

รายงานการวิจัย

การลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ
ด้วยเทคนิคคลื่นไมโครเวฟเหนี่ยวนำความร้อน
Molecular Weight Reduction of Natural Rubber
by Microwave-Induced Thermolysis Technique



เลขหมู่.....**121210**
เลขทะเบียน.....**26 ส.อ. 2555**
วัน, เดือน, ปี.....

b. **1๒๑๐๑๖๒๘**
i.

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้ ประจำปีงบประมาณ 2554

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณเงินรายได้คณะวิศวกรรมศาสตร์ที่ได้สนับสนุนเงินทุนในการทำวิจัย

ขอขอบคุณ ดร. โชคชัย แสงดาว อาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมโทรคมนาคม มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร ที่ให้คำปรึกษาและความช่วยเหลือในการดัดแปลงเครื่องกำเนิดคลื่นไมโครเวฟให้มีกำลังวัตต์สูงขึ้น

ขอขอบคุณบริษัท ไออาร์พีซี ที่ให้ความกรุณาอนุเคราะห์สอะเซทิลีนแบล็คสำหรับการใช้ในการทำวิจัย

หากเกิดความผิดพลาดประการใดในงานวิจัยนี้ข้าพเจ้าขออภัยไว้ ณ ที่นี้ และข้าพเจ้ายินดีที่จะนำข้อมูลอันจะเกิดประโยชน์กับผู้สนใจ สามารถนำไปประกอบการศึกษาค้นคว้า เพื่อเป็นประโยชน์ในวันข้างหน้าข้าพเจ้าจะยินดียิ่ง คุณประโยชน์อันใดที่พึงมาจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ข้าพเจ้าขอมอบแด่ผู้มีพระคุณทุกท่าน

สุรัตน์ อารีรัตน์



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) การลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติด้วย

เทคนิคคลื่นไมโครเวฟเหนี่ยวนำความร้อน

ชื่อโครงการ(ภาษาอังกฤษ)

Molecular Weight Reduction of Natural Rubber
by Microwave Induced Thermolysis

แหล่งเงิน.....งบประมาณเงินรายได้.....

ประจำปีงบประมาณ.....2554.....จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน.....64,900.....บาท

ระยะเวลาทำการวิจัย.....1.....ปี ตั้งแต่.....01 ต.ค.2553.....ถึง.....30 ก.ย.2554.....

ชื่อ-สกุล หัวหน้าโครงการ และผู้ร่วมโครงการวิจัย พร้อมระบุ หน่วยงานต้นสังกัดและ อีเมลล์

ชื่อ-สกุล (ภาษาไทย) นายสุรัตน์ อารีรัตน์

ชื่อ-สกุล (ภาษาอังกฤษ) Mr. Surat Areerat

ตำแหน่งทางวิชาการ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สัดส่วนการวิจัย 100%

สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี คณะ วิศวกรรมศาสตร์

โทรศัพท์ 02-329-8360-3 ต่อ 144 โทรสาร 02-3298360-3 กด 4

E-mail kasurat@kmitl.ac.th

คำสำคัญ (Keywords) การลดน้ำหนักโมเลกุล การสลายตัวเชิงความร้อน ยางธรรมชาติ คลื่นไมโครเวฟ อะเซทิลีนแบล็ค

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติด้วยกระบวนการสลายตัวเชิงความร้อน (Thermolysis) จากการเหนี่ยวนำโมเลกุลอะเซทิลีนแบล็ค (Acetylene Black) ด้วยคลื่นไมโครเวฟเพื่อให้เกิดการสั่นภายในเนื้อยางธรรมชาติ ทั้งนี้ได้ศึกษาปัจจัยที่มีความสำคัญคือ กำลังวัตต์ของเครื่องไมโครเวฟในช่วง 360–1600 W เวลาที่ใช้ในการสลายตัวทางความร้อน 5–20 นาที โดยควบคุมปริมาณอะเซทิลีนแบล็คและน้ำหนักของยางธรรมชาติคงที่ 0.1 phr และ 0.1 กรัม ตามลำดับ ทำการศึกษาความสามารถในการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติโดยใช้เทคนิคเจลเพอร์มีเอชันโครมาโทกราฟี (GPC) ทดสอบหาค่าเฉลี่ยของน้ำหนักโมเลกุลและค่าการกระจายแบบผสม (PDI) ของยางธรรมชาติ และใช้เทคนิคฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (FT-IR) เพื่อตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันภายในโครงสร้าง พบว่าเมื่อให้ระยะเวลาในการเหนี่ยวนำที่ 5 นาทีนั้น ผลของการเพิ่มกำลังไมโครเวฟนั้นไม่ส่งผลต่อการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ แต่อย่างไรก็ตาม เมื่อเพิ่มระยะเวลาในการเหนี่ยวนำขึ้น พบว่าผลของการเพิ่มกำลังวัตต์ของเครื่องไมโครเวฟส่งผลให้

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

น้ำหนักโมเลกุลและค่าการกระจายตัวแบบผสมของยางธรรมชาติมีแนวโน้มลดลงอย่างรวดเร็ว โดยที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 1600 W และระยะเวลาในการเหนี่ยวนำ 20 นาที ส่งผลให้น้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติลดลงเหลือ 2.37×10^5 g/mol และค่าการกระจายตัวแบบผสมเท่ากับ 1.18 (-) ซึ่งสามารถลดได้จากยางธรรมชาติที่มีน้ำหนักโมเลกุลเริ่มต้นเท่ากับ 1.23×10^6 g/mol และค่าการกระจายตัวแบบผสมเท่ากับ 4.16 (-) เมื่อวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นหลังจากการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติด้วย FT-IR นั้นพบว่า ไม่มีความแตกต่างกันระหว่างยางธรรมชาติก่อนการลดน้ำหนักโมเลกุลแต่มีสายโซ่ที่สั้นกว่า นอกจากนี้สามารถวิเคราะห์จลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาเพื่ออธิบายการแตกสลายของพันธะพบว่าเป็นปฏิกิริยาอันดับสองซึ่งค่าคงที่อัตราจะเพิ่มขึ้นตามกำลังของเครื่องไมโครเวฟที่เพิ่มขึ้น โดยค่าคงที่อัตราที่มีค่ามากที่สุดคือ $9.96 \times 10^{-6} \text{ min}^{-1}$ ที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟเท่ากับ 1600 W

Abstract

This research studied the effects of microwave power (360–1600 W) and reaction time (5–20 minutes) on molecular weight reduction of natural rubber in microwave-induced pyrolysis of NR-Acetylene black mixture. The molecular weight and polydispersity index (PDI) of natural rubber were detected by using Gel Permeation Chromatography (GPC). Functional groups of natural rubber were analyzed by Fourier Transform Infrared (FT-IR) technique. At induction time of 5 minutes, decreasing average molecular weight of natural rubber with increasing microwave power was insignificant; however, while the induction time greater than 5 minutes, the molecular weights of natural rubber decreased rapidly with increasing microwave power. At induction time of 20 minutes and microwave power of 1600 W, the molecular weight of 2.37×10^5 g/mol and polydispersity of 1.18 (-) were obtained, whereas molecular weight and polydispersity of virgin NR were 1.23×10^6 g/mol and 4.16 (-). The FT-IR analysis indicated that the functional groups of microwave-induced NR in pyrolysis process were similar to those of virgin NR, while molecular weight of induced NR was less than that of virgin NR. In addition, the kinetics of molecular weight reduction of natural rubber was a second order reaction that the rate constant increased with microwave power. At microwave power of 1600 W, the rate constant was $9.96 \times 10^{-6} \text{ min}^{-1}$.

