 30 วินาที จึงอ่านค่า

4.5.3.3 ความต้านทานต่อของเหลว (Resistance to liquids)

การทดสอบความต้านทานต่อของเหลว สารละลายที่ใช้มี 3 ชนิด คือ โทลูอิน เฮกเซน และไดคลอโรมีเทน ปริมาณที่ใช้ประมาณ 5 มิลลิลิตร นำยางที่อัดเบ้าขนาดกว้าง 0.5 เซนติเมตร ยาว 0.5 เซนติเมตร วัดความยาวทุกด้าน, วัดความหนา, ชั่งน้ำหนักก่อนและหลังแช่ยางในสารละลาย, ชั่งน้ำหนักหลังจากการอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส นาน 12 ชั่วโมง และสังเกตลักษณะของยางเมื่อเติมสารละลายว่ายางจมหรือลอย

4.5.4 การทดสอบการทนต่อความร้อนและเปลวไฟ

การทดสอบตามมาตรฐาน ISO 3582-1978(E) การทดสอบนี้ทำตามมาตรฐาน ISO 3582-1978(E) ซึ่งอยู่ในภาคผนวก ก.

5. ผลการวิจัย

5.1 การหาน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ

5.1.1 การหาน้ำหนักโมเลกุลของยางแห้งที่ลดน้ำหนักโมเลกุลและยางธรรมชาติเหลว

การหาน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติที่ลดน้ำหนักโมเลกุลและยางธรรมชาติเหลวโดยวัดอัตราการไหลที่แตกต่างกัน โดยทำการวัดอัตราการไหลที่ความเข้มข้นของสารต่างๆ เพื่อเปรียบเทียบกับอัตราการไหลของตัวทำละลายด้วยวิธี Dilute solution viscosity โดยใช้ Ostwald Fenske Viscometer แล้วทำการจับเวลาในการเคลื่อนที่ของสารผ่านหลอดแคปิลลารี จากค่าความหนืดที่วัดได้ นำไปคำนวณ หาน้ำหนักโมเลกุลจากสมการซึ่งเรียกว่า Mark-Houwink-Sakurada equation (Collins *et al.*, 1973)

$$[\eta] = KM_v^a$$

$$[\eta] = \text{intrinsic viscosity, } K = 5 \times 10^{-4}, a = 0.67$$

$$M_v = \text{viscosity average molecular weight}$$

น้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติที่ผ่านการบดลดน้ำหนักโมเลกุล คือ 386,000 (ภาคผนวก ก.)

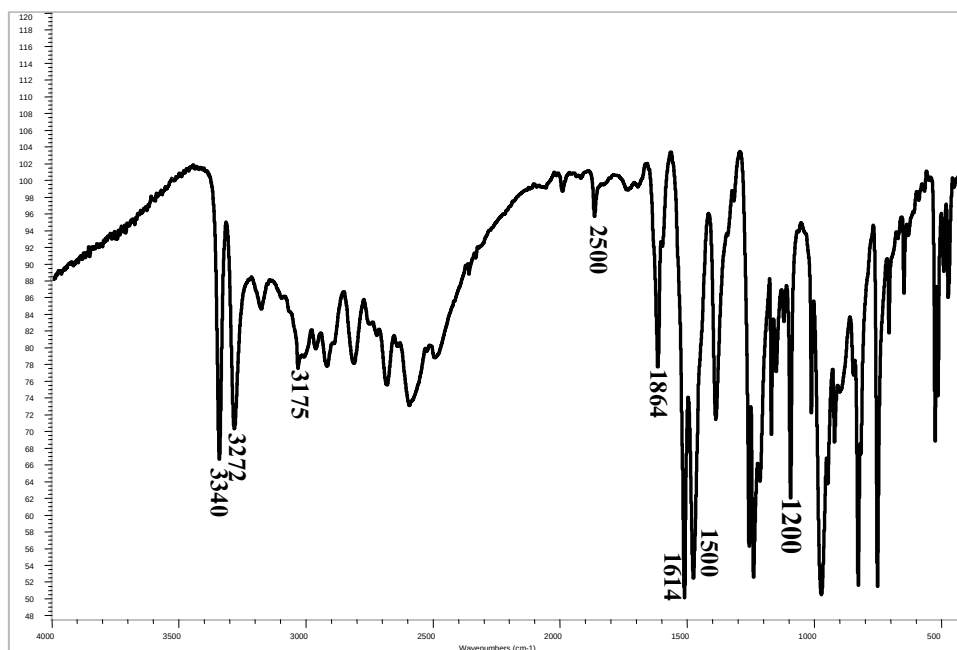
น้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติเหลว คือ 15,000 (ภาคผนวก ข.)

5.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างของพารา-อะมิโนฟีนอลด้วย FTIR

พารา-อะมิโนฟีนอลช่วงของจุดหลอมเหลว 146-148 องศาเซลเซียส

เปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ คือ 31 เปอร์เซ็นต์

ลักษณะของพารา-อะมิโนฟีนอลเป็นของแข็งสีดำ



รูปที่ 5.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของพารา-อะมิโนฟีนอล

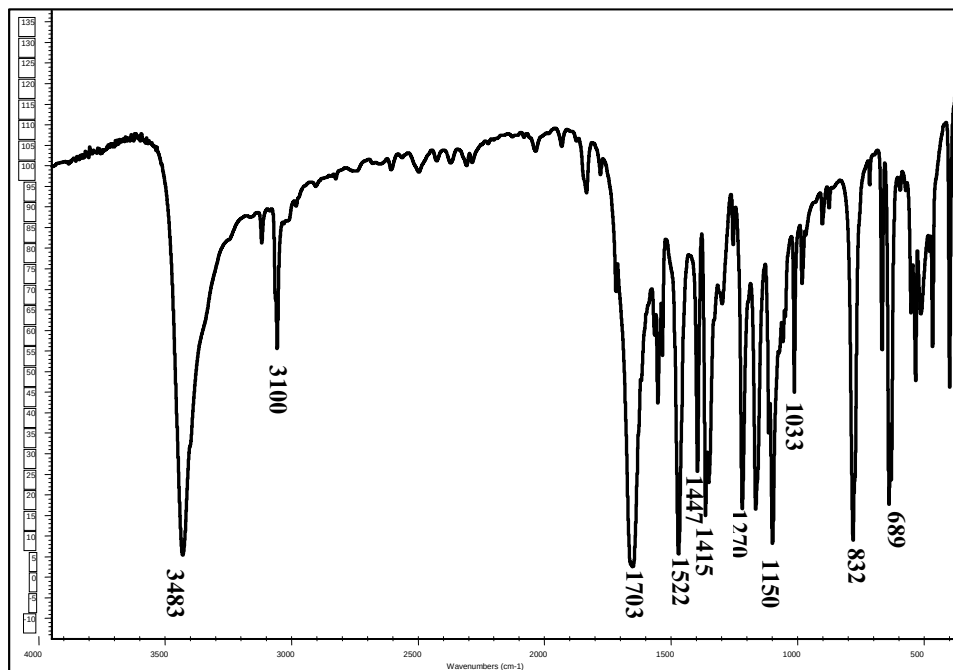
ตารางที่ 5.1 ความถี่และแถบการดูดกลืนของพารา-อะมิโนฟีนอล

Frequency (cm ⁻¹)	Assignment
3340 , 3272	N-H stretch in primary amines (doublet)
3175	sp ² C-H Asymmetric stretch
2500	Benzene substitution pattern region
1864	N-H Bend in primary amines
1614	C-H Bend in Nujol
1500	N-H Bend in aromatic amines
1200	O-H Dimers peak

5.1.3 การวิเคราะห์โครงสร้างของ เอ็น-(4-ไฮดรอกซีฟีนิล)มาลิอิมด์ (N-(4-hydroxyphenyl)maleimide (4-HPM)) ด้วย FTIR และ ¹H NMR

เอ็น-(4-ไฮดรอกซีฟีนิล)มาลิอิมด์มีช่วงของจุดหลอมเหลว 187-189 องศาเซลเซียส
เปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ คือ 89 เปอร์เซ็นต์

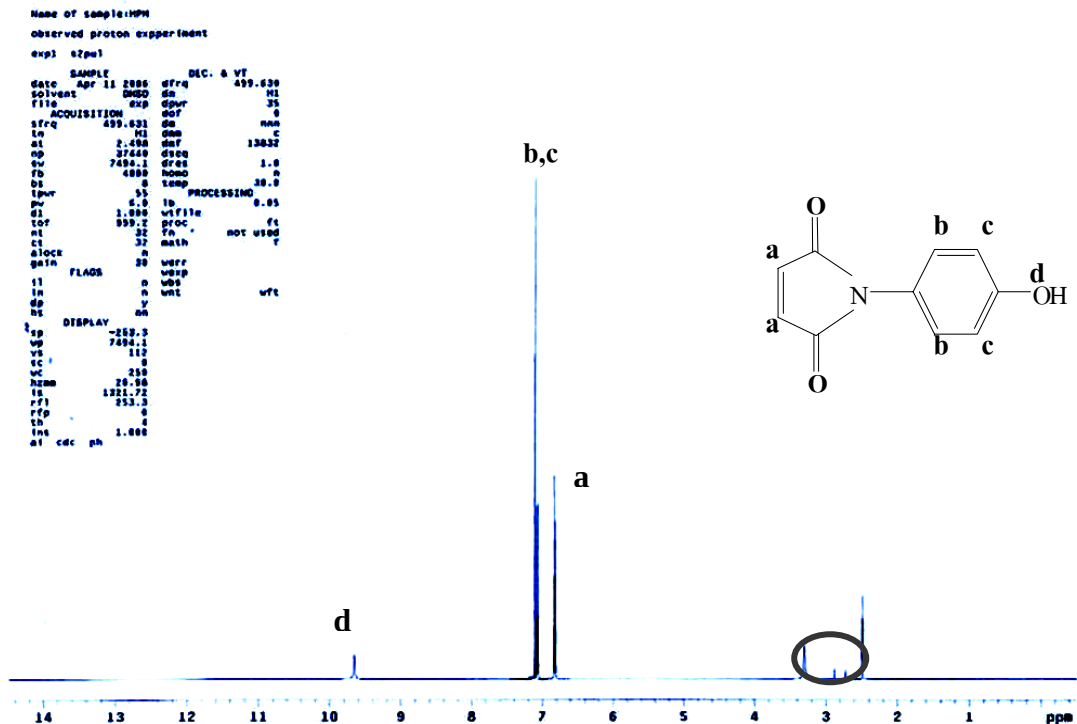
ลักษณะของ N-(4-hydroxyphenyl)maleimide เป็นของแข็งสีส้มเข้ม



รูปที่ 5.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของเอ็น-(4-ไฮดรอกซีฟีนิล)มาลิอิมิด

ตารางที่ 5.2 ความถี่และแถบการดูดกลืนของเอ็น-(4-ไฮดรอกซีฟีนิล)มาลิอิมิด

Frequency (cm ⁻¹)	Assignment
3483	O-H stretch in acid monomer
3100	sp ² C-H Asymmetric stretch
1703	C=O stretch in unsaturated and aromatic acid
1447	C-H Bend in Nujol
1415	O-H In plane bend in alcohol
1270	C-N stretch in aromatic amines
1150	C-O stretch in alcohol
832	C-H out of plans
689	bend in para-disubstituted



รูปที่ 5.3 ^1H NMR สเปกตรัมของเอ็น-(4-ไฮดรอกซีฟีนิล)มาลิอิมิด์

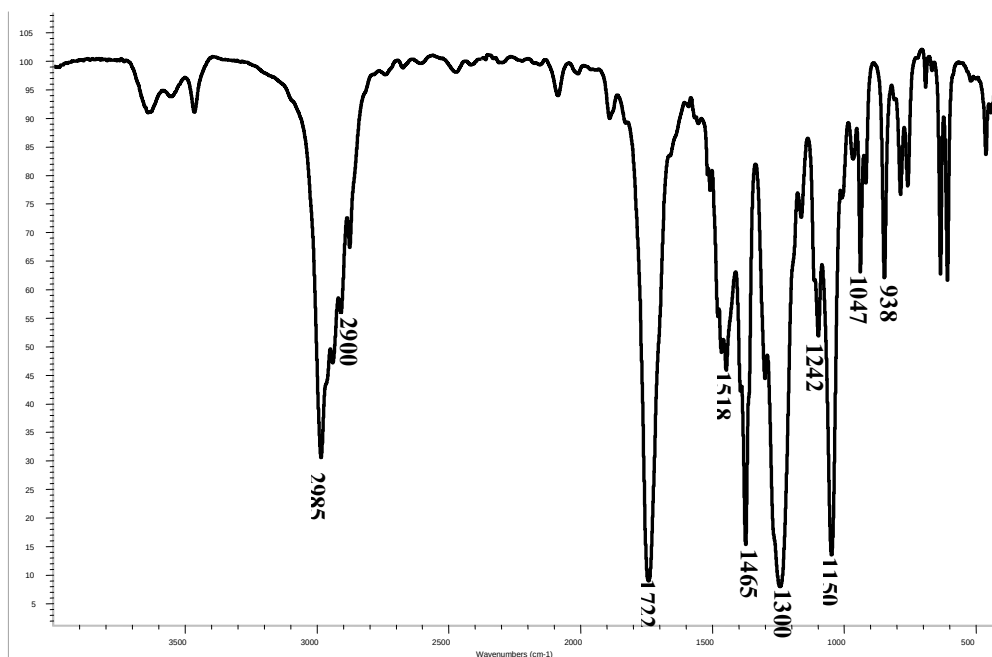
จากรูปที่ 5.3 ^1H NMR สเปกตรัม ใช้ในการพิสูจน์โครงสร้างของ เอ็น-(4-ไฮดรอกซีฟีนิล)มาลิอิมิด์ โดยใช้สภาวะการทดสอบชนิดของ probe : SW ตัวทำละลาย : DMSO

