

บทที่ 8

การทดลอง

8.1 การย่อยสลายขวดเพทที่ไขแล้ว

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. เครื่องบด (แสดงได้ดังรูปที่ 3.1)	1	เครื่อง
7. เครื่องชั่ง	1	เครื่อง

สารเคมี

1. โพรพิลีนไกลคอล
2. ขวดเพทบดละเอียด (แสดงได้ดังรูปที่ 3.2)
3. ซิงก์อะซีเตต
4. แก๊สไนโตรเจน

วิธีการทดลอง

1. เติมขวดเพทที่บดละเอียด, โพรพิลีนไกลคอล และซิงก์อะซีเตต ลงในขวดแก้วก้นกลม 4 คอ ซึ่งต่อกับเครื่องกวน, เครื่องควบแน่น, เทอร์โมมิเตอร์ และท่อนำแก๊สไนโตรเจน

2. ปล่อยให้ปฏิกิริยาการย่อยสลายดำเนินภายใต้บรรยากาศของ แก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 190°C (โดยเพิ่มจากอุณหภูมิห้องเป็น 190°C ภายในครึ่งชั่วโมง) และกวนสารตลอดเวลา เป็นเวลาอย่างน้อย 8 ชั่วโมง พร้อมทั้ง reflux (อุปกรณ์การย่อยสลาย แสดงได้ดังรูปที่ 3.3)

3. เมื่อครบระยะเวลาในการดำเนินการปฏิบัติปล่อยให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นตัวลงมา ที่อุณหภูมิห้องภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน โดยไม่ต้องกวน แล้วแบ่งสารส่วนหนึ่งไปตรวจสอบโดยใช้เทคนิค FT-IR Spectroscopy ของเหลว ที่ได้จากปฏิกิริยา คือ โกลโคไลซ์โพรดักต์ [5]

หมายเหตุ

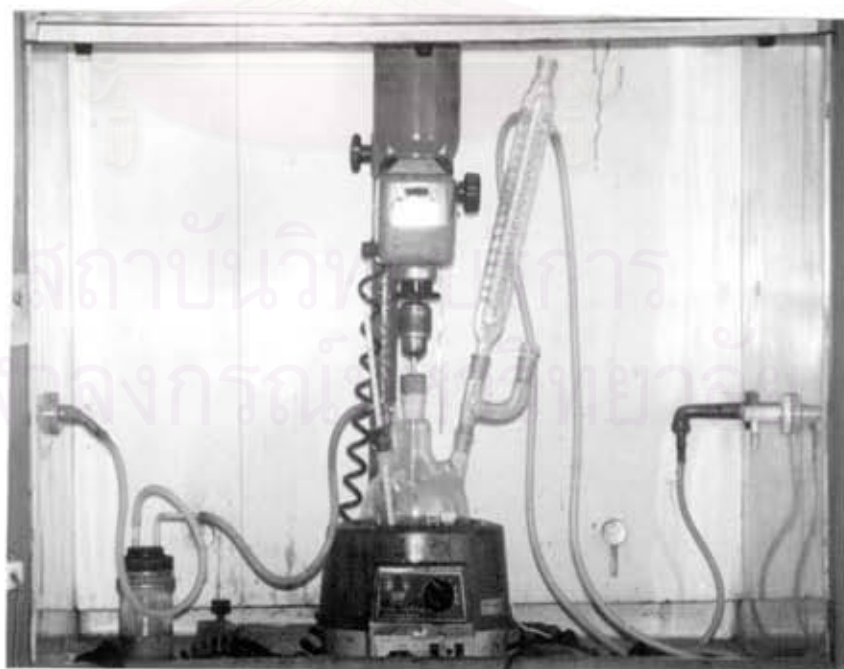
1. อัตราส่วนโดยน้ำหนักของขวดเพทที่บดละเอียดคือโพพรพิลีนไกลคอล ที่ใช้มีค่าเท่ากับ 37.5 : 62.5 [5]
2. ชนิดของขวดเพทที่ใช้ คือ ขวดน้ำดื่ม
3. ปริมาณของซิงก์อะซิเตตที่ใช้เป็น 0.5% ของน้ำหนักขวดเพท [6]