สารบัญเรื่อง

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ.....	2
บทคัดย่อภาษาไทย.....	3
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	4
สารบัญ.....	5
สารบัญตาราง.....	6
สารบัญรูปภาพ.....	7
1 บทนำ.....	9
2 การทดลอง.....	10
2.1 การเตรียมวัสดุดิบ.....	10
2.2 กระบวนการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ.....	10
2.3 เครื่องมือวิเคราะห์.....	11
3 ผลการทดลอง.....	12
3.1 ผลการวิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของยางธรรมชาติ.....	12
3.2 ผลของการเติมอนุภาคอะเซทิลีนแบล็คต่ออุณหภูมิยางธรรมชาติ.....	13
3.3 ผลของกำลังวัตต์ต่อน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ.....	14
3.4 ผลของเวลาในการเหนี่ยวนำต่อการลดน้ำหนักโมเลกุลยางธรรมชาติ.....	15
3.5 การศึกษาจลนพลศาสตร์ของการแตกสลายของโมเลกุลยางธรรมชาติ.....	16
3.6 การศึกษาผลของการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยการเหนี่ยวนำด้วยไมโครเวฟที่มีต่อหมู่ฟังก์ชันของยางธรรมชาติโดยใช้เครื่อง FTIR.....	17
4 สรุปผลการทดลอง.....	19
5 เอกสารอ้างอิง.....	20
ภาคผนวก.....	21
ภาคผนวก ก. การทดสอบหาค่ามวลโมเลกุลของยางธรรมชาติโดยใช้ GPC.....	21
ภาคผนวก ข. การวิเคราะห์จลนพลศาสตร์การลดมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติ.....	26

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 1	ค่าคงที่อัตราที่กำลังวัดต้ต่าง ๆ 17
ตารางที่ ก-1	ข้อมูลที่ได้จากเครื่อง GPC และค่าที่คำนวณจากโครมาโทแกรม 25
ตารางที่ ข-1	ค่าองศาการแตกสลายของพอลิเมอร์ (DP_w) ที่เวลาและกำลังต้ต่าง ๆ ของเครื่อง ไมโครเวฟ 26



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ

		หน้า
รูปที่ 1	เครื่องไมโครเวฟที่ดัดแปลงเพื่อเพิ่มกำลังวัตต์สูงสุดเป็น1600 วัตต์.....	10
รูปที่ 2	ลักษณะภายในของเครื่องไมโครเวฟที่ดัดแปลง.....	11
รูปที่ 3	TGA Thermogram ของสารละลายยางธรรมชาติที่ผสมกับอะเซทิลีนแบล็ค	12
รูปที่ 4	อุณหภูมิของยางธรรมชาติเปรียบเทียบกับระหว่างการเติมและไม่เติมอนุภาคอะเซทิลีนแบล็ค	13
รูปที่ 5	อุณหภูมิของยางธรรมชาติที่เติมอนุภาคอะเซทิลีนแบล็ค	14
รูปที่ 6	GPC โครมาโทแกรมแสดงผลของกำลังวัตต์ของเตาไมโครเวฟต่อการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลยางธรรมชาติที่ระยะเวลาในการเหนี่ยวนำ 15 นาที	14
รูปที่ 7	ผลของกำลังวัตต์ของเตาไมโครเวฟต่อค่าการกระจายตัวแบบผสมของยางธรรมชาติ.....	15
รูปที่ 8	ผลของระยะเวลาในการเหนี่ยวนำต่อการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ	16
รูปที่ 9	แบบจำลองอธิบายความสามารถในการลดน้ำหนักโมเลกุลที่กำลังวัตต์ต่าง	17
รูปที่ 10	FTIR สเปกตรัมของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการลดน้ำหนักโมเลกุลด้วยไมโครเวฟ.....	18
รูปที่ ก.1	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติกับ Elution Time	21
รูปที่ ก.2	โครมาโทแกรมแสดงการกระจายมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติไม่ผสมอะเซทิลีนแบล็ค	22
รูปที่ ก.3	โครมาโทแกรมแสดงการกระจายมวลโมเลกุลของยางผสมอะเซทิลีนแบล็ค	22
รูปที่ ก.4	โครมาโทแกรมแสดงการกระจายมวลโมเลกุลของยางผสมอะเซทิลีนแบล็คผสมอะเซทิลีนแบล็ค 0.1 phrที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 720 วัตต์.....	23
รูปที่ ก.5	โครมาโทแกรมแสดงการกระจายมวลโมเลกุลของยางผสมอะเซทิลีนแบล็คผสมอะเซทิลีนแบล็ค 0.1 phrที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 1440 วัตต์.....	23
รูปที่ ก.6	โครมาโทแกรมแสดงการกระจายมวลโมเลกุลของยางผสมอะเซทิลีนแบล็คผสมอะเซทิลีนแบล็ค 0.1 phrที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 1440 วัตต์.....	24
รูปที่ ข.1	จลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการลดมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติลำดับสองที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 360 วัตต์	27
รูปที่ ข.2	จลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการลดมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติลำดับสองที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 720 วัตต์	27
รูปที่ ข.3	จลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการลดมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติลำดับสองที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 1,440 วัตต์	28
รูปที่ ข.4	จลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการลดมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติลำดับสองที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 1,600 วัตต์	28

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สัญลักษณ์

ตัวอักษร

DP_n	คือ	องศาการสลายพอลิเมอร์
$DP_n(t_0)$	คือ	องศาการสลายพอลิเมอร์ที่เวลาเริ่มต้น
$DP_n(t)$	คือ	องศาการสลายพอลิเมอร์ที่เวลาใดๆ
\bar{M}_n	คือ	น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยเชิงจำนวนของพอลิเมอร์ (number-average molecular weight)
\bar{M}_w	คือ	น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยเชิงน้ำหนักของพอลิเมอร์ (weight-average molecular weight)
$M_{monomer}$	คือ	น้ำหนักโมเลกุลของหน่วยซ้ำของพอลิเมอร์
k	คือ	ค่าคงที่อัตรา
t	คือ	เวลาในการทำปฏิกิริยา
PDI	คือ	การกระจายตัวแบบผสม (Polydispersity index)
W	คือ	กำลังวัตต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. บทนำ

ประเทศต่างๆ ทั่วโลกเริ่มประสบกับภาวะวิกฤติด้านพลังงานเนื่องจากแหล่งพลังงานสำรองต่างๆ เริ่มมีปริมาณลดลง ทั้งนี้ผลกระทบมิได้มีแต่ด้านพลังงานเท่านั้นแต่ยังรวมไปถึงสารตั้งต้นสำหรับอุตสาหกรรมปิโตรเคมีอีกด้วย ซึ่งปัจจุบันอุตสาหกรรมปิโตรเคมีต้องพึ่งแหล่งวัตถุดิบจากน้ำมันปิโตรเลียมด้วยเหตุนี้จึงเป็นที่มาในการพัฒนาและสร้างสรรค์นวัตกรรมเพื่อผลิตสารตั้งต้น โดยเฉพาะสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่ได้จากธรรมชาติและมีอยู่ภายในประเทศ ซึ่งโดยส่วนใหญ่ได้มาจากพืชผลทางการเกษตร เช่น น้ำมันปาล์ม น้ำมันเมล็ดสบู่ดำ และจากน้ำยางธรรมชาติ เป็นต้น

มากกว่านั้นประเทศไทยยังเป็นประเทศผู้ผลิตยางธรรมชาติรายสำคัญของโลกที่มีกำลังการผลิตมากกว่า 3 ล้านตันต่อปี ซึ่งเกือบทั้งหมดเป็นการส่งออกในรูปแบบดิบและมีราคาไม่สูงมากเมื่อเทียบกับยางธรรมชาติที่ผ่านการแปรรูป อย่างไรก็ตามการนำยางธรรมชาติมาใช้เป็นสารตั้งต้นของอุตสาหกรรมปิโตรเคมีนั้นจะต้องมีการเปลี่ยนแปลงสมบัติของยางก่อน เนื่องจากโดยทั่วไปแล้วยางธรรมชาติเป็นพอลิเมอร์มีสายโซ่โมเลกุลยาวและมีน้ำหนักโมเลกุลที่สูง ซึ่งไม่เหมาะแก่การนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นสำหรับอุตสาหกรรมปิโตรเคมีได้โดยตรง ดังนั้นจึงต้องผ่านกระบวนการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ ซึ่งโดยทั่วไปประกอบด้วยกระบวนการเชิงกล (Mechanical) ร่วมกับกระบวนการเชิงความร้อน (Thermal) การใช้สารเคมีย่อยยาง (Chemical peptizers) และกระบวนการทางโฟโตเคมี (Photochemical) เช่น UV-Ozonolysis เป็นต้น