- สัญญาณที่ตำแหน่งโปรตรอนที่ **a** เป็นของหมู่ imide อยู่ที่ 6.819 ppm
- สัญญาณที่ตำแหน่งโปรตรอนที่ **b,c** เป็นของวงเบนซีนที่ HPM อยู่ที่ 7.259 และ 7.412 ppm
- สัญญาณที่ตำแหน่งโปรตรอนที่ **d** เป็นของ -OH อยู่ที่ 9.659 ppm

ความสูงของอินทิกรัล 2:2:2:1 (a:b:c:d) สามารถพิสูจน์ได้ว่าสารที่ได้มีโครงสร้างตามที่ต้องการ ส่วนสัญญาณที่เหลือ คือ ส่วนที่อยู่ในวงเป็นสัญญาณของสิ่งเจือปนและของ DMSO (dimethylsulfoxide) ซึ่งเป็นตัวทำละลายที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง

5.1.4 การสังเคราะห์ ของ Phosphoric acid 4-(2,5-dione-pyrrol-1-yl)-phenyl ester diphenyl ester และการวิเคราะห์โครงสร้างด้วย FTIR และ ^1H NMR

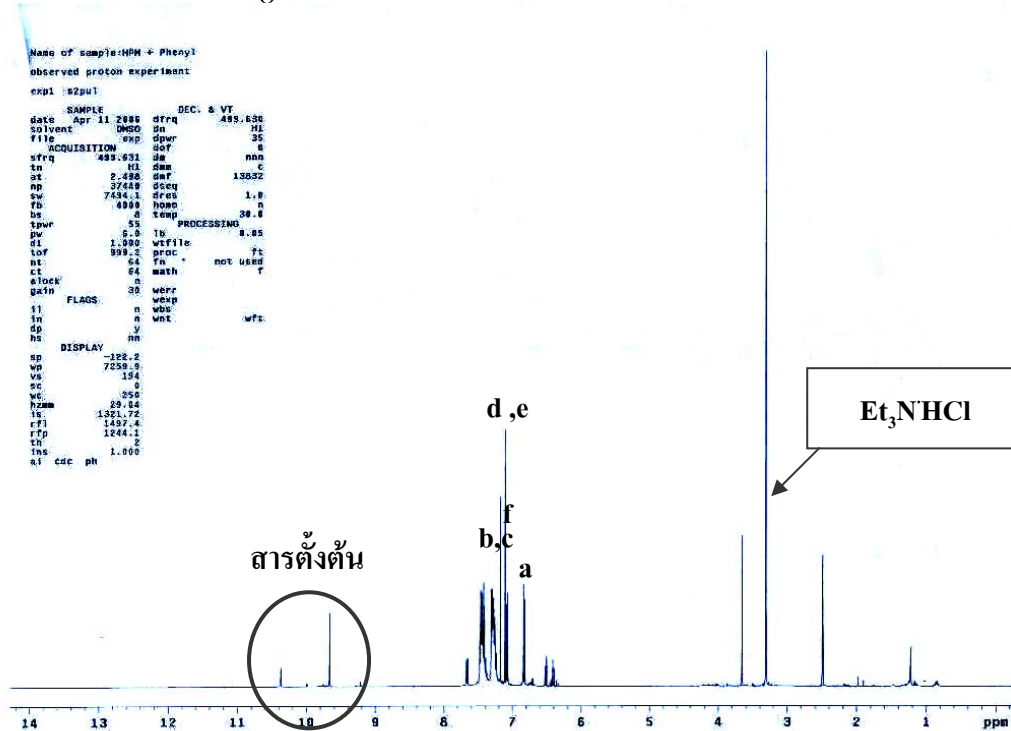
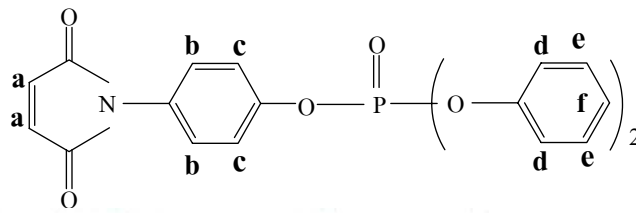
การสังเคราะห์จะต้องทำในสภาวะที่แห้ง และภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนลักษณะของสารที่ได้ในระยะแรกเป็นของเหลวสีแดง หลังจากนั้นนำไปละลายในเอทิลอะซิเตตแล้วล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้งหลังจากระเหยแห้งจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นของเหลวหนืดเหลือง ช่วงของจุดเดือด 187-190 องศาเซลเซียส เปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ คือ 54 เปอร์เซ็นต์



รูปที่ 5.4 อินฟราเรดของสเปกตรัม Phosphoric acid 4-(2,5-dione-pyrrol-1-yl)-phenyl ester diphenyl ester

ตารางที่ 5.3 ความถี่และแถบการดูดกลืนของ Phosphoric acid 4-(2,5-dione-pyrrol-1-yl) -phenyl ester diphenyl ester

Frequency (cm ⁻¹)	Assignment
2985	C-H stretch in -CH ₃ and -CH ₂
2900	P=O stretch
1722	C=O stretch in aromatic acids
1518	C=C stretch in aromatic compounds
1465	C-H bend in alkyl chains
1300	C-O stretch in acid dimer
1242	C-N stretch in aromatic amines
1150	-C(=O)-N-C(=O)- imide
1047	P-O-C stretch
938	C-H out of plane bend in para-disubstituted



รูปที่ 5.5 ^1H NMR สเปกตรัมของ Phosphoric acid 4-(2,5-dione-pyrrol-1-yl)-phenyl ester diphenyl ester

จากรูป ^1H NMR ใช้ในการพิสูจน์โครงสร้างของ Phosphoric acid 4-(2,5-dioneo-pyrrol-1-yl)-phenyl ester diphenyl ester โดยใช้สภาวะการทดสอบชนิดของ probe : SW ตัวทำละลาย : DMSO

- สัญญาณที่ตำแหน่งโปรตรอนที่ **a** เป็นของหมู่ imide อยู่ที่ 6.819 และ 6.837 ppm
- สัญญาณที่ตำแหน่งโปรตรอนที่ **d,e** เป็นของวงเบนซีนที่หมู่ฟอสเฟต อยู่ที่ 7.109 และ 7.175 ppm
- สัญญาณที่ตำแหน่งโปรตรอนที่ **b,c** เป็นของวงเบนซีนที่ HPM อยู่ที่ 7.259 และ 7.412 ppm

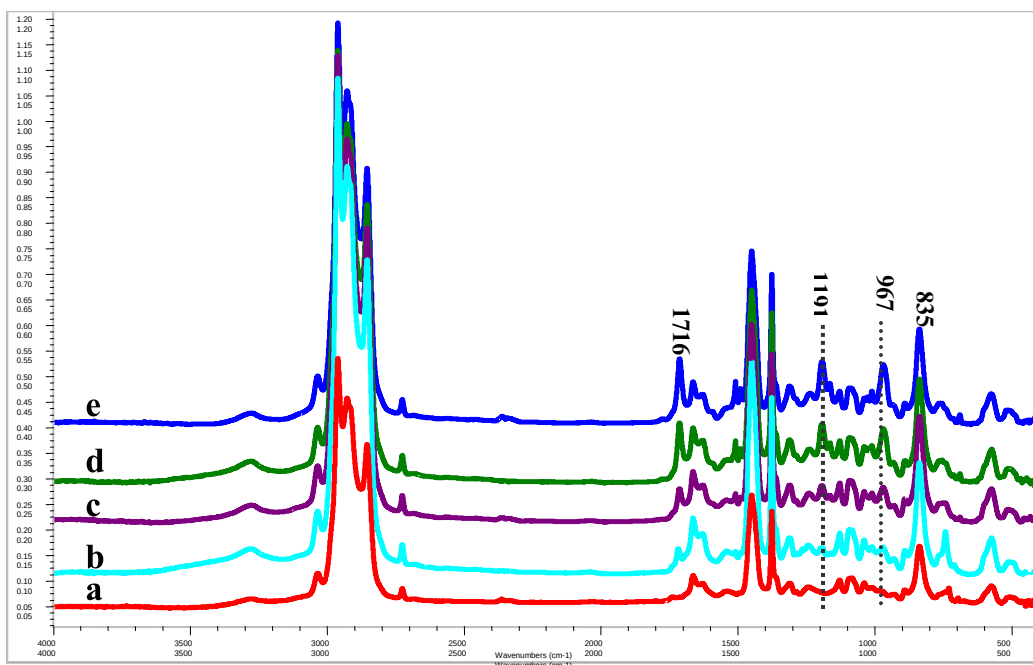
- สัญญาณที่ตำแหน่งโปรตรอนที่ f เป็นของวงเบนซีนที่หมู่ฟอสเฟต อยู่ที่ 7.089 ppm

ความสูงของอินทรีกรัด 2:2:2:4:4:2 (a:b,c:d,e:f) สามารถพิสูจน์ได้ว่าสารที่ได้มีโครงสร้างตามที่ต้องการ แต่ยังไม่มีความบริสุทธิ์เพราะ พบว่ามีสัญญาณที่ 10.357, 9.655 เป็นสัญญาณของสารตั้งต้นที่เหลือจากทำปฏิกิริยา และ 3.658, 3.308, 2.490 เป็นสัญญาณของ $\text{Et}_3\text{N} \cdot \text{HCl}$ เป็นเกลือที่ได้จากการทำปฏิกิริยา ส่วนสัญญาณที่เหลือ คือ 3.305 และ 2.490 เป็นของ DMSO (dimethylsulfoxide) เป็นตัวทำละลายที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง

5.1.5 การกราฟอย่างธรรมชาติกับอนุพันธ์ของมาลิอิมัดที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส

5.1.5.1 การกราฟอย่างธรรมชาติกับอนุพันธ์ของมาลิอิมัดที่ ประกอบด้วยฟอสฟอรัสในสถานะสารละลาย

การเลือกตัวทำละลายของอนุพันธ์ของมาลิอิมัดที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส ในขั้นตอนการกราฟสถานะสารละลายนั้น ต้องเลือกตัวทำละลายที่สามารถละลายได้ในตัวทำละลายยางที่เลือกใช้ และการเติมเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์มีผลต่อการเกิดเจล ถ้าอัตราการเติมเร็วเกินไปหรือขนาดหยดใหญ่จะเกิดเจลขึ้น เพราะฉะนั้นต้องเติมอย่างช้าๆ และขนาดหยดเล็กๆ



รูปที่ 5.6 อินฟราเรดสเปกตรัมของการเปรียบเทียบการกราฟต์ที่ phr ต่างๆ

- a) ยางธรรมชาติที่ผ่านการบด
- b) ยางกราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิอิมัดที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสที่ 3 phr
- c) ยางกราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิอิมัดที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสที่ 5 phr
- d) ยางกราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิอิมัดที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสที่ 7 phr
- e) ยางกราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิอิมัดที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสที่ 10 phr

ตารางที่ 5.4 อิทธิพลของปริมาณอนุพันธ์ของมาลิอิมัดที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสที่มีผลต่อ
ปฏิกิริยาการกราฟต์โดยวัดจากแถบค่าดูดกลืนในอัตราส่วนที่ A_{1716}/A_{835}

