

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

3.1 การย่อยสลายขวดเพตที่ใช้แล้ว

อุปกรณ์

1. ขวดแก้วก้นกลม 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร	1 ใบ
2. เครื่องกวน	1 เครื่อง
3. heating mantle	1 เครื่อง
4. เทอร์โมมิเตอร์	1 อัน
5. เครื่องควบแน่น (condenser) พร้อมข้อต่อ	1 ชุด
6. เครื่องบดหยาบ	1 เครื่อง
7. เครื่องชั่ง	1 เครื่อง
8. ท่อนำแก๊สไนโตรเจน	1 อัน

สารเคมี

1. โพรพิลีนไกลคอล
2. ขวดเพตที่ใช้แล้ว
3. ซิงก์อะซิเตต
4. แก๊สไนโตรเจน

วิธีการทดลอง

1. บดขวดเพตที่ใช้แล้วด้วยเครื่องบดหยาบ
2. ใส่ขวดเพตที่ผ่านการบดแล้ว, โพรพิลีนไกลคอล และ

ซิงก์อะซิเตตลงในขวดแก้วก้นกลม 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร ซึ่งวางอยู่ใน heating mantle และต่อเข้ากับเครื่องกวน เครื่องควบแน่น เทอร์โมมิเตอร์ และท่อนำแก๊สไนโตรเจน

3. ดำเนินปฏิกิริยาการย่อยสลายเพตภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน โดยการให้ความร้อนและกวนสารตลอดเวลาจนสารมีอุณหภูมิเพิ่มขึ้นจากอุณหภูมิห้องเป็นอุณหภูมิ 190°C ภายในเวลาครึ่งชั่วโมง จากนั้นปล่อยให้ปฏิกิริยาการย่อยสลายดำเนินต่อไปที่อุณหภูมิ 190°C เป็นเวลาอย่างน้อย 8 ชั่วโมง โดยกวนสารตลอดเวลาพร้อมทั้ง reflux

4. เมื่อครบระยะเวลาในการดำเนินปฏิกิริยาแล้วปล่อยให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้เย็นตัวลงมาที่อุณหภูมิห้องภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนโดยไม่ต้องกวนสารแล้วแบ่งสารส่วนหนึ่งไปตรวจสอบโดยใช้เทคนิค FT-IR Spectroscopy เพื่อดูผลการย่อยสลายเพต ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาเรียกว่า ไกลโคไลซ์โพรดักส์ (glycolysed product)

หมายเหตุ

1. ชนิดของขวดเพตที่ใช้คือขวดน้ำดื่ม
2. อัตราส่วน โดยน้ำหนักของขวดเพตที่บดแล้วต่อ โพรพิลีนไกลคอลที่ใช้มีค่าเท่ากับ 37.5:62.5 [3]
3. ปริมาณของซิงก์อะซิเตตที่ใช้เป็น 0.5 % ของน้ำหนักของขวดเพตที่ใช้ [3]

3.2 การสังเคราะห์พอลิเอสเทอร์พอลิออลจากไกลโคไลซ์โพรดักส์

อุปกรณ์

- | | |
|--|-----------|
| 1. ขวดแก้วก้นกลม 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร | 1 ใบ |
| 2. เครื่องกวน | 1 เครื่อง |
| 3. heating mantle | 1 เครื่อง |
| 4. เทอร์โมมิเตอร์ | 1 อัน |
| 5. เครื่องควบแน่นพร้อมข้อต่อ | 1 ชุด |
| 6. อุปกรณ์สำหรับดักน้ำพร้อมข้อต่อ | 1 ชุด |
| 7. ท่อนำแก๊สไนโตรเจน | 1 อัน |

8. เครื่องชั่ง

I เครื่อง

สารเคมี

1. ไกลโคไลซ์โปรดักส์
2. กรดอะดีฟิก
3. แก๊สไนโตรเจน

วิธีการทดลอง

1. เติมไกลโคไลซ์โปรดักส์และกรดอะดีฟิกลงในขวดแก้ว ก้นกลม 4 คอซึ่งต่ออยู่กับเครื่องกวน, อุปกรณ์สำหรับดักน้ำ, เทอร์โมมิเตอร์ และท่อนำ แก๊สไนโตรเจน
2. ให้ความร้อนกับส่วนผสมจนอุณหภูมิถึง 100 °C ภายในครึ่ง ชั่วโมง จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเป็น 170 °C ภายในเวลาครึ่งชั่วโมง และคงไว้ที่อุณหภูมินี้ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยกวนสารตลอดเวลาพร้อมทั้ง reflux และแยกน้ำที่ระเหยออกมา ซึ่งการดำเนินปฏิกิริยานี้ต้องทำภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน
3. เพิ่มอุณหภูมิเป็น 200 °C ภายในเวลาครึ่งชั่วโมง จากนั้นคงไว้ ที่อุณหภูมินี้ 5-6 ชั่วโมง
4. เมื่อครบระยะเวลาในการดำเนินปฏิกิริยาแล้ว ปล่อยให้ ผลิตภัณฑ์เย็นตัวลงมาที่อุณหภูมิห้องภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนโดยไม่ต้อง กวนสาร แล้วแบ่งสารส่วนหนึ่งไปตรวจสอบโดยใช้เทคนิค FT-IR Spectroscopy และหา ค่าไฮดรอกซิลนัมเบอร์ (hydroxyl number : OH-number) ตาม ASTM D4274-94 Method B ของเหลวที่ได้จากปฏิกิริยา คือ พอลิเอสเทอร์พอลิออล