จากที่กล่าวมาข้างต้นในงานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางโดยใช้กระบวนการสลายตัวเชิงความร้อน (Thermolysis) โดยความร้อนที่เกิดขึ้นจากการดูดกลืนของอะเซทิลีนแบล็ค (Acetylene Black) [1] ที่ผสมกับยางธรรมชาติที่ถูกเหนี่ยวนำด้วยคลื่นไมโครเวฟ [2,3,4] พบว่าเมื่ออะเซทิลีนแบล็คดูดกลืนคลื่นไมโครเวฟนั้นสามารถทำให้มีอุณหภูมิสูงขึ้นถึง 1000 °C ภายในระยะเวลา 2-3 นาทีโดยอะเซทิลีนแบล็คทำหน้าที่ถ่ายเทความร้อนให้กับยางธรรมชาติด้วยวิธีนำความร้อน ซึ่งเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพสูง และความร้อนที่เกิดขึ้นจากคลื่นไมโครเวฟยังมีข้อดีกว่าวิธีทั่วไป เนื่องจากสามารถกระจายความร้อนและควบคุมความร้อนได้ดีกว่า อีกทั้งการผสมอะเซทิลีนแบล็คในยางธรรมชาตินั้นไม่ถือว่าเป็นสิ่งเจือปนเนื่องจากอะเซทิลีนแบล็คเป็นอนุภาครูปแบบหนึ่งของผงเขม่าดำซึ่งเป็นสารตัวเติม (Filler) [5] ช่วยเสริมแรงในยางคอมปาวด์อีกด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

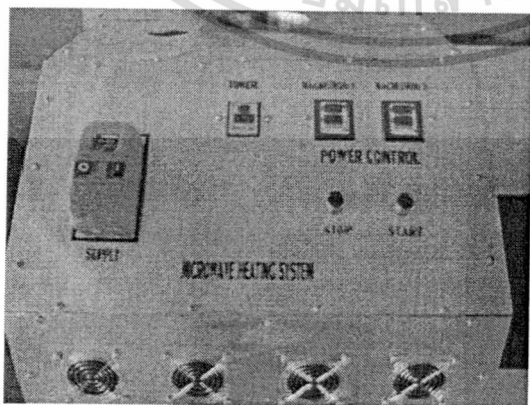
2. การทดลอง

2.1 การเตรียมวัสดุดิบ

นำยางธรรมชาติ STR-5L ชั่งน้ำหนัก 4 กรัมด้วยเครื่องชั่งความละเอียดสูง (Microbalance) รุ่น Mettler Toledo/Swizz (Readability $\pm 10 \mu\text{g}$) ละลายในคลอโรฟอร์ม (AR GRADE ความบริสุทธิ์ 99% จาก RCI Labscan) 200 ml เติมอนุภาคอะเซทิลีนแบล็ค (จากบริษัท IRPC) ลงในสารละลายยางแล้ว ปรับความเข้มข้นเป็น 0.1 phr จากนั้นนำสารละลายยางธรรมชาติที่ได้หยดลงบนแผ่นสไลด์เพื่อให้เป็นแผ่นฟิล์มบาง เคลือบบนสไลด์

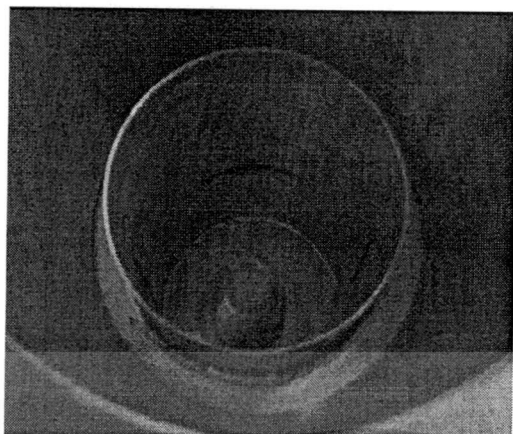
2.2 กระบวนการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ

การทดลองนี้จะเป็นการศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ ซึ่งปัจจัยที่นำมาพิจารณาได้แก่ กำลังวัตต์ของเครื่องไมโครเวฟ เวลาที่ใช้ในการสลายตัวทางความร้อน ในการทดลองนั้นจะใช้สารละลายยางธรรมชาติที่เตรียมเป็นแผ่นฟิล์มบางๆ เคลือบบนสไลด์เป็นตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองและในงานวิจัยนี้ได้ตัดแปลงเครื่องไมโครเวฟให้มีแมกนีตรอนสองตัวเพื่อเพิ่มกำลังวัตต์สูงสุดเป็น 1600 W แสดงได้ดังรูปที่ 1 โดยในการทดลองจะนำแผ่นฟิล์มบางของสารละลายยางธรรมชาติกับอะเซทิลีนแบล็คที่เตรียมบนแผ่นสไลด์เข้าไปภายในเครื่องไมโครเวฟแสดงได้ดังรูปที่ 2 จากนั้นผ่านแก๊สไนโตรเจน 99.99% เพื่อป้องกันการเกิดออกซิเดชัน จากนั้นปรับกำลังของเครื่องไมโครเวฟเป็น 360 W โดยใช้ระยะเวลาในการทดลองคงที่ 5 นาที จากนั้นนำยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการลดน้ำหนักโมเลกุลมาวิเคราะห์ด้วย GPC เพื่อตรวจวัดน้ำหนักโมเลกุลและวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วย FTIR จากนั้นทดลองเช่นเดิมแต่เปลี่ยนกำลังของเครื่องไมโครเวฟเป็น 720 1440 และ 1600 W



รูปที่ 1 เครื่องไมโครเวฟที่ตัดแปลงเพื่อเพิ่มกำลังวัตต์สูงสุดเป็น 1600 W

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2 ลักษณะภายในของเครื่องไมโครเวฟที่ดัดแปลงเพื่อเพิ่มกำลังวัตต์สูงสุดเป็น 1600 W

2.3. เครื่องมือวิเคราะห์

2.3.1 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อน (Thermo gravimetric Analysis: TGA)

การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนของยางธรรมชาติ ดำเนินการโดยใช้เทคนิค TGA ด้วยการทำให้ยางธรรมชาติเกิดการสลายตัวด้วยความร้อนภายใต้บรรยากาศแก๊สเฉื่อยใน ไตรเจนที่อัตราการไหล 20 ml/min อุณหภูมิที่ใช้ในการสลายตัว 50–500 °C ที่อัตราการให้ความร้อน 10 °C/min

2.3.2 เจลเพอเมอชันโครมาโทกราฟี (GPC)

ค่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (M_w) และการกระจายของน้ำหนักโมเลกุล (PDI) ของยางธรรมชาติ ตรวจวัดด้วยเทคนิค GPC เครื่องมือประกอบด้วยปั๊มความดันสูง (Spectra System P2000/USA) ต่อเข้ากับการ์ดคอลัมน์ขนาด 5 μm เชื่อมต่อกับสองคอลัมน์ Shodex/Japan GPC KF-80M ($2 \times 8 \times 300 \text{ mm}^3$) และเครื่อง UV model 201 Lab Alliance/USA ความยาวคลื่น 254 nm ที่อุณหภูมิ 40 °C ใช้คลอโรฟอร์มเป็นตัวพา (Carrier) และพอลิสไตรีนสอบเทียบมาตรฐาน (3×10^4 – $2.12 \times 10^5 \text{ g/mol}$) ควบคุมอุณหภูมิด้วยชุดควบคุมอุณหภูมิรุ่น Furtune T-120D

2.3.3 ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR)

ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของตัวอย่างด้วยเทคนิค FT-IR รุ่น Nicolet/USA Thermo Electron Avatar 360 ซึ่งเตรียมเป็นแผ่นฟิล์มบางด้วยเทคนิค Smart Multi-Bounce HATR ที่ติดตั้ง Optical Crystals บันทึกการดูดกลืนสัญญาณในช่วงเลขคลื่น 400–4,000 cm^{-1}

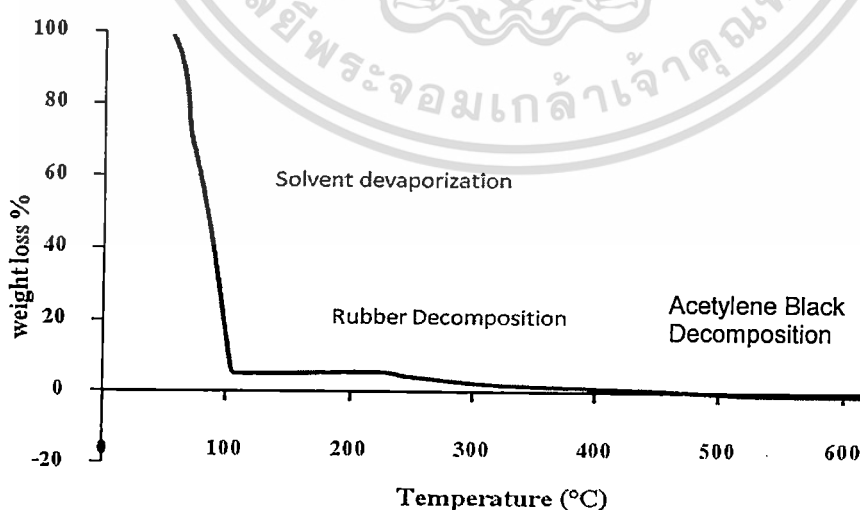
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติด้วยวิธีทางกายภาพ และวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติด้วยเครื่องมือเจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (GPC) รวมถึงวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นจากการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติด้วยเครื่องมือ FT-IR ซึ่งค่าน้ำหนักโมเลกุลที่เกิดขึ้นหลังจากการลดน้ำหนักโมเลกุลจะเป็นข้อมูลสำคัญที่ยืนยันสมมติฐานว่าสามารถลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติได้จริง ในงานวิจัยนี้จะใช้ความถี่ของคลื่น ไมโครเวฟกระตุ้นโมเลกุลของอะเซทิลีนแบล็ค ทำให้โมเลกุลของยางธรรมชาติเกิดการสั่น ส่งผลให้เกิดการสลายโมเลกุลของยางธรรมชาติ ซึ่งปัจจัยที่ทำการศึกษาคือ กำลังวัตต์ของเครื่องไมโครเวฟ เวลาที่ใช้ในการสลายตัวทางความร้อน ซึ่งให้ผลการทดลองดังนี้

3.1 ผลการวิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของยางธรรมชาติ

เนื่องจากการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางวิธีนี้จะใช้ความร้อนจากการสั่นของโมเลกุลเพื่อสลายพันธะของยางธรรมชาติดังนั้นในขั้นตอนแรกของการทดลองนั้นจำเป็นต้องทราบค่าอุณหภูมิในการสลายตัวของยางธรรมชาติซึ่งสามารถวิเคราะห์อุณหภูมิในการสลายตัวของยางธรรมชาติด้วยเครื่อง TGA ของยางธรรมชาติที่ผสมอะเซทิลีนแบล็ค 0.1 phr แสดงดังรูปที่ 3 พบว่ายางธรรมชาติเริ่มสลายตัวที่อุณหภูมิ 210 - 260 °C ซึ่งคาดว่ากระบวนการสลายตัวเชิงความร้อนสามารถทำให้ยางธรรมชาติเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้าง และเกิดปฏิกิริยาต่อเนื่องแบบ Depolymerization ทำให้น้ำหนักโมเลกุลของยางลดลงเป็นอย่างมาก

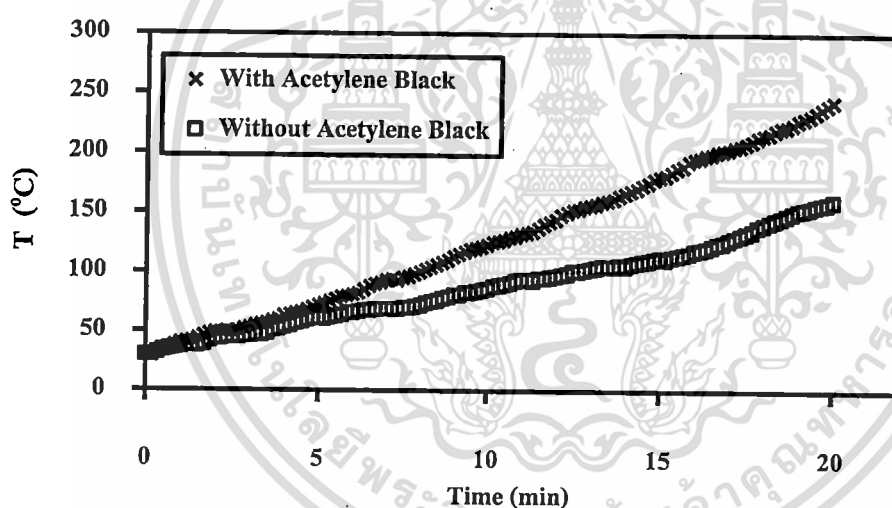


รูปที่ 3 TGA Thermogram ของสารละลายยางธรรมชาติที่ผสมกับอะเซทิลีนแบล็ค

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 ผลของการเติมอนุภาคอะเซทิลีนแบล็คต่ออุณหภูมิของยางธรรมชาติ

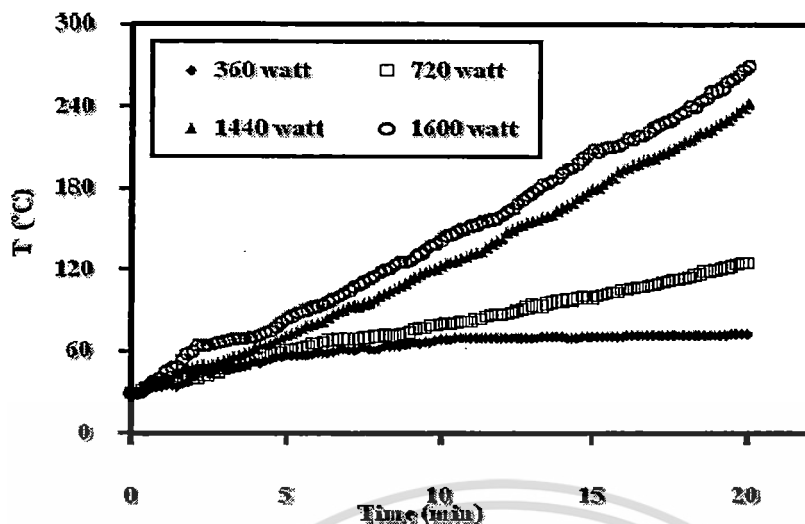
การเปรียบเทียบผลของการเติมและไม่เติมอนุภาคอะเซทิลีนแบล็ค 0.1 phr ต่ออุณหภูมิของยางธรรมชาติที่กำลังวัตต์ของเครื่องไมโครเวฟคงที่ 1440 W โดยอุณหภูมิของยางที่เวลาต่างๆ นั้นสามารถวัดได้ด้วยการใช้เทอร์โมคัปเปิลสอดเข้าไปในเครื่องไมโครเวฟโดยให้สัมผัสกับสารละลายยางที่เตรียมเป็นฟิล์มบางเคลือบบนแผ่นสไลด์ แสดงดังรูปที่ 4 พบว่าการเติมอนุภาคอะเซทิลีนแบล็คลงในยางธรรมชาติ นั้นมีผลทำให้อุณหภูมิของยางธรรมชาติมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วและมีแนวโน้มการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิของยางธรรมชาติมากกว่าการไม่เติมอนุภาคอะเซทิลีนแบล็ค ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัย [2-4] เนื่องจากความถี่ของคลื่นไมโครเวฟที่กระตุ้นอนุภาคของอะเซทิลีนแบล็คที่อยู่ในยางธรรมชาติ ทำให้เกิดการสั่นของอนุภาคอะเซทิลีนแบล็คในโมเลกุลของยางธรรมชาติ