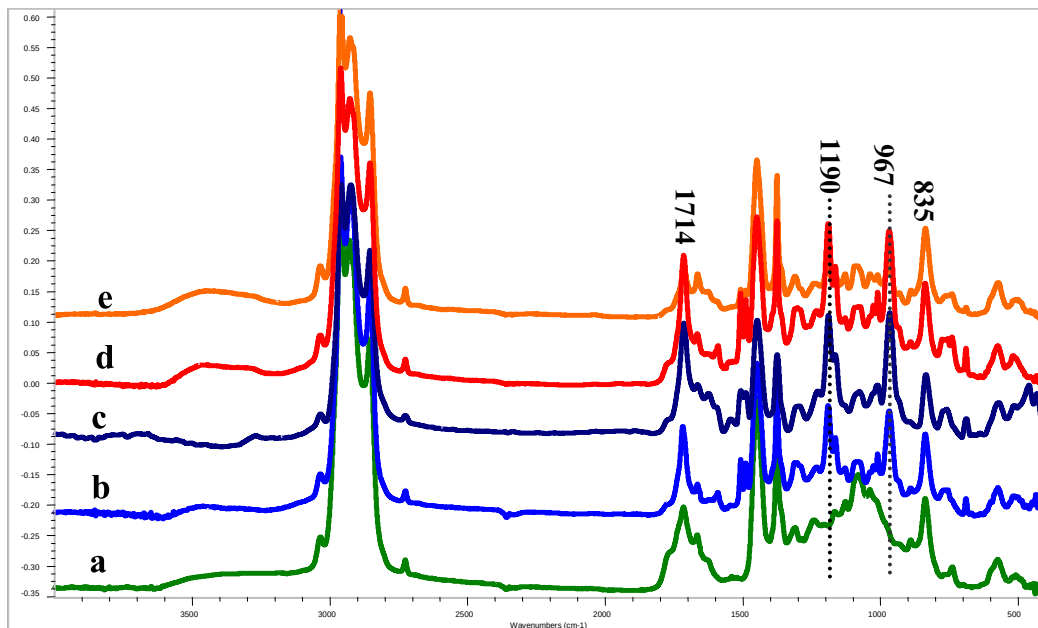
ปริมาณการเติมอนุพันธ์ของมาลิอิมัดที่ ประกอบด้วยฟอสฟอรัส	A_{1716}/A_{835}
3 phr	$0.055/0.257 = 0.22$
5 phr	$0.063/0.224 = 0.28$
7 phr	$0.071/0.123 = 0.58$
10 phr	$0.111/0.181 = 0.61$

การพิจารณาว่าการกราฟต์อนุพันธ์มาลิอิมัดที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสบนสายโซ่ยางธรรมชาติเกิดขึ้นนั้นพิจารณาจากค่าการดูดกลืนแสงที่มีความถี่ $1,716\text{ cm}^{-1}$ (C=O Stretch in unsaturated and aromatic acids), $1,190\text{ cm}^{-1}$ (-C(=O)-N-C(=O)- imide), 967 cm^{-1} (C-H out of plane bend) ซึ่งไม่ปรากฏในยางธรรมชาติ

การหาปริมาณการกราฟต์โดยหาจากอัตราส่วนของ A_{1716}/A_{835} เมื่อเพิ่มปริมาณสารอนุพันธ์มาลิอิมัดที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส ปริมาณการกราฟต์จะมากขึ้นด้วย แสดงว่าปริมาณการกราฟต์สารอนุพันธ์มาลิอิมัดที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสบนสายโซ่ยางธรรมชาติขึ้นอยู่กับปริมาณสารที่เติม แต่ไม่ได้มีการศึกษาปริมาณมากที่สุดที่สามารถกราฟต์ได้

5.1.5.1 การกราฟต์ยางธรรมชาติเหลวกับอนุพันธ์ของมาลิอิมัดที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส

ทำการทดลองตามข้อ 4.5.2.2 โดยแปรเวลาต่างๆที่ 15,30,45และ60 นาทีแล้ววิเคราะห์ผลด้วย FTIR ได้ผลตามรูปที่ 5.7 และตารางที่ 5.5



รูปที่ 5.7 อินฟราเรดสเปกตรัมของการเปรียบเทียบการกราฟต์ที่เวลาต่างๆ

- a) ขงธรรมชาติเหลว
- b) ขงธรรมชาติเหลวกราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิไนด์
ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสที่เวลา 15 นาที
- c) ขงธรรมชาติเหลวกราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิไนด์
ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสที่ 30 นาที
- d) ขงธรรมชาติเหลวกราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิไนด์
ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสที่ 45 นาที
- e) ขงธรรมชาติเหลวกราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิไนด์
ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสที่ 60 นาที

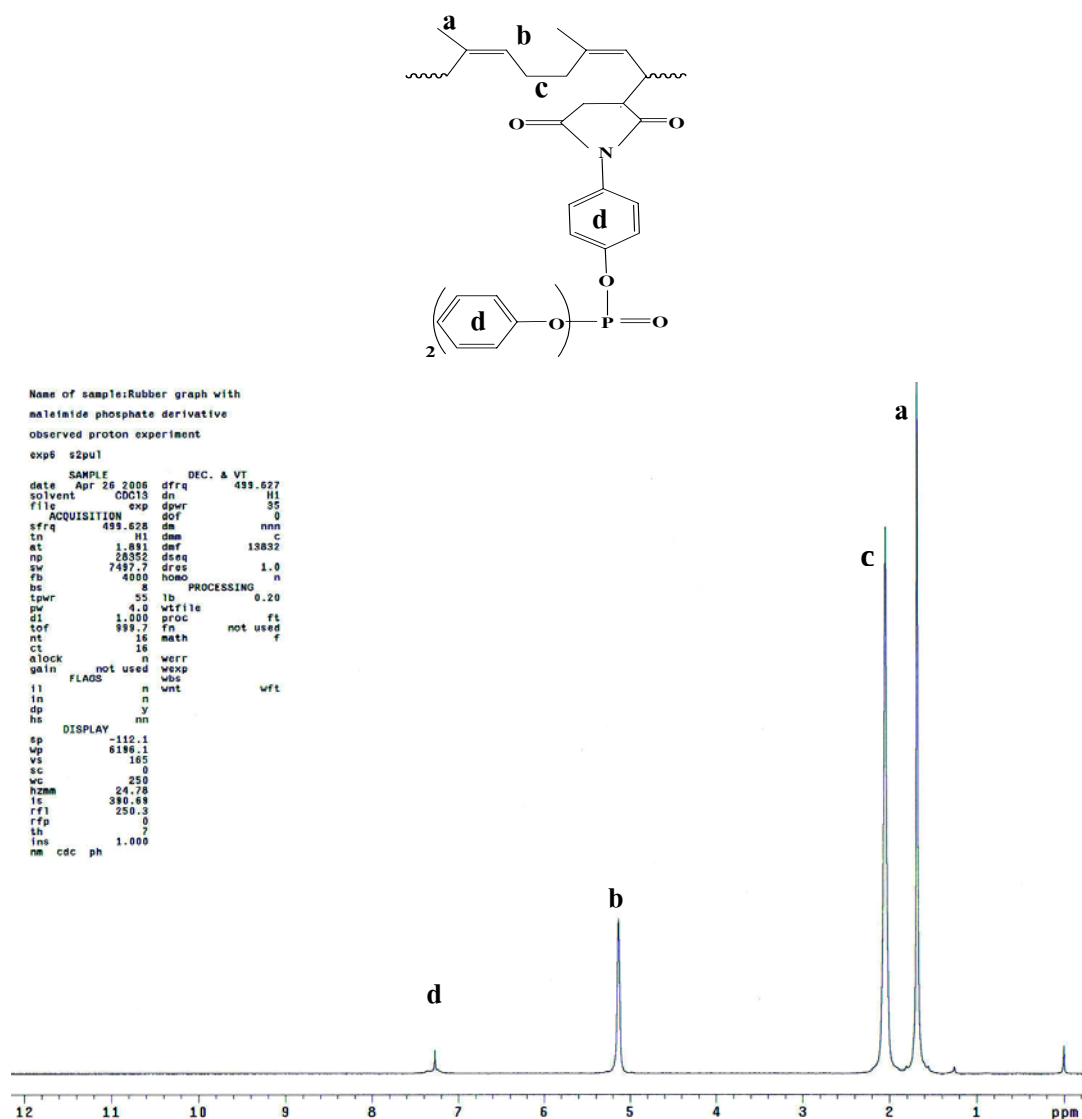
ตารางที่ 5.5 อิทธิพลของเวลาที่ใช้ในการกราฟต์อนุพันธ์ของมาลิไนด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส
ที่มีผลต่อปฏิกิริยาการกราฟต์โดยวัดจากแถบค่าดูดกลืนในอัตราส่วนที่ A_{1714}/A_{835}

เวลาที่ใช้ในการกราฟต์อนุพันธ์ของมาลิไนด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส (นาที)	A_{1714}/A_{835}
15	$0.080/0.077 = 1.03$
30	$0.053/0.042 = 1.26$
45	$0.176/0.158 = 1.11$
60	$0.078/0.154 = 0.51$

การพิจารณาว่าการกราฟค่อนุพันธ์มาลิอไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสบนสายโซ่อย่างธรรมชาติเกิดขึ้นนั้นพิจารณาจากค่าการดูดกลืนแสงที่ความถี่ $1,714\text{ cm}^{-1}$ (C=O Stretch in unsaturated and aromatic acids), 1190 cm^{-1} (-C(=O)-N-C(=O)- imide), 967 cm^{-1} (C-H out of plane bend) ที่ไม่ปรากฏจากยางธรรมชาติเหลว

การหาปริมาณการกราฟต์โดยหาจากอัตราส่วนของ A_{1714}/A_{835} เมื่อเพิ่มเวลาในการกราฟต์ ปริมาณการกราฟต์จะมากที่สุดที่ 30 นาที แต่เมื่อเพิ่มเวลาในการกราฟต์ต่อไปจะเกิดการสลายตัวของปริมาณการกราฟต์ได้

5.1.5.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของยางกราฟต์ด้วย ^1H NMR



รูปที่ 5.8 ^1H NMR สเปกตรัมของยางธรรมชาติกราฟต์กับ
อนุพันธ์มาลิอไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส

จากรูป $^1\text{H NMR}$ สเปกตรัมของยางธรรมชาติกราฟต์กับอนุพันธ์มาลิอิม์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสในการพิสูจน์โครงสร้างของ โดยใช้สภาวะการทดสอบชนิดของ probe : SW ตัวทำละลาย : CDCl_3

- สัญญาณที่ตำแหน่งโปรตรอนที่ a เป็นของหมู่ $-\text{CH}_3$ อยู่ที่ 1.689 ppm
- สัญญาณที่ตำแหน่งโปรตรอนที่ b เป็นของหมู่ $-\text{CH}-$ อยู่ที่ 5.135 ppm
- สัญญาณที่ตำแหน่งโปรตรอนที่ c เป็นของ $-\text{CH}_2-$ อยู่ที่ 2.045 ppm
- สัญญาณที่ตำแหน่งโปรตรอนที่ d เป็นของวงเบนซีนของอนุพันธ์มาลิอิม์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส อยู่ 7.235 ppm

ความสูงของอินทิกรัล 3:1:2 (a:b:c) และมีวงเบนซีนที่ 7.235 ppm สามารถพิสูจน์ได้ว่าได้ยางธรรมชาติกราฟต์ตามที่ต้องการ

5.1.5 การทดสอบสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพของยางกราฟต์ที่เตรียมได้

5.1.6.1 การหาค่า scorch time และ cure time

ตารางที่ 5.6 ค่า scorch time และ cure time ของยางที่ผสมสูตร

ชนิดของยาง	scorch time(t_{s1}) (นาทีก)	cure time(t_{90}) (นาทีก)
ยางธรรมชาติ	2.10	18
ยางกราฟต์ที่ 5 phr	2.10	18
ยางกราฟต์ที่ 10 phr	2.10	18

การหาค่า scorch time และ cure time เป็นความสัมพันธ์ของกราฟระหว่าง ทอร์กและเวลา ค่าทอร์ก คือ การหมุนทำมุมน้อยๆ กลับไปกลับมาตามแนวแกนตั้ง ทำให้เกิดแรงเฉือนกระทำต่อยาง แรงที่ใช้ในการหมุนสูงสุดจะขึ้นอยู่กับความแข็งแรงของยาง และจะสิ้นสุดการทดสอบเมื่อแรงบิดเข้าสู่สมดุล พบว่าที่ 160 องศาเซลเซียส สารเคมีทำปฏิกิริยาทำให้ยางสกอซ ที่เวลา 2.10นาทีก เมื่อให้ความร้อนต่อไปเกิดการ crosslink ยางมีค่าโมดูลัสคงที่เวลา 18 นาทีก