หมายเหตุ อัตราส่วนโดยน้ำหนักของไกลโคไลซ์โปรดักส์ต่อกรดอะดีฟิกที่ใช้ มีค่าเท่ากับ 1.3:1 [6]

3.3 การสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนจากพอลิเอสเทอร์พอลิออลที่ได้จากไกลโคไลซ์โพรดักส์

อุปกรณ์

1. แม่แบบพลาสติก	1 อัน
2. แท่งแก้วคน	1 ใบ
3. ซ้อนตักสาร	1 อัน
4. ขวดน้ำกลั่น	1 ขวด
5. เครื่องชั่ง	1 เครื่อง

สารเคมี

1. พอลิเอสเทอร์พอลิออลที่สังเคราะห์จากไกลโคไลซ์โพรดักส์
2. พอลิเมอริกMDI
3. กรดฟีนิลฟอสฟอนิก
4. น้ำกลั่น
5. พอลิออลที่ใช้ในทางการค้า

วิธีทดลอง

1. ผสมพอลิเอสเทอร์พอลิออลที่สังเคราะห์จากไกลโคไลซ์โพรดักส์ พอลิออลทางการค้า พอลิเมอริกMDI กรดฟีนิลฟอสฟอนิก และ น้ำกลั่นเข้าด้วยกันในแม่แบบพลาสติกตามอัตราส่วนดังตารางที่ 2.1

2. กวนส่วนผสมทั้งหมดอย่างรวดเร็วให้เข้ากันเป็นเวลา 15 วินาที แล้วตั้งทิ้งไว้ให้เกิดปฏิกิริยาอย่างน้อย 2 ชั่วโมง จากนั้นสังเกตลักษณะที่ได้ของโฟมหาอัตราเร็วการของน้ำที่ไหลผ่านโฟมและแบ่งโฟมส่วนหนึ่งไปตรวจสอบด้วยเทคนิค FT-IR Spectroscopy เพื่อดูผลการสังเคราะห์ โฟมที่สังเคราะห์ได้คือ โฟมพอลิยูรีเทน

ตารางที่ 2.1 อัตราส่วนของส่วนผสมต่างๆในการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทน

	สูตรที่ 1	สูตรที่ 2	สูตรที่ 3	สูตรที่ 4	สูตรที่ 5	สูตรที่ 6	สูตรที่ 7	สูตรที่ 8
พอลิอล(1)	60	30	40	20	20	30	25	40
พอลิอล(2)	-	30	20	40	30	20	25	30
พอลิเมอริก MDI	40	40	40	40	50	50	50	30
น้ำ	2.99	2.99	2.99	2.99	2.99	2.99	2.99	2.99
กรดฟีนิก ฟอสฟอนิก	5	5	5	5	5	5	5	5

หมายเหตุ

1. อัตราส่วนของน้ำเป็นค่าสูงสุดที่เหมาะสมสำหรับการทำโฟมพอลิยูรีเทน[13]
2. อัตราส่วนของกรดฟอสฟอนิกเป็นค่าที่ทำให้โฟมพอลิยูรีเทนที่ได้ไม่อ่อนและแข็งจนเกินไป [13]
3. พอลิอล (1) หมายถึง พอลิอลที่สังเคราะห์มาจากไกล โคลไลซ์ โพรดักส์
4. พอลิอล (2) หมายถึง พอลิอลที่ใช้ในทางการค้า

3.4 การหาโฟมพอลิยูรีเทนที่เหมาะสมในการแยกไอออนของโลหะออกจากสารละลาย

อุปกรณ์

- | | |
|---|-----------|
| 1. ปีกเกอร์ 1000 ml. | 1 ใบ |
| 2. ปีกเกอร์ 150 ml. | 1 ใบ |
| 3. ขวดน้ำกลั่น | 1 ขวด |
| 4. เครื่องชั่ง | 1 เครื่อง |
| 5. เครื่องวัดค่าความเป็นกรดค่า (pH meter) | 1 เครื่อง |
| 6. บิวเรต 50 ml. | 1 อัน |

สารเคมี

1. โฟมพอลิยูรีเทนที่สังเคราะห์จากขวดペットที่ใช้แล้ว
2. เลดไนเตรต ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$)
3. น้ำกลั่น