รูปที่ 4 อุณหภูมิของยางธรรมชาติเปรียบเทียบระหว่างการเติมและไม่เติมอนุภาคอะเซทิลีนแบล็ค

จากการทดลองข้างต้นนั้นทำให้ยืนยันได้ว่าการเติมอนุภาคอะเซทิลีนแบล็คช่วยเพิ่มอุณหภูมิของยางธรรมชาติมากกว่าการไม่เติมอนุภาคอะเซทิลีนแบล็คซึ่งการทดลองดังกล่าวได้ทดลองที่เวลาต่าง ๆ กำลังวัตต์คงที่ 1440 W จึงได้ทำการศึกษาต่อถึงผลของการเติมอนุภาคอะเซทิลีนแบล็คต่ออุณหภูมิที่กำลังวัตต์ของเครื่องไมโครเวฟอื่นๆ ซึ่งผลการทดลองแสดงได้ดังรูปที่ 5 จากกราฟพบว่าพบว่ามีเวลาและกำลังของเครื่องไมโครเวฟเพิ่มขึ้นอุณหภูมิของยางธรรมชาติดังกล่าวก็จะเพิ่มขึ้นด้วย

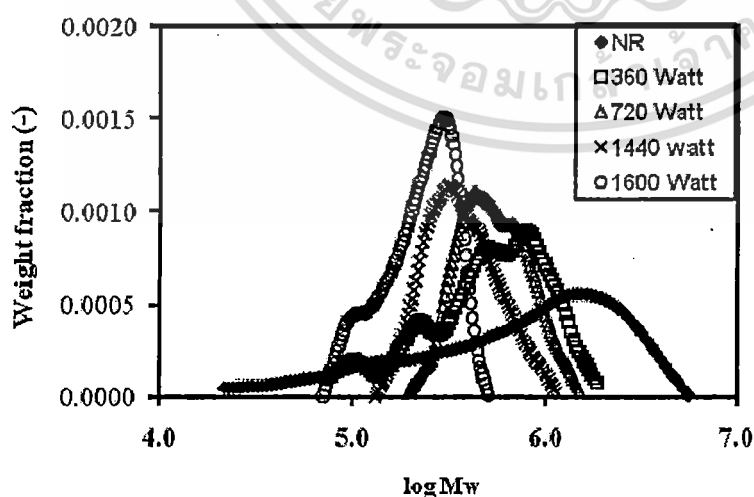
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 5 อุณหภูมิของยางธรรมชาติที่เติมอนุภาคเซทิลีนแบล็คคองที่ 0.1 phr ที่กำลังวัตต์ต่างๆ

3.3 ผลของกำลังวัตต์ต่อน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ

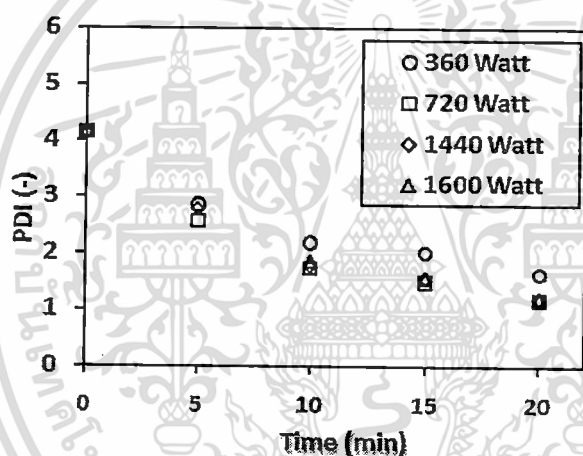
การทดลองนี้เป็นการศึกษาผลกำลังไมโครเวฟที่ใช้ในการเหนี่ยวนำอนุภาคเซทิลีนแบล็คให้เกิดสั่นภายในโมเลกุลของยางธรรมชาติและทำให้เกิดการสลายตัวเชิงความร้อนของโมเลกุลยาง ส่งผลให้เกิดการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ ที่ปริมาณอะเซทิลีนแบล็คคองที่ 0.1 phr และระยะเวลาในการเหนี่ยวนำคองที่ 20 นาที พบว่าที่กำลังวัตต์ต่ำการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเป็นลักษณะการกระจายที่กว้าง เมื่อเพิ่มกำลังวัตต์ของเตาไมโครเวฟส่งผลให้น้ำหนักโมเลกุลและค่าการกระจายตัวแบบพสม (Polydispersity) มีแนวโน้มลดลง แสดงได้ดังรูปที่ 6 เมื่อเพิ่มกำลังวัตต์ของเตาไมโครเวฟส่งผลให้น้ำหนักโมเลกุลลดลงเลื่อนไปทางด้านซ้ายและลักษณะการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลที่แคบลง



รูปที่ 6 GPC โครมาโทแกรมแสดงผลของกำลังวัตต์ของเตาไมโครเวฟต่อการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลยางธรรมชาติที่ระยะเวลาในการเหนี่ยวนำ 15 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อพิจารณาค่าการกระจายตัวแบบผสม (Polydispersity, PDI) ของยางธรรมชาติเพื่ออธิบายถึงระดับความแตกต่างของความยาวสายโซ่ของยางธรรมชาติ ในการทดลองนี้จะศึกษาผลของกำลังไมโครเวฟต่อค่าการกระจายตัวแบบผสมของยางธรรมชาติที่แปรเปลี่ยนตามระยะเวลาการเหนี่ยวนำ 5-20 นาที ดังรูปที่ 7 พบว่ายางธรรมชาติที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการลดน้ำหนักนั้นจะมีค่าการกระจายตัวแบบผสมเท่ากับ 4.16 เมื่อนำยางธรรมชาติที่มอลดน้ำหนักโมเลกุลด้วยการเหนี่ยวนำด้วยคลื่นไมโครเวฟ โดยการเพิ่มกำลังของเตาไมโครเวฟนั้นจะส่งผลให้มีค่าการกระจายตัวแบบผสมของยางธรรมชาติมีแนวโน้มลดลง โดยที่ กำลังของเตาไมโครเวฟ 1600 W นั้นค่าการกระจายตัวแบบผสมของยางธรรมชาติที่ผ่านการลดน้ำหนักโมเลกุลแล้วจะมีค่าเท่า 1.18 ซึ่งข้อมูลนี้จะสอดคล้องกับการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลที่ได้อธิบายในข้างต้นว่า เมื่อเพิ่มกำลังวัตต์ของเตาไมโครเวฟนั้นส่งผลให้ลักษณะการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลแคบลงทำให้ค่าการกระจายตัวแบบผสมลดลง