การคำนวณเวลาที่ใช้ในการอัดเบ้า

ได้เลือกใช้อุณหภูมิที่ 150 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้อัดเบ้าคิดเป็น 50 เปอร์เซ็นต์ของ cure time จริงที่ได้ เพราะฉะนั้นใช้เวลาประมาณ 30 นาทีก

5.1.6.2 การทดสอบความแข็ง(Hardness)

การทดสอบความแข็งของยางในชั้นทดสอบแต่ละชั้น คำนวณหาค่าเฉลี่ยได้ดังตารางที่ 5.7

ตารางที่ 5.7 การทดสอบความแข็งของยางธรรมชาติ และยางกราฟต์ที่เตรียมได้

ชนิดของยาง	hardness (shore A)
ยางธรรมชาติ	41
ยางกราฟต์ที่ 5 phr	46
ยางกราฟต์ที่ 10 phr	46

การวัดความแข็งของยาง ผลปรากฏว่ายางกราฟต์ที่ 5 phr และ 10 phr มีค่าสูงกว่ายางธรรมชาติ

5.1.6.3 ความต้านทานต่อของเหลว (Resistance to liquids)

ตารางที่ 5.8 ความต้านทานต่อของเหลว

ชนิดยาง	สารละลาย		โทลูอิน		เฮกเซน		ไดคลอโรมีเทน	
			% Swelling	% Gel	% Swelling	% Gel	% Swelling	% Gel
ยางธรรมชาติ			267	97	107	97	309	96
ยางกราฟต์ที่ 10 phr			273	94	97	97	302	94

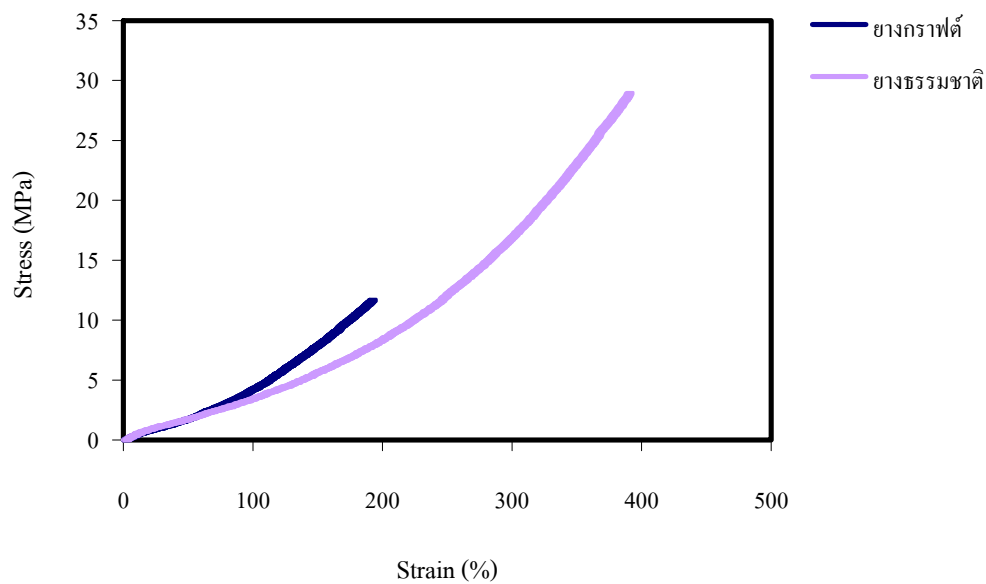
การบวมพองและการเกิดโครงสร้างร่างแหของยางกราฟต์และยางธรรมชาติ แตกต่างกันเล็กน้อย แสดงว่าอนุพันธ์มาลิโอไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสมีผลน้อยมากต่อความต้านทานต่อของเหลว

5.1.6.4 การทดสอบยางโดยการดึง (Tensile Strees – Strain)

การเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของยางกราฟต์ที่ 10 phr และยางธรรมชาติเพื่อหาความสามารถในการยืดและความทนทานต่อการผิดรูปและการรับแรงดึงของยางวัลคาไนซ์ ค่าที่ได้จากการวัดการทดสอบการดึง คือ 100% ค่าโมดูลัส ค่าความเค้นดึง และ ระยะยืดจนขาด

ตารางที่ 5.9 สมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติและยางกราฟต์

ชนิดของยาง	โมดูลัส 100% (MPa)	ความเค้นดึง (MPa)	ระยะยืดจนขาด (%)
ยางธรรมชาติ	3.54	23.65	389
ยางกราฟต์ที่ 10 phr	4.33	11.65	190

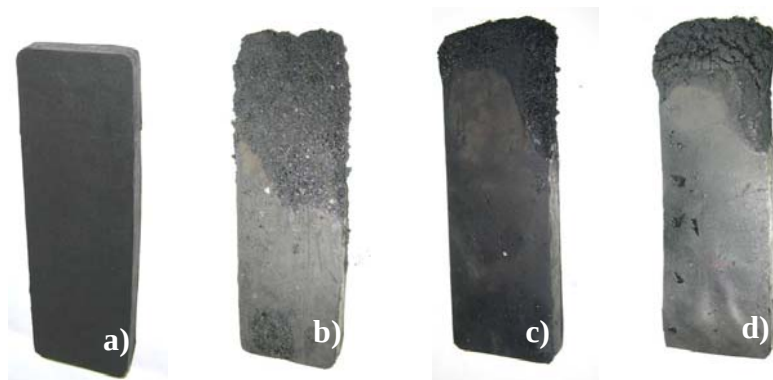


รูปที่ 5.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและระยะยืดของยางกราฟต์ที่ 10% และยางธรรมชาติ

จากตารางที่ 5.9 และกราฟรูปที่ 5.9 แสดงให้เห็นว่าค่าโมดูลัส 100% ของยางกราฟต์ที่ 10% มีค่าสูงกว่ายางธรรมชาติ แต่ยางธรรมชาติมีความเค้นดึงและระยะยืดจนขาดที่สูงกว่า

5.1.7 การทดสอบการทนต่อความร้อนและเปลวไฟของยางกราฟต์ที่เตรียมได้

5.1.7.1 การทนไฟและความร้อนตามมาตรฐาน ISO 3582-1978(E)



รูปที่ 5.10 ลักษณะรอยการเผาไหม้ของยาง

a) ลักษณะของยางที่อัด, b) ลักษณะรอยไหม้ของยางธรรมชาติ, c) ลักษณะรอยไหม้ของยางกราฟต์ที่ 5 phr และ d) ลักษณะรอยไหม้ของยางกราฟต์ที่ 10 phr



NR

G5phr

G10phr

รูปที่ 5.11 ลักษณะของเปลวไฟขณะเกิดการเผาไหม้

ตารางที่ 5.10 ผลการทดสอบการทนไฟ

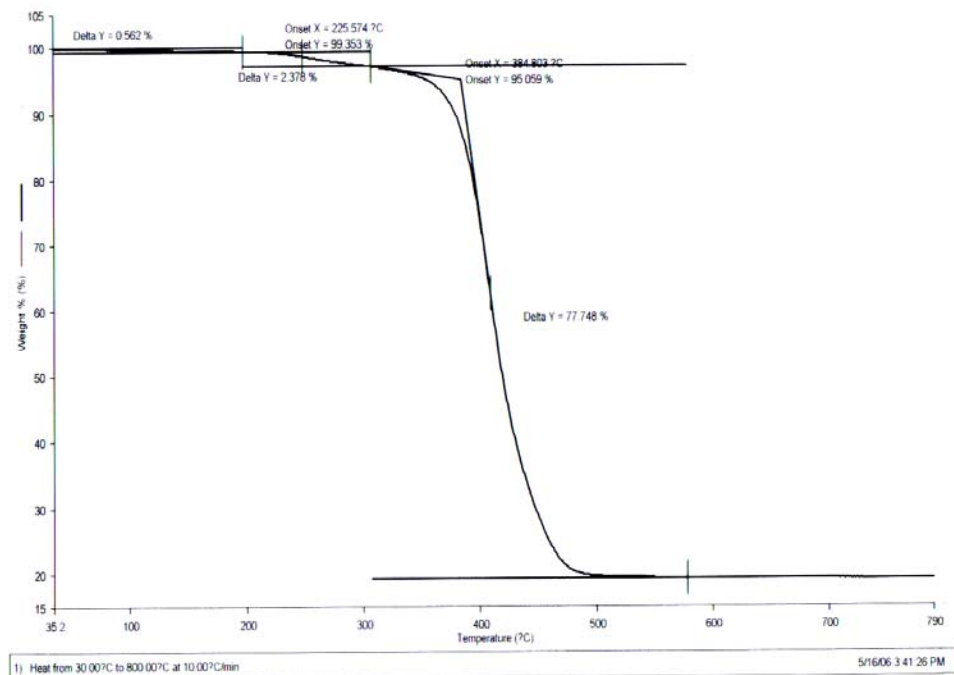
ชนิดของยาง	อัตราการเผาไหม้ (มิลลิเมตร/วินาที)	น้ำหนักที่หายไปขณะทำการเผาไหม้ (กรัม)
ยางธรรมชาติ (NR)	0.240	7.189
ยางกราฟต์ที่ 5 phr (G5phr)	0.100	6.928
ยางกราฟต์ที่ 10 phr (G10 phr)	0.095	4.624

ลักษณะของยางขณะเกิดการเผาไหม้

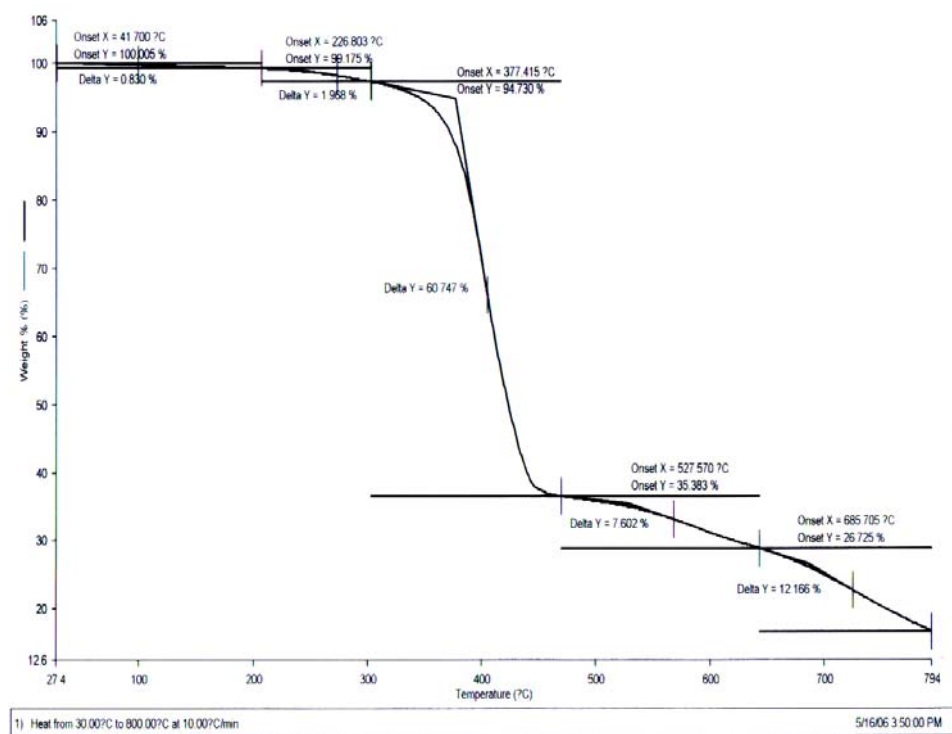
ยางธรรมชาติ เมื่อเผาในระยะแรกไม่มีการบิดเบี้ยวของรูปร่างของชิ้นทดสอบ และเมื่อเผาอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 1 นาที แล้วนำเปลวไฟออก เกิดเปลวไฟสีส้มและควันเขม่าสีดำ ขณะเกิดเปลวไฟจะมีการปะทุของยางเกิดเป็นเปลวไฟ ขนาดใหญ่กว่าของยางกราฟต์ ดังรูปที่ 5.11 เปลวไฟไม่สามารถดับเองได้ รอยไหม้ที่เกิดขึ้นหลังจากการดับไฟมีลักษณะเป็นเขม่าสีดำ