รูปที่ 3.1 เครื่องบด



รูปที่ 3.2 ขวดเพทบดละเอียด



รูปที่ 3.3 อุปกรณ์การย่อยสลายขวดเพท

3.2 การสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์พอลิออกาไกลโคไลซ์ไพเรดิกส์

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. เครื่องชั่ง	1 เครื่อง

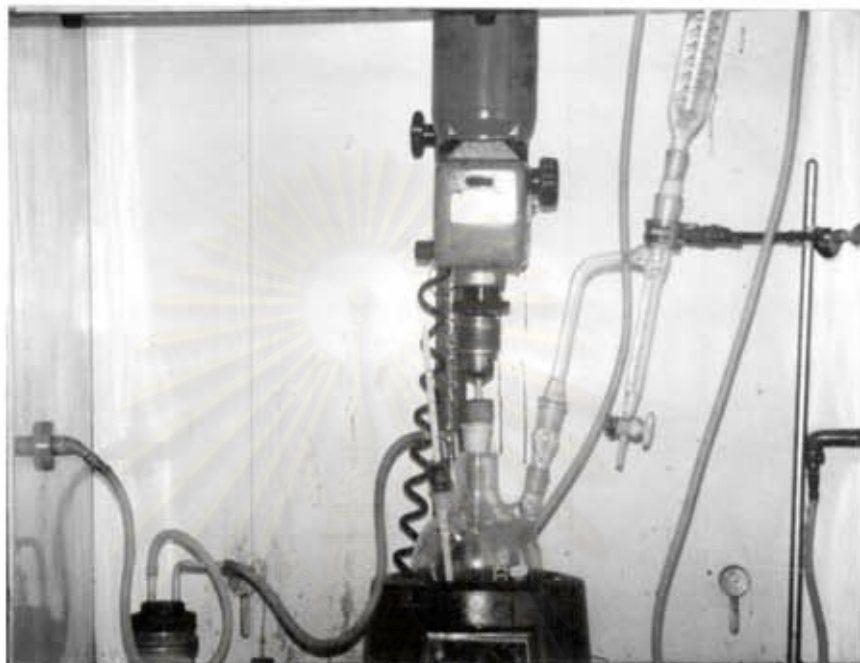
สารเคมี

1. ไกลโคไลซ์ไพเรดิกส์
2. กรดอะดิพิค
3. แก๊สไนโตรเจน

วิธีทดลอง

1. เติมไกลโคไลซ์ไพเรดิกส์และกรดอะดิพิค ลงในขวดแก้วก้นกลม 4 คอ ซึ่งค่ออยู่กับเครื่องควบแน่น, เทอร์โมมิเตอร์, เครื่องกวน และท่อนำแก๊สไนโตรเจน
2. ให้ความร้อนกับส่วนผสมจนถึง 100°C ภายในเวลาครึ่งชั่วโมง จากนั้นเพิ่มจนถึง 170°C ภายใน 1 ชั่วโมง
3. คงอุณหภูมิ 170°C ไว้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จึงเพิ่มเป็น 200°C ภายในครึ่งชั่วโมง
4. คงอุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 5 - 6 ชั่วโมง โดยกวนสารตลอดเวลา พร้อมทั้ง reflux (อุปกรณ์การสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์พอลิออก แสดงได้ดังรูปที่ 3.4)
5. เมื่อครบระยะเวลาในการดำเนินปฏิกิริยา ปล่อยให้ผลิตภัณฑ์ได้เย็นลงมาที่อุณหภูมิห้อง ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน โดยไม่ต้องกวนแล้วแบ่งสารส่วนหนึ่งไปตรวจสอบโดยใช้เทคนิค FT-IR Spectroscopy และหาค่าไฮดรอกซิลนัมเบอร์ (hydroxyl number ; OH - number) ตาม ASTM D4274-88 ของเหลวที่ได้จากปฏิกิริยา คือ พอลิเอสเตอร์พอลิออก

หมายเหตุ อัตราส่วนโดยน้ำหนักของไกลโคไลซ์โพรคัสต์ต่อกรดอะซิติกที่
ใช้มีค่าเท่ากับ 1.08 : 1 [10]