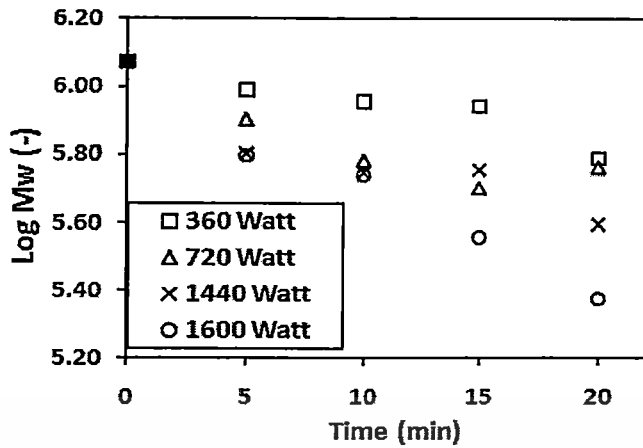


รูปที่ 7 ผลของกำลังวัตต์ของเตาไมโครเวฟต่อค่าการกระจายตัวแบบผสมของยางธรรมชาติ

3.4 ผลของเวลาในการเหนี่ยวนำต่อการลดน้ำหนักโมเลกุลยางธรรมชาติ

การทดลองนี้เป็นการศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการเหนี่ยวนำอนุภาคอะเซทิลีนแบบลึกลับที่ผสมอนุภาคอะเซทิลีนแบบลึกลับที่ปริมาณคงที่ 0.1 phr โดยใช้กำลังวัตต์ของเครื่องไมโครเวฟที่แตกต่างกัน แสดงได้ดังรูปที่ 8 พบว่าที่ กำลังของเตาไมโครเวฟคงที่ 360 W นั้นการเพิ่มระยะเวลาการเหนี่ยวนำที่ไม่ส่งผลต่อการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ เมื่อที่ กำลังวัตต์ของเตาไมโครเวฟสูงกว่า 360 W พบว่าการเพิ่มระยะเวลาในการเหนี่ยวนำขึ้นส่งผลให้น้ำหนักโมเลกุลและค่าการกระจายตัวแบบผสมของยางธรรมชาติมีแนวโน้มลดลงอย่างรวดเร็ว โดยที่ กำลังของเตาไมโครเวฟคงที่ 1600 W และระยะเวลาการเหนี่ยวนำคงที่ 20 นาทีสามารถลดน้ำหนักโมเลกุลเหลือ 2.37×10^5 g/mol จากข้อมูลข้างต้นสามารถสรุปได้ว่าการเพิ่มกำลังวัตต์ของเตาไมโครเวฟนั้นจะส่งผลต่อการลดระยะเวลาในการเหนี่ยวนำลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 8 ผลของระยะเวลาในการเหนี่ยวนำต่อการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ

3.5 การศึกษาจลนพลศาสตร์ของการแตกสลายของโมเลกุลยางธรรมชาติ

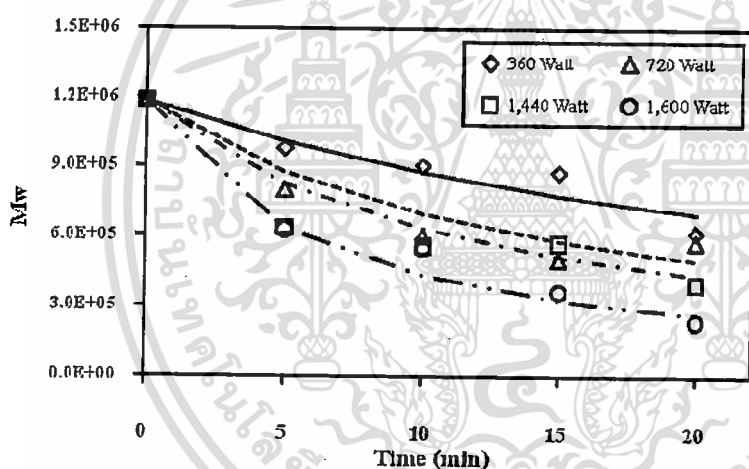
จลนพลศาสตร์การแตกสลายเชิงความร้อนของยางธรรมชาติได้จากการวิเคราะห์ความสัมพันธ์ของอัตราการเกิดพอลิเมอร์ที่เวลาเริ่มต้น $DP_w(t_0)$ และที่เวลาใดๆ $DP_w(t)$ เทียบกับเวลา t ดังสมการที่ 1 [7]

$$\left(\frac{1}{DP_w(t)} - \frac{1}{DP_w(t_0)} \right) = kt \quad (1)$$

จากการคำนวณหาค่าคงที่อัตรา (k) ของการแตกสลายเชิงความร้อนของยางธรรมชาติโดยการพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $1/DP_w(t) - 1/DP_w(t_0)$ เทียบกับเวลา (t) ด้วยเทคนิคกฎอัตรารูปอินทิเกรตได้กราฟเป็นเส้นตรงแสดงว่า ค่าปฏิกิริยาเป็นแบบอันดับสองและค่าคงที่อัตราจากความชันของกราฟจะทำให้ได้ข้อมูลค่าคงที่อัตราที่กำลังของไมโครเวฟต่าง แสดงดังในตารางที่ 1 ซึ่งค่าคงที่อัตราจะเพิ่มขึ้นตามกำลังของเครื่องไมโครเวฟที่เพิ่มขึ้น เมื่อนำค่าคงที่อัตราไปแทนในสมการที่ 1 เพื่อใช้ความสัมพันธ์อธิบายพฤติกรรมของการแตกสลายเชิงความร้อนของยางธรรมชาติเทียบกับการทดลองการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติด้วยกระบวนการสลายตัวเชิงความร้อนด้วยการเหนี่ยวนำด้วยคลื่นไมโครเวฟสามารถแสดงในรูปที่ 9 พบว่าสมการความสัมพันธ์ที่ 1 สามารถอธิบายการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติในงานวิจัยนี้ได้

ตารางที่ 1 ค่าคงที่อัตราที่กำลังวัตต์ต่างๆ

กำลังของเครื่องไมโครเวฟ (Watt)	ค่าคงที่อัตรา (min ⁻¹)
360	2.14×10^{-6}
720	4.08×10^{-6}
1,440	5.48×10^{-6}
1,600	9.96×10^{-6}



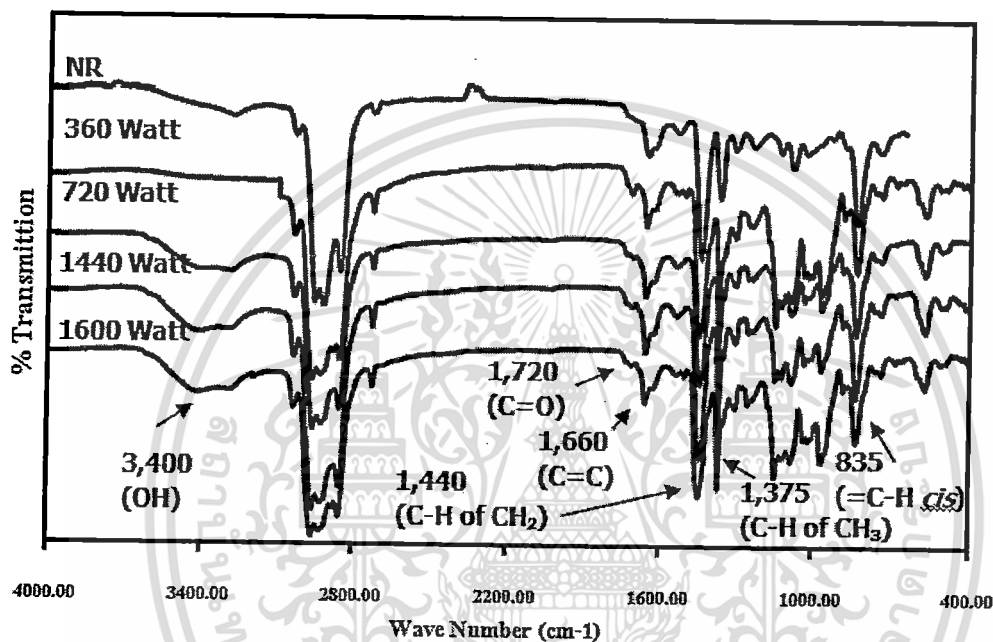
รูปที่ 9 แบบจำลองอธิบายความสามารถในการลดน้ำหนักโมเลกุลที่กำลังวัตต์ต่างๆ

3.6 การศึกษาผลของการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยการเหนี่ยวนำด้วยไมโครเวฟที่มีต่อหมู่ฟังก์ชันของยางธรรมชาติโดยใช้เครื่อง FTIR

หมู่ฟังก์ชันของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการลดน้ำหนักโมเลกุลด้วยคลื่นไมโครเวฟ แสดงในรูปที่ 10 พบว่าการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติที่เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆกัน ไม่มีผลต่อหมู่ฟังก์ชันของยางธรรมชาติ ลักษณะที่คของยางธรรมชาติที่ผ่านการลดน้ำหนักโมเลกุลด้วยคลื่นไมโครเวฟให้ผลที่มีลักษณะคล้ายคลึงกับยางธรรมชาติที่ยังไม่ผ่านกระบวนการลดน้ำหนักโมเลกุล ส่วนที่แตกต่างปรากฏให้เห็นได้ไม่ชัดเจนนักที่เลขคลื่นเท่ากับ $1,766$ และ $3,435 \text{ cm}^{-1}$ เป็นหมู่ฟังก์ชัน