ยางกราฟต์ที่ 5 และ 10 phr เมื่อเผาในระยะแรกเกิดการขยายตัวของยาง และเมื่อเผาอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 1 นาที แล้วนำเปลวไฟออก เกิดเปลวไฟสีส้มและควันเขม่าสีดำ ขณะเกิดเปลวไฟจะมีการปะทุของยางเกิดเป็นเปลวไฟเล็กๆ เปลวไฟไม่สามารถดับเองได้ รอยไหม้ที่เกิดขึ้นหลังจากการดับไฟมีลักษณะเป็นจี้ดำมีลักษณะแข็ง การทดสอบการเผาไหม้ของยางกราฟต์ที่ 5 phr และ 10 phr พบว่าไม่สามารถทนต่อเปลวไฟได้ เนื่องจากยางกราฟต์มีอนุพันธ์มาลิอีไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสในปริมาณที่น้อยจึงไม่ทนต่อเปลวไฟ

5.1.7.2 การทดสอบการทนความร้อน (Heat resistance) การทดสอบความร้อนโดยใช้ TGA สามารถยืนยันได้ว่ายางกราฟต์เกิดการสูญเสียน้ำหนักที่ 10 % ของการเผาไหม้ ที่ 377 °C และยางธรรมชาติที่ 384 °C แต่เมื่อให้ความร้อนถึงอุณหภูมิ 500 °C ยางธรรมชาติเกิดการเผาไหม้หมดไม่มีถั่วอยู่เลย ส่วนยางกราฟต์ยังมีน้ำหนักเหลืออยู่ แสดงว่ายางกราฟต์สามารถทนความร้อนได้ใกล้เคียงกับยางธรรมชาติ แต่ช่วยชะลอการเผาไหม้ดีกว่า ดูรูปที่ 5.10 และ 5.11



รูปที่ 5.12 TGA ของยางธรรมชาติ



รูปที่ 5.13 TGA ของยางกราฟต์ที่ 10 phr

6. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

6.1 ผลการทดลอง

6.1.1 การเตรียมสารอนุพันธ์ของมาลอิไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสโดยเตรียมจาก เอ็น- 4-ไฮดรอกซีฟีนิลมาลอิไมด์ (N-(4-hydroxyphenyl) maleimide) ทำปฏิกิริยากับไดฟีนิลคลอโรฟอสเฟต (Diphenyl Chlorophosphate) ที่อุณหภูมิห้อง นาน 2 ชั่วโมง สามารถเตรียมได้แต่ทำให้บริสุทธิ์ค่อนข้างจะยากถึงแม้ว่าจะผ่านการแยกด้วยคอลัมน์

6.1.2 การกราฟต์ยางธรรมชาติกับสารอนุพันธ์มาลอิไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสในสถานะสารละลายที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง สามารถกราฟต์ได้ ที่ 10 phr เกิดปริมาณการกราฟต์สูงสุดซึ่งมีอัตราส่วนของการดูดกลืน 0.61 โดยวัดค่าอัตราส่วนของการดูดกลืนแสงที่ A_{1716}/A_{835} ที่ $1,716\text{ cm}^{-1}$ (C=O Stretch in unsaturated and aromatic acids) และ 835 cm^{-1} (C-H Out of plane bend in $R_2C=CH_2$) แต่สถานะหลอมไม่สามารถกราฟต์กับยางธรรมชาติได้ ต้องกราฟต์กับยางธรรมชาติเหลวที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที ที่ 10 phr เกิดปริมาณการกราฟต์โดยมีอัตราส่วนของการดูดกลืนแสง 1.26 เมื่อพิจารณาจากค่าอัตราส่วนของการดูดกลืนแสงสามารถสรุปได้ว่ากราฟต์กับยางธรรมชาติเหลวมีปริมาณการกราฟต์ได้สูงกว่าแบบสถานะสารละลาย

6.1.3 การทดสอบสมบัติทางกายภาพ คือ การทดสอบความแข็ง, ระยะเวลาที่ยางแข็งตัวเมื่อให้ความร้อน และความต้านทานต่อของเหลว พบว่าสมบัติของยางกราฟต์ไม่แตกต่างจากยางธรรมชาติ

6.1.4 การทดสอบสมบัติเชิงกล คือ การทดสอบการดึงของยางกราฟต์มีค่า โมดูลัสที่ 100% สูงกว่ายางธรรมชาติ แต่ค่าเค้นดึง และระยะยืดจนขาดน้อยกว่ายางธรรมชาติ

6.1.5 การทดสอบสมบัติการทนความร้อนและเปลวไฟพบว่ายางกราฟต์ทนความร้อนได้ไม่แตกต่างจากยางธรรมชาติ แต่มีเปลวไฟที่เล็กกว่า ช่วยลดอัตราการเผาไหม้ มีเถ้าเกิดขึ้นขณะเผาไหม้มากกว่ายางธรรมชาติทำให้บดบังเนื้อยาง ไม่ให้สัมผัสกับความร้อนโดยตรง

6.2 ข้อเสนอแนะ

6.2.1 ควรเพิ่มปริมาณสารอนุพันธ์มาลอิไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสในการกราฟต์กับยางธรรมชาติโดยเริ่มที่ 15 phr ขึ้นไปเพื่อให้การทนไฟดีขึ้น

6.2.2 ควรเลือกสารตัวเร่งที่เหมาะสมในการผสมสูตรยาง ถ้าเลือกใช้ไม่เหมาะสมจะเกิดปัญหาในการอัดเบ้า โดยทำให้ผลิตภัณฑ์บิดเบี้ยวได้ง่าย

6.2.3 ควรหาวิธีการทำให้บริสุทธิ์ของสารอนุพันธ์มาลอิไมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส

7. เอกสารอ้างอิง

- บุญธรรม นิธิอุทัย, พรพรรณ นิธิอุทัย, มนัส แซ่ด่าน และเสาวนีย์ ก่ออุฒิกุลรังษี. 2530. ขง
ธรรมชาติ ขงสังเคราะห์. คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี. มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
วิทยาเขตปัตตานี.
- แวนอาแซ แวนหามะ, อรสา ภัทรไพบุญย์ และฟูลีนา มนุญดาหวิ. 2536. ศึกษาวิธีการทำขง
ธรรมชาติให้ทนไฟ. คณะวิทยาศาสตร์ และ เทคโนโลยี, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.
- Allcock, H.R. 2003. Flame Resistance Materials. (ออนไลน์).
สืบค้นจาก : http://research.chem.psu.edu/hragroup/flame_resistance_materials.htm
[28 กรกฎาคม 2548]
- Buckingham, M.R., Lindsay, A.L., Stevenson, D.E., Muller, G., Moral, E., Costes, B., and Henry,
Y. 1996. Synthesis and formulation of novel phosphorylated flame retardant uratives
for thermoset resins. *Polymer Degradation and Stability.*, 54 : 311-315.
- Collins, E.A., Bares, J. and Billmeyer, JR. F.W. 1973. *Experiments in Polymer Science*. A Wiley-
interscience publication. New York. p.394.
- Derouet, D., Brosse, J. C., Cauret, L., Morvan, F. and Mulder-Houdayer, S. 2003. Chemical
modification of polydienic elastomers by organophosphated reagent. *J. Appl. Polym.*
Sci., 87:47-60.
- Hall, M.E. and Horrocks, A.R. 1993. *Trends in polym. Sci.*, 12 : 55.
- Florence, M., Loustalot., G. and Aycaguer N. 1996. Monofunctional Maleimide or Acetylene
Terminated Model Compounds-I. Molten State Homopolymerization Reactivity and
Kinetics. *Eur. Polym. J.*, 34 : 1704-1714.
- Merdivan, M., Buchmeiser, M.R. and Bonn, B. 1999. Phosphonate-based resins for the selective
enrichment of uranium(VI). *Analytica Chimica Acta.*, 420 : 91-97.
- Oishi, T. and Fujimoto, M. 1992. Synthesis and Polymerization of N-[4-N'-(α -Methylbenzyl)
aminocarbonylphenyl]maleimide. *Journal of Polymer Science: Part A:*
Polymer Chemistry., 30 : 1821-1830.
- Reghunadhan Nair, C.P., Mathew, D. and Ninan, K.N. 2001. Imido-phenolic-triazine network

polymers derived from maleimide-functional novolac. *European Polymer Journal*., 37 : 315-321.

Richard, H.A. 1996. Developments in flame retardants for heat and fire resistant textiles – the role of char formation and intumescence. *Polymer Degradation and Stability*., 54 : 143-154.

Reghunadhan Nair, C.P., Mathew, D. and Ninan, K.N. 1999. Free radical copolymerisation of N-(4-hydroxy phenyl)maleimide with vinyl monomers: solvent and penultimate unit effects. *European Polymer Journal*., 35(10) : 1829-1840.

Tham, S.F. and Gupta, S. 2001. Synthesis and characterization of Maleinized-Silylate Low Molecular Weight Guayule Rubber(MASiGA). *J. Appl. Polym. Sci.*, 81 : 754-761.

ภาคผนวก

ก. การหาน้ำหนักโมเลกุลของยางแท่งที่บดลดน้ำหนักโมเลกุล

การหาน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติที่บดลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวัดอัตราการไหลผ่านคาปิลารีที่แตกต่างกัน โดยทำการวัดอัตราการไหลที่ความเข้มข้นของสารต่างๆ เพื่อเปรียบเทียบกับอัตราการไหลของตัวทำละลายด้วยวิธี Dilute solution viscosity โดยใช้ Ostwald Fenske Viscometer แล้วทำการจับเวลาในการเคลื่อนที่ของสารผ่านหลอดแคปิลารี จากค่าความหนืดที่วัดได้ นำไปคำนวณ หาน้ำหนักโมเลกุลจากสมการซึ่งเรียกว่า Mark-Houwink-Sakurada equation (Collins *et al.*, 1973)

$$[\eta] = KM_v^a$$

$$[\eta] = \text{intrinsic viscosity, } K = 5 \times 10^{-4}, a = 0.67$$

$$M_v = \text{viscosity average molecular weight}$$

ตารางที่ ก. แสดงค่าที่ใช้ในการคำนวณหาน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ
ที่ผ่านการบดลดน้ำหนักโมเลกุล

C	t ₀	t	η _r	ln η _r	η _{sp}	η _{inh}	η _{sp} /C	ln η _r /C
0.13	10.28	14.25	1.39	0.33	0.39	2.61	3.09	2.61
0.25	10.28	19.23	1.87	0.63	0.87	2.51	3.48	2.51
0.50	10.28	40.12	3.90	1.36	2.90	2.72	5.81	2.72
1.00	10.28	65.23	6.35	1.85	5.35	1.85	5.35	1.85

Fundamental equations

$$\eta_r = t / t_0 \quad \dots\dots(1)$$

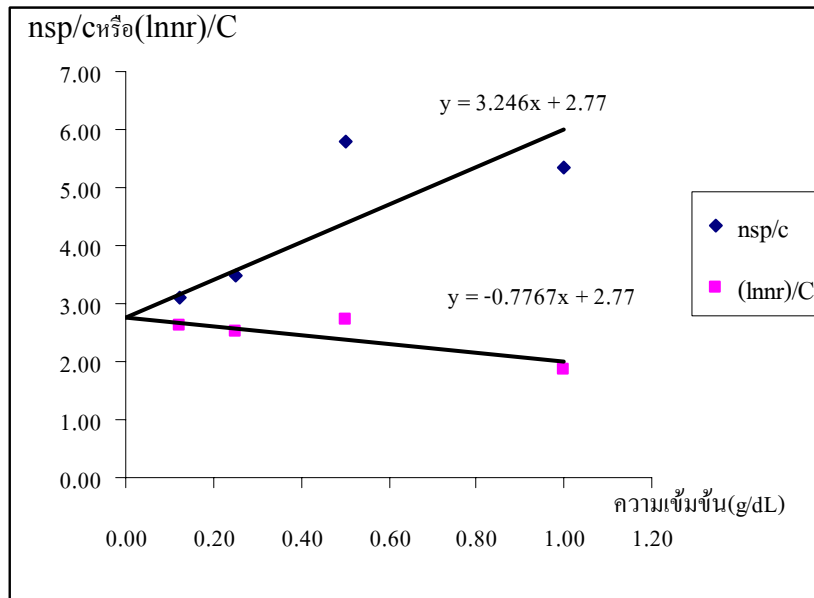
$$\eta_{sp} = (t - t_0)/t_0 \quad \dots\dots (2)$$

$$\eta_{inh} = (\ln \eta_r) / C \quad \dots\dots (3)$$

$$\eta_{sp}/C = [\eta] + k' [\eta]^2 C \quad \dots\dots(4)$$

$$(\ln \eta_r) / C = [\eta] + k'' [\eta]^2 C \quad \dots\dots(5)$$

η_r คือ Reduced viscosity, η_{sp} คือ Specific viscosity, η_{inh} คือ inherent viscosity, C คือ ความเข้มข้นของสารละลายยาง, t คือ ระยะเวลาที่สารละลายยางผ่านคาปิลารี, t_0 คือ ระยะเวลาที่ตัวทำละลายผ่านคาปิลารี, k' คือ Huggins constant และ k'' คือ Kraemer constant