วิธีทดลอง

1. เตรียมสารละลายของเลดไนเตรต 50 ml. โดยนำเลดไนเตรตมาละลายในน้ำ
2. นำสารละลายเทลงในบิวเรตแล้วจึงหยดลงบนคอลัมน์ที่บรรจุโฟมพอลิยูรีเทนสูตรต่างๆ ไว้แล้ว จากนั้นตั้งทิ้งไว้ 15 ชั่วโมง
3. เมื่อครบระยะเวลาตามที่กำหนดแล้ว นำสารละลายที่ผ่านคอลัมน์ที่มีโฟมพอลิยูรีเทนไปตรวจสอบด้วยเทคนิค Atomic Absorption Spectrophotometer เพื่อผลการแยกไอออนของโลหะหนัก

หมายเหตุ

1. ความเข้มข้นของสารละลายเลดไนเตรตต้องอยู่ในช่วง 10-25 ppm.

3.5 การแยกไอออนของโลหะออกจากสารละลายโดยใช้โพลีเมอร์ที่สังเคราะห์จาก ขวดพลาสติกใช้แล้ว

อุปกรณ์

1. บีกเกอร์ 1000 ml.	1 ใบ
2. บีกเกอร์ 150 ml.	1 ใบ
3. ขวดน้ำกลั่น	1 ขวด
4. เครื่องชั่ง	1 เครื่อง
5. เครื่องวัดค่าความเป็นกรดด่าง (pH meter)	1 เครื่อง
6. บิวเรต 50ml.	1 อัน

สารเคมี

- โพลีเมอร์ที่สังเคราะห์จากขวดพลาสติกใช้แล้ว
- เลดไนเตรต ($Pb(NO_3)_2$)
- คอปเปอร์คลอไรด์ ($CuCl_2$)
- น้ำกลั่น
- กรดอะซิติก
- กรดไฮโดรคลอริก
- กรดไนตริก
- กรดซัลฟูริก

วิธีทดลอง

- เตรียมสารละลายของเลดไนเตรต และ คอปเปอร์คลอไรด์ 50 ml.
- ปรับค่าความเป็นกรดด่างของสารละลายโดยใช้กรดอะซิติกให้สารละลายมีค่าความเป็นกรดด่างตั้งแต่ 1 – 5
- นำสารละลายเทลงในบิวเรตแล้วจึงหยดลงบนคอลัมน์ที่บรรจุโพลีเมอร์ที่สังเคราะห์ไว้แล้วจากนั้นตั้งทิ้งไว้ 15 ชั่วโมง

4. เมื่อครบระยะเวลาตามที่กำหนดแล้ว นำสารละลายที่ผ่านคอลัมน์ที่มีโพลีเอทิลีนไปตรวจสอบด้วยเทคนิค Atomic Absorption Spectrophotometer เพื่อดูผลการแยกไอออนของโลหะหนัก

5. เตรียมสารละลายของเลดไนเตรต , คอปเปอร์คลอไรด์ 50 ml. ให้ค่าความเป็นกรดต่างเป็นค่าที่สามารถทำการดูดซึมไอออนของโลหะได้มากที่สุดโดยพิจารณาจากผลของการตรวจสอบด้วยเทคนิค Atomic Absorption Spectrophotometer ในข้อที่ 4

6. นำสารละลายเทลงในบิวเรตแล้วจึงหยดลงบนคอลัมน์ที่บรรจุโพลีเอทิลีนไว้แล้วจากนั้นตั้งทิ้งไว้ 5 10 15 และ 20 ชั่วโมง

7. เมื่อครบระยะเวลาตามที่กำหนดแล้วนำสารละลายที่ผ่านคอลัมน์ที่มีโพลีเอทิลีนไปตรวจสอบด้วยเทคนิค Atomic Adsorption Spectrophotometer เพื่อดูผลการแยกไอออนของโลหะหนัก

8. เปลี่ยนกรดที่ใช้ปรับค่าความเป็นกรดต่างจากกรดอะซิติกเป็นกรดไฮโดรคลอริก กรดไนตริก และกรดซัลฟูริกตามลำดับ จากนั้นทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ขั้นตอนที่ 1 - 4 โดยใช้ระยะเวลาที่มีการดูดซึมไอออนของโลหะหนักมากที่สุดโดยพิจารณาจากผลการทดลองในข้อที่ 7

หมายเหตุ

1. กรดอะซิติกที่ใช้เป็นกรดอะซิติกเข้มข้น
2. กรดไนตริกที่ใช้มีความเข้มข้นเท่ากับ 1.0 M
3. กรดไฮโดรคลอริกที่ใช้มีความเข้มข้นเท่ากับ 1.0 M
4. กรดซัลฟูริกที่ใช้มีความเข้มข้นเท่ากับ 1.0 M
5. ความเข้มข้นของสารละลายเลดไนเตรตต้องอยู่ในช่วง 10-25 ppm.
6. ความเข้มข้นของสารละลายคอปเปอร์คลอไรด์ต้องอยู่ในช่วง 3-9 ppm.