ไม่ว่าการณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คาร์บอนิล (C=O) และไฮดรอกซิล (O-H) ตามลำดับ ซึ่งอาจเกิดจากการทดลองนั้นมีออกซิเจนเหลืออยู่ ถึงแม้ว่าในการทดลองจะทำในบรรยากาศแก๊สเฉื่อยแล้วก็ตามส่งผลให้ออกซิเจนในบรรยากาศสามารถเข้าทำปฏิกิริยากับยางธรรมชาติในตำแหน่งพันธะคู่กลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล [7] ในผลิตภัณฑ์ แต่ก็มีปริมาณที่น้อยมากเมื่อเทียบกับหมู่ฟังก์ชันหลักอื่นๆ นั้นแสดงว่าลักษณะโครงสร้างโมเลกุลของยางธรรมชาติที่ผ่านการลดน้ำหนักโมเลกุลด้วยไมโครเวฟไม่มีความแตกต่างกันกับยางธรรมชาติดั้งเดิม แต่มีสายโซ่ที่สั้นกว่า



รูปที่ 10 FTIR สเปกตรัมของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการลดน้ำหนักโมเลกุลด้วยไมโครเวฟที่กำลังวัตต์ต่างๆ

4. สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการหาสภาวะที่เหมาะสมในการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ ด้วยกระบวนการสลายตัวเชิงความร้อน โดยความร้อนที่เกิดขึ้นจากการดูดกลืนของโมเลกุลอะเซทิลีนแบล็คที่ผสมกับยางธรรมชาติที่ถูกเหนี่ยวนำด้วยคลื่นไมโครเวฟ โดยได้ศึกษาปัจจัยที่มีความสำคัญคือ กำลังวัตต์ของเครื่องไมโครเวฟและเวลาที่ใช้ในการสลายตัวทางความร้อน พบว่าเมื่อให้ระยะเวลาในการเหนี่ยวนำที่ 5 นาทีนั้นผลของการเพิ่มกำลังไมโครเวฟนั้นไม่ส่งผลต่อการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ แต่อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการเหนี่ยวนำขึ้น พบว่าผลของการเพิ่มกำลังวัตต์ของเครื่องไมโครเวฟส่งผลให้น้ำหนักโมเลกุลและค่าการกระจายตัวแบบผสมของยางธรรมชาติมีแนวโน้มลดลงอย่างรวดเร็ว โดยที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 1600 W และระยะเวลาในการเหนี่ยวนำ 20 นาทีส่งผลให้น้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติลดลงเหลือ 2.37×10^5 g/mol และค่าการกระจายตัวแบบผสมเท่ากับ 1.18 (-) ซึ่งสามารถลดได้จากยางธรรมชาติที่มีน้ำหนักโมเลกุลเริ่มต้นเท่ากับ 1.23×10^6 g/mol และค่าการกระจายตัวแบบผสมเท่ากับ 4.16 (-) เมื่อวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นหลังจากการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติด้วยเทคนิค FT-IR นั้น พบว่าไม่มีความแตกต่างกันระหว่างยางธรรมชาติก่อนการลดน้ำหนักโมเลกุล แต่มีสายโซ่ที่สั้นกว่า นอกจากนี้สามารถวิเคราะห์จลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาเพื่ออธิบายการแตกสลายของพันธะพบว่าเป็นปฏิกิริยาอันดับสองซึ่งค่าคงที่อัตราจะเพิ่มขึ้นตามกำลังของเครื่องไมโครเวฟที่เพิ่มขึ้น โดยค่าคงที่อัตราที่มีค่ามากที่สุดคือ $9.96 \times 10^{-6} \text{ min}^{-1}$ ที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟเท่ากับ 1600 W จากการทดลองทั้งหมดทำให้สามารถหาสภาวะที่เหมาะสมเบื้องต้นในการลดน้ำหนักโมเลกุลคือ กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 1600 W เวลา 20 นาที

5.เอกสารอ้างอิง

- [1] Giet C., “Acetylene Black with High Electrical Conductivity and High Absorptive Power” US Patent no 4279880, June 1981
- [2] Ludlow C., Chase A., “Microwave-Induced Pyrolysis of Plastic Wastes”, **Ind. Eng. Chem. Res**, Vol 40, 2001.Pp.4749 – 4756
- [3] D.Bogdat and A.Prociak, **Microwave – Enhanced Polymer Chemistry and Technology**. Iowa: Blackwell Professional, 2007
- [4] ดวงดาว อางองค์, วิบูลย์ ศรีเจริญชัยกุล, คณิต สูงประสิทธิ์ “การแปรสภาพทางความร้อนเหนี่ยวนำด้วยไมโครเวฟของวัสดุเชิงประกอบเอทิลีนไวนิลเอซีเตตและยางธรรมชาติ” **วิจัยยางพารา**, เล่ม 5, 2553. หน้า133 – 141
- [5] สมศักดิ์ วรมงคลชัย, **สารปรับแต่งพอลิเมอร์**. กรุงเทพฯ: บริษัทบูคเน็ท, 2547
- [6] Phetphaisit C.W., Phinyocheep P, “Kinetics and parameters affecting degradation of purified natural rubber” **J Appl Polym Sci**, Vol 90, 2003.Pp3546-3555
- [7] Nor H.M., Ebdon J.R. “Ozonolysis of natural rubber in chloroform solution Part 1.A study by GPC and FTIRspectroscopy”, **Polymer**, Vol 41, 2000.Pp. 2359-2365
- [8] สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. “การทดสอบหาค่าเฉลี่ยของมวลโมเลกุลและการกระจายมวลโมเลกุลของโพลิเมอร์โดยใช้โครมาโทกราฟีคัดขนาดโมเลกุล.” 2548

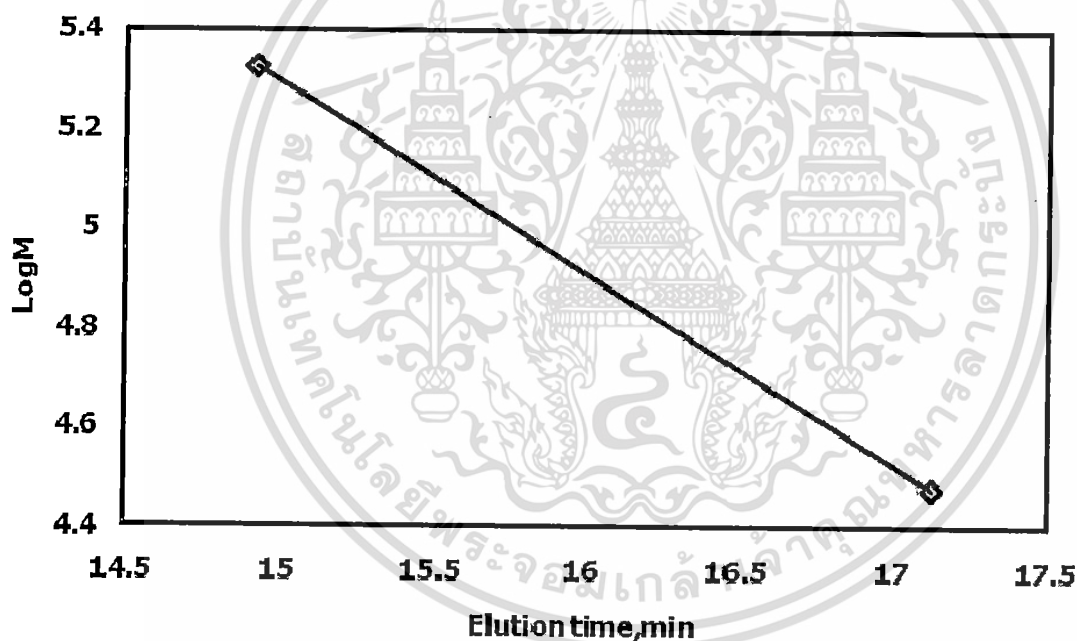
ภาคผนวก ก

การทดสอบหาค่ามวลโมเลกุลและการกระจายมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติโดยใช้