รูปที่ ก. การคำนวณหาหน้าหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติที่ผ่านการบดด้วย Two Roll Mill

จากกราฟ

- $Y = 3.246X + 2.77$

จุดแกนคือ $(\eta) = 2.77$

ความชัน = 3.246

เพราะฉะนั้น ความชัน = $k'(\eta)^2$

$$3.246 = k'(2.77)^2$$

$$k' = 0.423$$

- $Y = -0.7767X + 2.77$

จุดแกนคือ $(\eta) = 2.77$

ความชัน = -0.7767

เพราะฉะนั้น ความชัน = $k''(\eta)^2$

$$-0.7767 = k''(2.77)^2$$

$$k'' = -0.101$$

$$\text{ดังนั้น } k' - k'' = 0.423 - (-0.101) = 0.524$$

หมายเหตุ $k' - k''$ ควรจะมีค่าประมาณ 0.5

$$\text{สูตรการหาน้ำหนักโมเลกุล } (\eta) = K \bar{M}_v^a \text{ เมื่อ } K = 5 \times 10^{-4} \quad a = 0.67$$

$$2.77 = (5 \times 10^{-4} \bar{M}_v^{0.67})$$

$$\lg 5540 = 0.67 \lg \bar{M}_v$$

$$3.7435/0.67 = \lg \bar{M}_v$$

$$5.587 = \lg \bar{M}_v$$

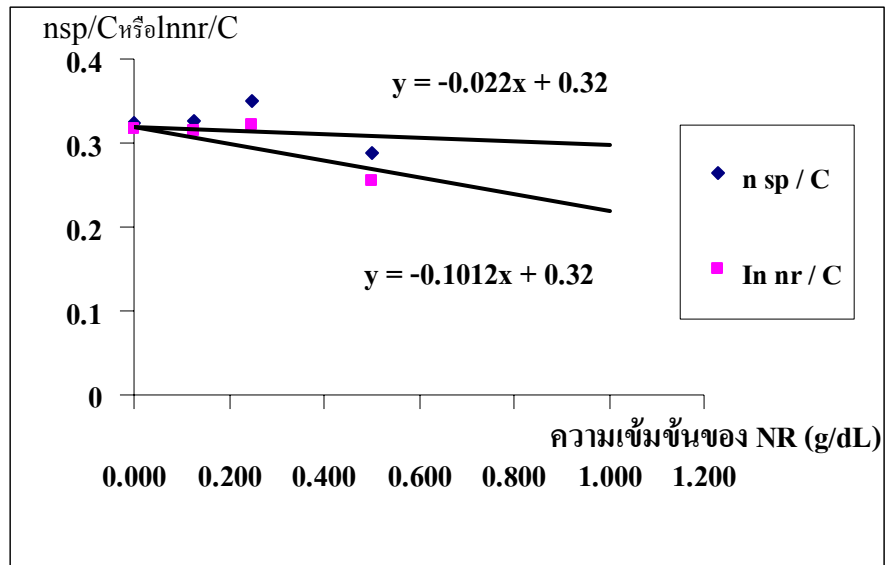
$$\bar{M}_v = 386,366$$

ดังนั้นน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติที่ผ่านการบดค่น้ำหนักโมเลกุล คือ 386,000

ข. การหาน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติเหลว

ตารางที่ ข. แสดงค่าที่ใช้ในการคำนวณหาน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติเหลว

C	t ₀	t	η_r	$\ln \eta_r$	η_{sp}	η_{inh}	η_{sp}/C	$\ln \eta_r / C$
0.125	9.66	10.05	1.040373	0.039579	0.040373	0.316632	0.322981	0.316632
0.250	9.66	10.45	1.081781	0.078608	0.081781	0.314433	0.327122	0.314433
0.500	9.66	11.35	1.174948	0.161224	0.174948	0.322448	0.349896	0.322448
1.000	9.66	12.45	1.285714	0.251314	0.285714	0.251314	0.285714	0.251314



รูปที่ ข. การคำนวณหาหน้าหักโมเลกุลของยางธรรมชาติเหลว

จากกราฟ

- $Y = -0.022X + 0.32$

จุดแกนคือ $(\eta) = 0.32$

ความชัน = -0.022

เพราะฉะนั้น ความชัน = $k'(\eta)^2$

$$-0.022 = k'(0.32)^2$$

$$k' = -0.2148$$

- $Y = -0.1012 + 2.77$

จุดแกนคือ $(\eta) = 0.32$

ความชัน = -0.1012

เพราะฉะนั้น ความชัน = $k''(\eta)^2$

$$-0.1012 = k''(0.32)^2$$

$$k'' = -0.9883$$

ดังนั้น $k' - k'' = -0.2148 - (-0.9883) = 0.7735$

หมายเหตุ $k' - k''$ ควรจะมีค่าประมาณ 0.5

สูตรการหาหน้าหักโมเลกุล $(\eta) = K\bar{M}_v^a$ เมื่อ $K = 5 \times 10^{-4}$ $a = 0.67$

$$0.32 = (5 \times 10^{-4} \bar{M}_v^{0.67})$$

$$\log 640 = 0.67 \log M_v$$

$$2.8061/0.67 = \log M_v$$

$$4.1883 = \log M_v$$

$$M_v = 15,427$$

ดังนั้นน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติเหลว คือ 15,000

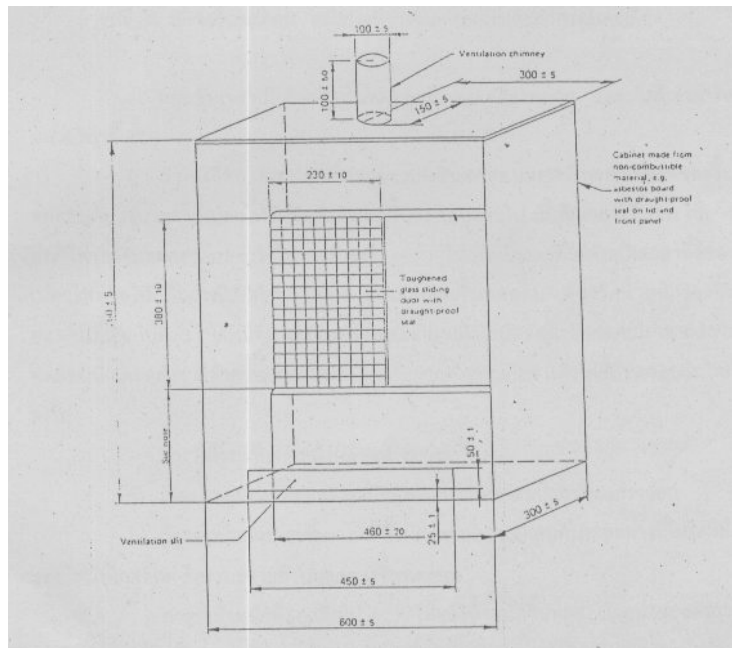
ค. วิธีการทดสอบการทนไฟตามมาตรฐาน ISO 3582-1978(E)

ขอบเขตและลักษณะการใช้งาน

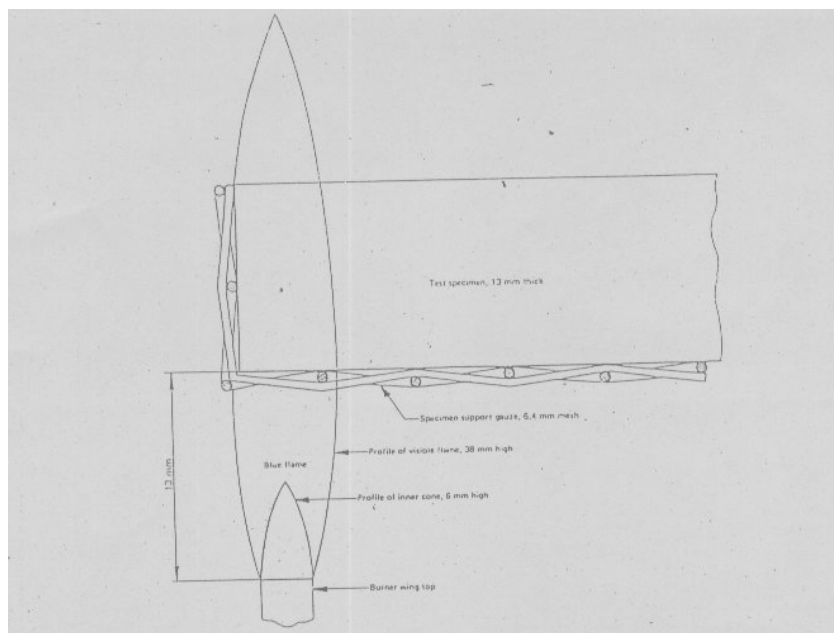
เป็นการทดสอบขนาดเล็กซึ่งจะเปรียบเทียบความสัมพันธ์ของการเผาตามขวางของชิ้นทดสอบขนาดเล็กๆของยาง โดยการเผาด้วยความร้อนที่พลังงานต่ำๆ ซึ่งมีจุดประสงค์ที่จะศึกษาการเผาตามขวางของชิ้นทดสอบนี้มีข้อจำกัดที่ว่าชิ้นทดสอบต้องมีความหนามากกว่า 5 มิลลิเมตร และถ้าชิ้นทดสอบมีความหนาไม่เท่ากัน จะไม่สามารถเปรียบเทียบผลการทดสอบได้ และการทดสอบชนิดนี้ไม่สามารถใช้กับวัสดุติดไฟแล้วเกิดอันตราย

เครื่องมือทดสอบการทนไฟ ประกอบด้วย

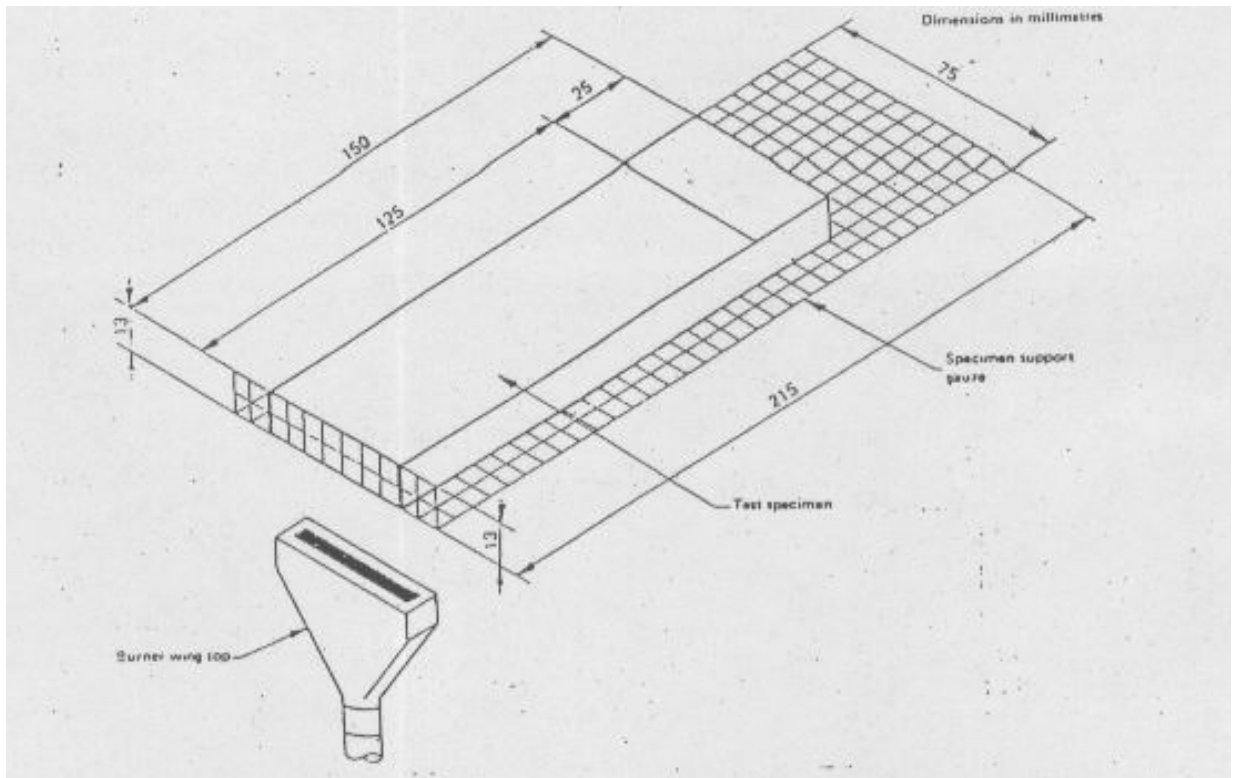
- 1) ห้องทดสอบ(test chamber) เป็นกรอบเหล็กข้างในบรรจุแร่ใยหิน ซึ่งเป็นวัสดุที่ไม่ติดไฟ มีเนื้อที่ภายในกว้าง 300 ± 5 มิลลิเมตร ยาว 600 ± 5 มิลลิเมตร สูง 760 ± 5 มิลลิเมตร ห้องทดสอบอยู่ในตู้คว้น มีอากาศอุณหภูมิปกติไหลเวียนโดยข้างล่างมีช่องระบายอากาศ ขนาดกว้าง 50 ± 5 มิลลิเมตร ยาว 450 ± 5 มิลลิเมตร
- 2) ตะเกียง(burner) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 9.5 ± 5 มิลลิเมตร ใช้เชื้อเพลิงเป็นแก๊สไฮโดรเจน อุณหภูมิของเชื้อเพลิงเท่ากับ 1000 ± 100 องศาเซลเซียส ไฟสูงเหนือตะเกียง 13 ± 1 เซนติเมตร
- 3) ฝาครอบตะเกียง(wing top) กว้าง 3.0 ± 0.2 มิลลิเมตร ยาว 48 ± 1 มิลลิเมตร
- 4) ตะแกรง(gauze) ทำจากลวดสแตนเลสขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.8 มิลลิเมตร เป็นตะแกรงชนิดถี่ขนาด 6.4 mesh กว้าง 75 มิลลิเมตร ยาว 215 มิลลิเมตร และยกขอบจากด้านกว้างขึ้นมา 13 มิลลิเมตร เพื่อวางชิ้นทดสอบ
- 5) ตัวยึดตะแกรง(support gauze holder) สร้างจากเหล็กอ่อนเพื่อให้ตะแกรงอยู่เหนือฐานของห้องทดสอบ 175 ± 25 มิลลิเมตร โดยตะแกรงห่างจากด้านหน้า, ด้านหลังและด้านข้างของห้องทดสอบเท่ากัน