รูปที่ 3.4 อุปกรณ์การสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์พอลิโออล

8.8 การสังเคราะห์พีนอลิเกรซิน

อุปกรณ์

- | | |
|---|-----------|
| 1. บีกเกอร์ ขนาด 250 มิลลิลิตร | 1 ใบ |
| 2. แท่งแก้วคนสาร | 1 อัน |
| 3. water bath (แสดงไค้ตั้งรูปที่ 3.5) | 1 เครื่อง |
| 4. โกร่ง | 1 ใบ |
| 5. เครื่องชั่ง | 1 เครื่อง |
| 6. อะลูมิเนียมฟอยล์ | |

สารเคมี

1. ริซอร์ซินอล
2. เบนซัลดีไฮด์
3. 2-aminopyridine

วิธีทดลอง

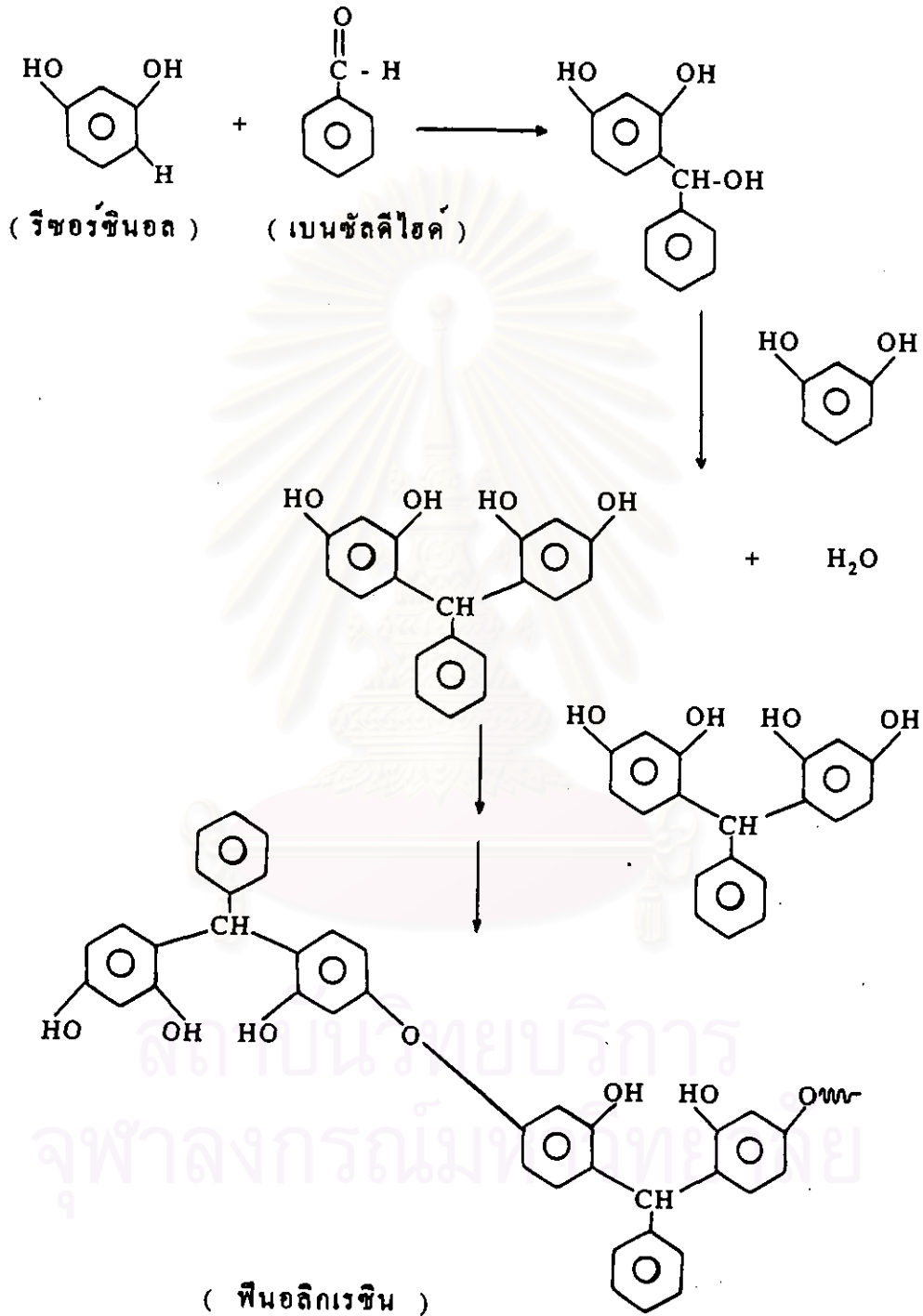
1. ละลายริซอร์ซินอลในเบนซัลดีไฮด์ ที่อุณหภูมิ 70 - 80 °C ใน water bath คนเป็นครั้งคราว จนกระทั่งริซอร์ซินอลละลายอย่างสมบูรณ์
2. เมื่อของผสมที่ได้เขียนลง เคมี 2 - aminopyridine (ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา) คนของผสมประมาณ 15 นาที ที่อุณหภูมิห้อง ของผสมจะเริ่มเปลี่ยนจากสีน้ำตาลอ่อนเป็นสีน้ำตาลเข้ม
3. เทของผสมที่ได้ลงบนอะลูมิเนียมฟอยล์ เพื่อให้เกิดเป็นฟิล์มบาง ๆ
4. เมื่อฟิล์มแห้ง แยกออกจากอะลูมิเนียมฟอยล์ บดด้วยโกร่งให้ละเอียด สารที่ได้ คือ ฟีนอลิกเรซิน

หมายเหตุ อัตราส่วนโดยน้ำหนักของริซอร์ซินอลต่อเบนซัลดีไฮด์ที่ใช้มีค่าเท่ากับ 1.04 : 1 [12]



รูปที่ 3.5 water bath

สำหรับปฏิกิริยาการสังเคราะห์ฟีนอลิกเรซิน เป็นดังนี้



8.4 การสังเคราะห์แล็กเกอร์ชนิดพอลิยูรีเทนวิซอร์ซินอล เบนซัลดีไฮด์ (Poly-(urethane) Resorcinol-Benzaldehyde Lacquer)

อุปกรณ์

- | | |
|--|-----------|
| 1. บีกเกอร์ ขนาด 250 มิลลิลิตร | 1 ใบ |
| 50 มิลลิลิตร | 3 ใบ |
| 2. แท่งแก้วคนสาร | 3 อัน |
| 3. water bath | 1 เครื่อง |
| 4. เครื่องชั่ง | 1 เครื่อง |
| 5. ชิ้นงานทดสอบ ซึ่งเป็นไม้ขนาด 2 x 6 นิ้ว | |
| 6. แปรงทาสี ขนาด 1 นิ้ว (แสดงได้ดังรูปที่ 3.6) | |
| 7. อะลูมิเนียมฟอยล์ | |

สารเคมี

1. พอลิเอสเทอร์พอลิออล ที่ได้จาก 3.2
2. ฟีนอลิกเรซิน ที่ได้จาก 3.3
3. TDI (% NCO = 48.0)
4. n - butyl acetate
5. แล็กเกอร์ในทางการค้า

วิธีทดลอง

1. ผสมฟีนอลิกเรซินที่บดแล้วกับ n-butyl acetate ด้วยอัตราส่วนโดยน้ำหนักที่เท่ากันลงในบีกเกอร์ ให้ความร้อนที่ 70 - 80 °C ใน water bath จนฟีนอลิกเรซินละลายอย่างสมบูรณ์ จะได้ phenolic resin solution จากนั้นนำไปทาบนแผ่นไม้ จะได้แล็กเกอร์ชนิดฟีนอลิก ซึ่งจะนำไปทดสอบสมบัติต่าง ๆ ต่อไป
2. เตรียมส่วนผสมที่ 1 โดยผสม phenolic resin solution ปริมาณ 5 ส่วน กับ n-butyl acetate ปริมาณ 4 - 7 ส่วน
3. เตรียม polyisocyanate โดยผสมพอลิเอสเทอร์พอลิออลกับ TDI ในอัตราส่วนต่าง ๆ กันตามค่า r (ในภาคผนวก ข) จากนั้นนำไปให้ความร้อนใน water bath ณ อุณหภูมิ 78 °C เป็นเวลา 20 นาที