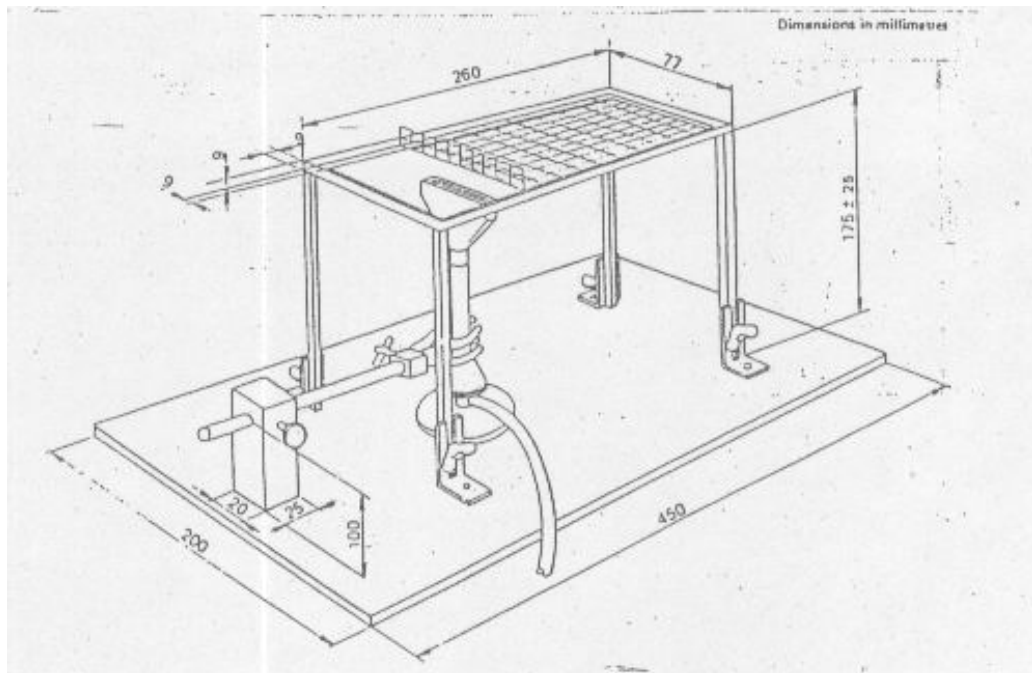
รูปที่ ๘. แสดงห้องทดสอบ (Test chamber)



รูปที่ ๙. แสดงลักษณะของเปลวไฟ, ตำแหน่งของฝาคอตะเกียง, ชิ้นทดสอบและตะแกรง



รูปที่ จ. แสดงชั้นทดสอบ, ตะแกรงที่วางชั้นทดสอบ และฝาครอบตะเกียง



รูปที่ ฉ. แสดงตัวยึดตะแกรง และตะเกียง

ความแม่นยำ

- 1) ความแม่นยำของเวลาที่จำเป็น ± 1 วินาที
- 2) ความแม่นยำของระยะทางเป็น ± 1 มิลลิเมตร
- 3) ความแม่นยำของน้ำหนักเป็น ± 1 มิลลิกรัม

จำนวน, ขนาด, การทำเครื่องหมายและการชั่งน้ำหนักของชิ้นทดสอบ

- 1) จำนวนชิ้นทดสอบ 5 ชิ้น ทำความสะอาดผิวของชิ้นทดสอบ ไม่ให้มีฝุ่นติด
- 2) ขนาดชิ้นทดสอบ กว้าง 50 ± 1 มิลลิเมตร ยาว 150 ± 1 มิลลิเมตร หนา 1 ± 1 มิลลิเมตร

ถ้าหากความหนาแตกต่างกันจะนำมาเปรียบเทียบผลการทดสอบ

- 3) การชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบ จะชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบในไม่ได้ กรณีที่จำเป็น และทำเครื่องหมายด้านกว้าง โดยห่างจากด้านกว้างด้านหน้า 25 มิลลิเมตร โดยทำเครื่องหมาย

การปรับสภาพชิ้นทดสอบ

การปรับสภาพตามมาตรฐาน ISO 471-1983(E) ซึ่งจะบอกถึงอุณหภูมิ, ความชื้น และเวลา สำหรับการปรับสภาพชิ้นทดสอบ

นิยาม

การปรับสภาพ คือ การนำยางไปวางในอุณหภูมิและความชื้นมาตรฐานเป็นเวลาที่ได้กำหนดไว้ ก่อนที่จะทำการทดสอบเพื่อความน่าเชื่อถือของผลการทดสอบ

- 1) อุณหภูมิและความชื้นที่ใช้ในการปรับสภาพ อุณหภูมิมาตรฐาน ในประเทศเมืองหนาวใช้ อุณหภูมิ 23 องศาเซลเซียส ส่วนประเทศบริเวณเส้นศูนย์สูตรหรือใต้เส้นศูนย์สูตรใช้ อุณหภูมิ 27 องศาเซลเซียส

- 2) ความชื้นมาตรฐาน ถ้าจำเป็นต้องควบคุมทั้งอุณหภูมิและความชื้นจะเป็นดังนี้

- ที่ 23 องศาเซลเซียส ความชื้น 50 เปอร์เซ็นต์
- ที่ 27 องศาเซลเซียส ความชื้น 65 เปอร์เซ็นต์

ขั้นตอนการทดสอบการทนไฟ

- 1) การปรับขนาดไฟ โดย

- ปิดประตูห้องทดสอบและปิดตู้ควัน
- ปรับตะเกียงและความดันแก๊ส จนได้เปลวไฟสีน้ำเงิน อุณหภูมิ 1000 ± 100 องศาเซลเซียส มีความสูงเหนือฝาครอบตะเกียง 13 ± 1 มิลลิเมตร ขนาดความสูงของไฟ 38 ± 1 มิลลิเมตร(จากตะเกียง) และความสูงของโคมไฟเท่ากับ 6 ± 1 มิลลิเมตร
- ปิดแก๊ส

- 2) การปรับที่วางชิ้นทดสอบ วางตะแกรงที่สะอาดบนตัวยึดตะแกรงวางชิ้นเพื่อให้ผิวของชิ้นทดสอบอยู่เหนือฝาครอบตะเกียง 13 ± 1 มิลลิเมตร วางชิ้นทดสอบ เปิดประตูห้องทดสอบและวางชิ้นทดสอบลงบนตะแกรง โดย
 - ทำเครื่องหมายที่ผิวส่วนบนสุดของชิ้นทดสอบ
 - ส่วนปลายที่ไกลสุดจากรอยเครื่องหมายของชิ้นทดสอบ สัมผัสกับด้านยกขอบที่สูงของตะแกรง
 - ด้านยาวของชิ้นทดสอบวางขนานกับตะแกรง
- 3) การทดสอบการติดไฟ มีวิธีการดังต่อไปนี้
 - เปิดและจุดแก๊สจับเวลา
 - ปิดประตูของห้องทดสอบและปิดประตูของตู้ควัน
 - บันทึกเริ่มและสังเกตความรุนแรงของลักษณะการเผาไหม้ของชิ้นทดสอบ เช่น บิดเบี้ยว(warping), ไหม้เกรียม(charring), หลอม(melting), มีน้ำมันและหยดน้ำ(dripping) เกิดการหยดการหยดจนกระทั่งถึงพื้นของห้องทดสอบหรือไม่
 - หลังจาก 60 วินาที ปิดแก๊สหรือย้ายตะเกียงออก
 - หยุดจับเวลาเมื่อชิ้นทดสอบถึงรอยเครื่องหมาย และบันทึกเวลาในหน่วยวินาที (t_b)
 - ถ้าไม่เกิดการเผาไหม้ที่ส่วนบนของชิ้นทดสอบ หยุดจับเวลาเมื่อไฟของชิ้นทดสอบดับ เช่น เวลาที่เปลวไฟสัมผัสกับผิวของชิ้นทดสอบหายไป บันทึกเวลาเอาไว้ (t_u) ในบางกรณีไฟของชิ้นทดสอบอาจทำให้ไฟของแก๊สดับ ในกรณีเกิดไฟเผาตรงผิวส่วนบนของชิ้นทดสอบ ต้องวัดน้ำหนักของชิ้นทดสอบที่หายไปด้วย ในกรณีที่เกิดน้ำมันหยดลงในตะเกียงแล้วเปลวไฟเปลี่ยน จะไม่เอาผลการทดสอบนั้น และหลังจากทำความสะอาดตะเกียงกับฝาครอบตะเกียง แล้วใช้ชิ้นทดสอบอันใหม่
- 4) การวัดระยะที่เผาไหม้(extent burnt)
 - เปิดประตูห้องทดสอบและเปิดตู้ควันเอาชิ้นทดสอบและตะแกรงออก
 - วัดและบันทึกระยะที่เผาไหม้ ซึ่งมีค่าเท่ากับ 150 ลบด้วยระยะทางที่ไม่ไหม้ไปยังรอยไหม้ที่สุด คัดระยะจากผิวบนสุดของชิ้นทดสอบ
- 5) การชั่งน้ำหนักที่สูญเสียไป ชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบอีกภายหลังการเผาไหม้แล้วน้ำหนักที่ชั่งได้ไม่รวมน้ำหนักใดๆ ที่ตกจากชิ้นทดสอบ ในระหว่างการเผาไหม้

6) การเตรียมการทดสอบครั้งต่อไป

- ทำความสะอาดเอาเศษที่เหลือของชิ้นทดสอบออกให้หมดใช้ทดสอบอย่างน้อย 4 ชิ้น ปลดปล่อยให้เย็นเท่ากับอุณหภูมิห้อง ก่อนทดสอบครั้งต่อไปทุกครั้ง
- ตรวจสอบตะแกรง, ฝาครอบตะแกรง
- ตรวจสอบขนาดไฟ อย่างน้อยทุก 5 ครั้งของการทดสอบ
- ปิดประตูห้องทดสอบและปิดพัดลมดูดควันแล้วเริ่มขบวนการทดสอบครั้งต่อไป

การคำนวณผลการทดสอบ

- 1) กรณีไฟผ่านรอยเครื่องหมาย จะคำนวณอัตรา
การเผาไหม้ ($\text{Burning rate} = 125/t_b \text{ (mm/s)}$)
- 2) กรณีไฟไม่ผ่านรอยเครื่องหมาย คำนวณหาค่าเฉลี่ยของ
อัตราการเผาไหม้, เวลาที่ไฟดับ, ระยะที่เผาไหม้และน้ำหนักที่สูญเสีย



รูปที่ ข. เครื่องทดสอบการทนไฟ

จัดทำแบบสรุปโครงการวิจัยแยกต่างหากจากรายงานฉบับสมบูรณ์

สัญญาเลขที่RDG 4950025	ชื่อโครงการ การเตรียมสารช่วยทนไฟที่ว่องไว : อนุพันธ์ของมาลิอิมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส
หัวหน้าโครงการ ดร. แวอาแซ แวหามะ	สถาบัน มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี
โทรศัพท์ 073-313930-59 ต่อ 1845	โทรสาร 073-313930-59 ต่อ1845 E-mail: whasan@bunga.pn.psu.ac.th

ความสำคัญ ยางธรรมชาติถือว่าเป็นวัตถุดิบที่สำคัญมากในอุตสาหกรรมต่างๆ ดังนั้นการเพิ่มมูลค่าของยางธรรมชาติโดยการนำมาปรับปรุงสมบัติเพื่อนำไปใช้เป็นวัสดุที่หลากหลายมากขึ้น เช่น สายไฟประเภทยืดหยุ่นสูง, ท่อสุญญากาศ, แผ่นยางปูรองในงานเชื่อมโลหะของโรงงานอิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น การปรับปรุงสมบัติยางธรรมชาติให้ทนความร้อนและเปลวไฟเป็นทางเลือกทางหนึ่ง เพราะยางธรรมชาติมีสมบัติที่ด้อย คือ การไม่ทนความร้อนและเปลวไฟ การปรับปรุงสมบัติของยางธรรมชาติเพื่อให้ทนความร้อนและเปลวไฟโดยการเติมสารเติม(additives) ทำให้เกิดผลเสีย คือ เกิดกรดที่กัดกร่อนขณะเผาไหม้ หรือถ้าใช้ในปริมาณมากสมบัติของยางจะเปลี่ยนแปลง สารเติม(additives)เหล่านี้ เช่น สารที่ประกอบด้วยหมู่ฮาโลเจน อลูมินาไฮดรอกไซด์ สารประกอบฟอสฟอรัส เป็นต้น การเพิ่มประสิทธิภาพในการทนความร้อนและเปลวไฟโดยการนำอนุพันธ์ของมาลิอิมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสกราฟต์บนสายโซ่ยางธรรมชาติ ซึ่งจากประสบการณ์พบว่าการกราฟต์อนุพันธ์ของมาลิอิมด์บนโมเลกุลของยางธรรมชาติสามารถเกิดขึ้นได้ง่าย คาดว่าช่วยทำให้ยางธรรมชาติมีสมบัติการทนต่อความร้อนและเปลวไฟมากขึ้น ซึ่งไม่เกิดกรดกัดกร่อนขณะเผาไหม้จึงไม่ส่งผลต่อสิ่งแวดล้อม

วัตถุประสงค์

1. เพื่อเตรียมอนุพันธ์ของมาลิอิมไนด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส
2. เพื่อศึกษาการกราฟต์ของยางธรรมชาติกับอนุพันธ์ของมาลิอิมไนด์ที่ประกอบด้วย ฟอสฟอรัส
3. เพื่อเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพของยางธรรมชาติที่กราฟต์กับ อนุพันธ์ของมาลิอิมไนด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส
4. เพื่อเปรียบเทียบสมบัติการทนต่อความร้อนและเปลวไฟของยางธรรมชาติกับยางธรรมชาติที่กราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิอิมไนด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส

ผลที่ได้รับ	บรรลุมัตถุประสงค์ข้อที่	โดยทำให้
ได้สารประกอบ Phosphoric acid 4-(2,5-dione-pyrrol-1-yl)-phenyl ester diphenyl ester	1. เพื่อเตรียมอนุพันธ์ของมาลิอิมไนด์ที่ประกอบด้วย ฟอสฟอรัส	ทราบวิธีการเตรียมอนุพันธ์ของมาลิอิมไนด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส
สามารถสังเคราะห์ยางกราฟต์ที่ประกอบด้วย ฟอสฟอรัสตามที่ต้องการ	2. เพื่อศึกษาการกราฟต์ของยางธรรมชาติกับอนุพันธ์ของมาลิอิมไนด์ที่ประกอบด้วย ฟอสฟอรัส	ทราบเทคนิคการกราฟต์ระหว่างยางธรรมชาติกับอนุพันธ์ของมาลิอิมไนด์ที่ประกอบด้วย ฟอสฟอรัส
สมบัติทางกายภาพของยางกราฟต์และยางธรรมชาติ คือ การทดสอบความแข็ง, เวลาที่ยางแข็งตัวเมื่อให้ความร้อน และความต้านทานต่อของเหลวพบว่า สมบัติของยางกราฟต์ไม่แตกต่างจากยางธรรมชาติ และ สมบัติเชิงกล คือ การหาความต้านทานต่อแรง	3. เพื่อเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพของยางธรรมชาติกับยางที่กราฟต์ อนุพันธ์ของมาลิอิมไนด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส	มีข้อมูลเกี่ยวกับสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของยางกราฟต์ อนุพันธ์มาลิอิมไนด์ที่ประกอบด้วย ฟอสฟอรัส

ดิ่ง โดยที่ยางกราฟต์มีค่าโมดูลัส300% สูงกว่ายางธรรมชาติแต่ค่าความเค้นดิ่งน้อยกว่า		
ยางกราฟต์สามารถทนความร้อนไม่แตกต่างจากยางธรรมชาติแต่ช่วยชะลอการเผาไหม้	4. เพื่อเปรียบเทียบสมบัติการทนต่อความร้อนและ เปลวไฟของยางธรรมชาติกับยางธรรมชาติที่กราฟต์ กับอนุพันธ์ของมาลิอิมัดที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส	ทราบถึงประสิทธิภาพในการทนความร้อนและทนไฟ ของยางธรรมชาติที่กราฟต์กับอนุพันธ์ของมาลิอิมัด ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส

การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์ งานวิจัยนี้ได้ข้อมูลเบื้องต้นของสารช่วยทนไฟที่ว่องไวซึ่งเป็นอนุพันธ์ของมาลิอิมัดที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัสที่สามารถทำปฏิกิริยากับยางธรรมชาติได้ง่ายและเป็นแนวทางเพื่อพัฒนาต่อไป

สรุปข้อคิดเห็นของผู้ทรงคุณวุฒิต่อโครงการ

“การเตรียมสารช่วยทนไฟที่ว่องไว : อนุพันธ์ของมาลิอิมด์ที่ประกอบด้วยฟอสฟอรัส” RDG4950025

1. ให้ปรับปรุงรายงายวิธีการที่สามารถอ่านเข้าใจง่ายขึ้น เพราะส่วนใหญ่ สับสน เช่น - ข้อ1ของ4.1.1 ไม่นำใช้การเตรียมADSเพราะปกติเขาเตรียมกันจากน้ำยางสดไม่ใช่น้ำยางขึ้น 60%และไม่ใช้ methanolเป็นcoagulant - ข้อ3ของ4.1.1ใช้ในการทดลองส่วนใด - ข้อ4.1.2นั้นเอาNR3กรัมจากการเตรียมข้อ2ใช้หรือไม่ - ตารางที่4.1อธิบายการใช้NR3กรัม กราฟต์กับปริมาณ อนุพันธ์จำนวนกรัมต่างๆแต่คอลัมน์แรกระบุ Exp . no , 10 , 7 , 5 , phr (ซึ่งอ่านแล้วเข้าใจยาก) - ข้อ4.5.2.1คำอธิบายไม่มีข้อมูลที่สื่อถึงหัวข้อการลด น้ำหนักโมเลกุล และการอธิบาย..... “ทำอย่างไรให้บริสุทธิ์.....” ไม่เกี่ยวกับข้อ3ของ 4.1.1 2. ตรวจสอบหน้า25บรรทัดสุดท้าย 3. ในการรายงานผล ตามที่กล่าวถึงชนิดของยางนั้น น่าจะใช้คำให้เหมาะสม เนื่องจากยางทดลองที่ใช้ก็เป็น NR ทั้งหมด เพียงแต่เป็น NR ปกติ (ไม่ได้ทำการกราฟต์) กับNR ที่กราฟต์แบบต่างๆหนึ่งในการ รายงานว่า ยางกราฟต์ที่ 5 “phr”, 10 “phr” นั้นควรมีคำอธิบายชัดเจน ด้วย 4. เนื่องจากความสำคัญของผลวิจัยในเรื่องนี้ คือ สมบัติการทนไฟและ ทนความร้อนของยางที่ผสมสารที่เตรียมขึ้น จึงควรมีรายละเอียดและ ความชัดเจนส่วนนี้มากกว่าเรื่องพื้นฐานอื่นๆขอให้ตรวจสอบและ ปรับปรุงรายงานหน้า42.....การรายงานรอยไหม้ นั้น สังเกตหรือมีการ ทดสอบทางวิชาการอย่างไร ที่ระบุเป็น “เขม่าดำ” / เป็น “เถ้า” และเมื่อ ไม่สามารถดับเองได้ ทำอย่างไรจึงทราบว่าเป็นเถ้าหรือไม่เป็นเขม่าดำ ภายหลังการดับ 5. การปรับปรุงรายงานขอให้เป็นไปตามรูปแบบ-ความยาวที่ระบุใน สัญญาโครงการ	1. ได้ตรวจสอบและแก้ไขแล้ว 2. ได้ตรวจสอบและแก้ไขแล้ว 3. ได้ตรวจสอบและแก้ไขแล้ว 5. ได้ตรวจสอบและแก้ไขแล้ว 6. ได้ตรวจสอบและแก้ไขแล้ว
---	--

6.ควรใช้เอกสารอ้างอิงในเนื้อหาส่วนทฤษฎีให้ครบถ้วน เช่น หัวข้อ 3.1.4 นำมาจากเอกสารใด 7.ควรเพิ่มรายละเอียดวิธีการทดสอบการทนต่อความร้อนและเปลวไฟ ซึ่งอ้างว่ามีขั้นตอนทดสอบอยู่ในส่วนของทฤษฎี แต่จริงๆแล้วไม่มี 8.ควรจะซ้อนกราฟผลการทดสอบ TGA ของรูปที่ 5.19 และ 5.10 ให้อยู่ในรูปเดียวกันเพื่อสะดวกต่อการเปรียบเทียบ และหากดูจากผล TGA ดูเหมือนว่าการกราฟด์ (10phr) ไม่ได้ช่วยให้ยางธรรมชาติถูกเผาไหม้ช้าลง เนื่องจากอุณหภูมิที่ก่อให้เกิดการเผาไหม้ ไม่ได้สูงไปกว่าในกรณีที่เป็นยางธรรมชาติที่ไม่ได้ทำจากกราฟด์ 9.หน้า16หัวข้อ 4.5.2.1 การปรับสภาวะในกราฟด์ให้เหมาะสมมากขึ้น โดยเพิ่มอุณหภูมิในการทำอะไรเป็น 150°C 10.ตารางที่4.3มิติของชิ้นทดสอบดัมเบลนั้น เป็นไปตามมาตรฐาน ISO หรือไม่ 11.หน้า 22 แสดงสูตรคำนวณ MW ด้วย 12.หน้า 23 รูปที่ 5.1 การเขียนอธิบายได้รูปว่าการคำนวณหาน้ำหนักโมเลกุล รูปแสดงการคำนวณไม่ได้เขียนคำอธิบายใหม่ ส่วนรูปกราฟในแกน y ระบุหน่วยด้วย และควรมีคำอธิบาย nsp/c และ (Innr/C) มาก่อน 13.ควรแสดงความสัมพันธ์ของค่าที่นำมา plot graph ในรูปสมการคณิตก่อน 14.หน้า23ควรมินิยาม k' และ k''	7.ได้เพิ่มเติมในภาคผนวก ก. 8.ไม่สามารถซ้อนได้เนื่องจากข้อมูลได้เก็บไว้ในรูปของภาพ เหตุผลที่บอกว่ายังกราฟต์ถูกเผาไหม้ช้ากว่าได้จากวัดอัตราการเผาไหม้ 9.ได้ตรวจสอบและแก้ไขแล้ว 10. ได้ตรวจสอบและแก้ไขแล้ว 11.ได้ตรวจสอบและแก้ไขแล้ว 12.ได้ตรวจสอบและได้เพิ่มเติมในภาคผนวก ก. 13. ได้ตรวจสอบและแก้ไขแล้ว 14.ได้เพิ่มเติมในภาคผนวก ก.
---	---