4. เตรียมส่วนผสมที่ 2 โดยการนำ polyisocyanate ที่ได้จากข้อที่ 3 ปริมาณตั้งแต่ 3 - 5 ส่วน ผสมลงใน n-butyl acetate ปริมาณ 5 ส่วน
5. นำส่วนผสมที่ 1 และส่วนผสมที่ 2 มาผสมกันแล้วจึงนำไปทาบนแผ่นไม้ที่เตรียมไว้ ด้วยแปรงทาสี
6. ทดสอบสมบัติต่าง ๆ ของชิ้นงานที่ได้ ดังนี้
 - 6.1 pot life คือ อายุใช้งานหลังผสม ทดสอบโดยการจับเวลาเป็นนาที ตั้งแต่ผสมสารในข้อที่ 2 กับสารในข้อที่ 4 จนของผสมยังคงใช้งานได้
 - 6.2 ความแข็ง ทดสอบด้วยเครื่อง Mechanical Scratch Test Apparatus (แสดงได้ดังรูปที่ 3.7)
 - 6.3 ความเงา ทดสอบด้วยเครื่อง Glossmeter (แสดงได้ดังรูปที่ 3.8) ตาม ASTM D523-89
 - 6.4 ความทนทานต่อสารเคมี ได้แก่ น้ำ, 2 % HCl, toluene, n-butyl acetate, 2 % detergent solution, ชาและกาแฟ โดยวิธี spot test ตาม ASTM D1308-87
 - 6.5 ความทนทานต่อความร้อน โดยการใช้บุหรีจี้เป็นเวลา 1 นาที แล้วสังเกตความเสียหายของพื้นผิว
 - 6.6 ข้อบกพร่องของสภาพพื้นผิวชิ้นงาน
7. ทาแลกเกอร์ในทางการค้าบนแผ่นไม้ แล้วนำไปทดสอบ เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบ

หมายเหตุ

1. แลกเกอร์ที่สังเคราะห์จากการทดลอง ใช้อัตราส่วนของ phenolic resin solution / n-butyl acetate : polyisocyanate / n-butyl acetate ต่าง ๆ กัน โดยใช้ phenolic resin solution / n-butyl acetate เท่ากับ 5/4-7 (w/w) และ polyisocyanate / n-butyl acetate เท่ากับ 3-5/5 (w/w) สำหรับเหตุผลที่เลือกใช้อัตราส่วนดังกล่าว เนื่องจากได้มีการทดลองใช้อัตราส่วนที่มากหรือน้อยกว่านี้ พบว่าสมบัติของแลกเกอร์ที่ได้มีแนวโน้มไม่ดี
2. การแห้งตัวของแลกเกอร์เกิดจากปฏิกิริยาทางเคมีระหว่างพอลิเอสเทอร์พอลิออลกับ TDI ซึ่งจะได้พอลิไอโซไซยานาต (ที่มีหมู่ -NCO เหลืออยู่) โดยมีฟีนอลิกเรซินทำหน้าที่เป็น curing agent

สำหรับปฏิกิริยาระหว่างพอลิไอโซไซยานตและฟีนอลิกเรซิน เกิดจากการทำปฏิกิริยา ระหว่างหมู่ไอโซไซยานต ; -NCO ของพอลิไอโซไซยานต และหมู่ไฮดรอกซิล ; -OH ของฟีนอลิกเรซิน เพื่อให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบร่างแห ซึ่งมีความแข็งแรงมากขึ้น

เนื่องจากการแห้งตัว เกิดขึ้น ณ อุณหภูมิห้อง ดังนั้นจึงเรียกแลกเกอร์ที่มีการแห้งตัวดังกล่าวว่า แลกเกอร์บ่มเย็น (cold-curing lacquers)



สถาบันวิจัยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.6 แปรงทาสีขนาด 1 นิ้ว



รูปที่ 3.7 Mechanical Scratch Test Apparatus



รูปที่ 3.8 Glossmeter