GPC

1. การทำกราฟมาตรฐาน [8]

กราฟมาตรฐานสามารถทำได้โดยฉีดยางธรรมชาติที่รู้ค่ามวลโมเลกุลที่แน่นอนอย่างน้อย 2 ค่าในเครื่อง GPC เพื่อหาค่า Elution Time แล้วนำค่ามวลโมเลกุลของยางธรรมชาติที่ทราบมวลโมเลกุลกับ Elution Time ที่ได้มาสร้างเป็นกราฟเพื่อหาสมการเส้นตรงที่สามารถคำนวณหามวลโมเลกุลของยางธรรมชาติ (M_i) ดังรูปที่ ก-1



รูปที่ ก-1 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติกับ Elution Time

จากกราฟจะได้สมการเส้นตรง $\text{Log } M_i = A_1 t + A_0$ (ก-1)

โดยที่ M_i คือ มวล โมเลกุลของยางธรรมชาติ

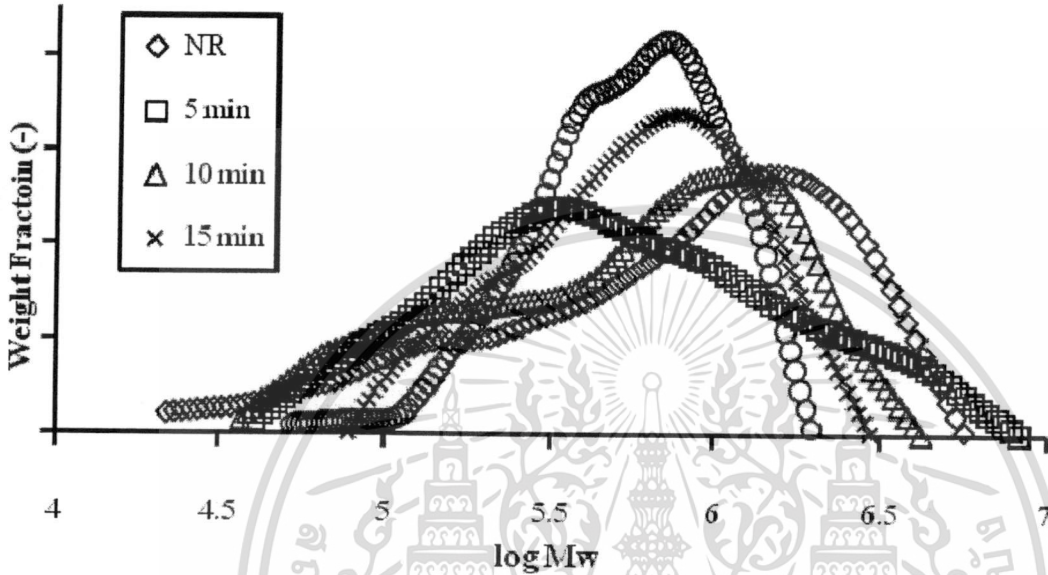
t คือ Elution time

A_0, A_1 คือ ค่าคงที่ของที่ได้จากความชันและจุดตัดแกน

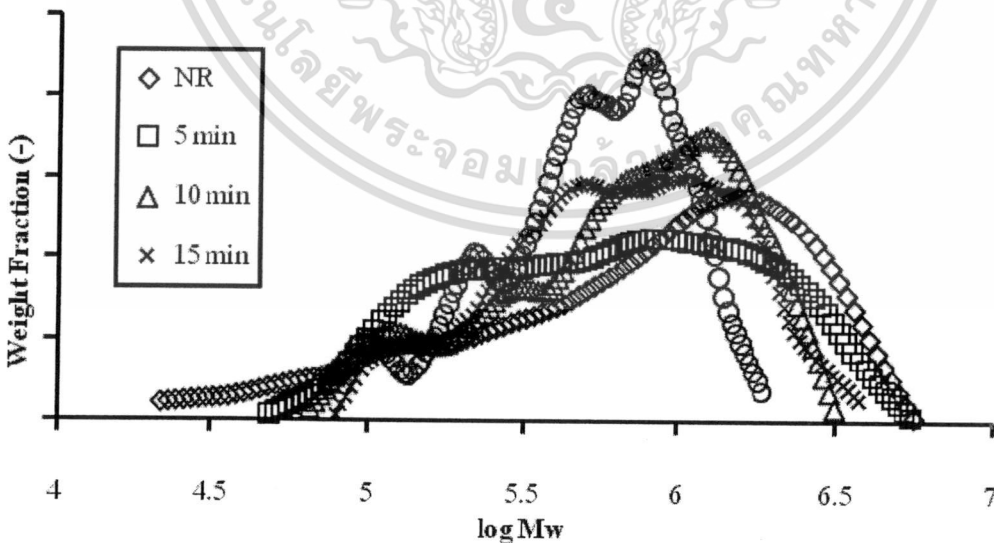
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. การคำนวณมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติที่ได้จากเครื่อง GPC

วิธีการคำนวณมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติที่ได้จากเครื่อง GPC เริ่มจากการเขียนกราฟโครมาโทแกรมแสดงความสัมพันธ์ระหว่างมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติ (M_p) ที่คำนวณได้จากสมการที่ (ก-1) และค่าความเข้มของสัญญาณ (H_p) ซึ่งเป็นค่าที่อ่านได้จากเครื่อง GPC



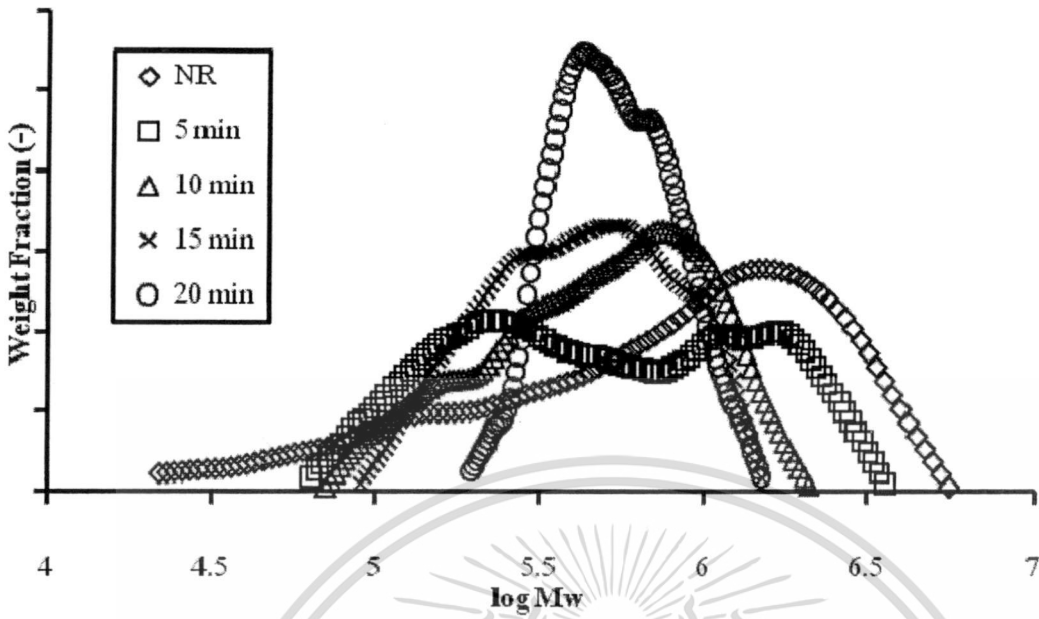
รูปที่ ก-2 โครมาโทแกรมแสดงการกระจายมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติ ไม่ผสมอะเซทิลีนแบล็คที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 1,440 W



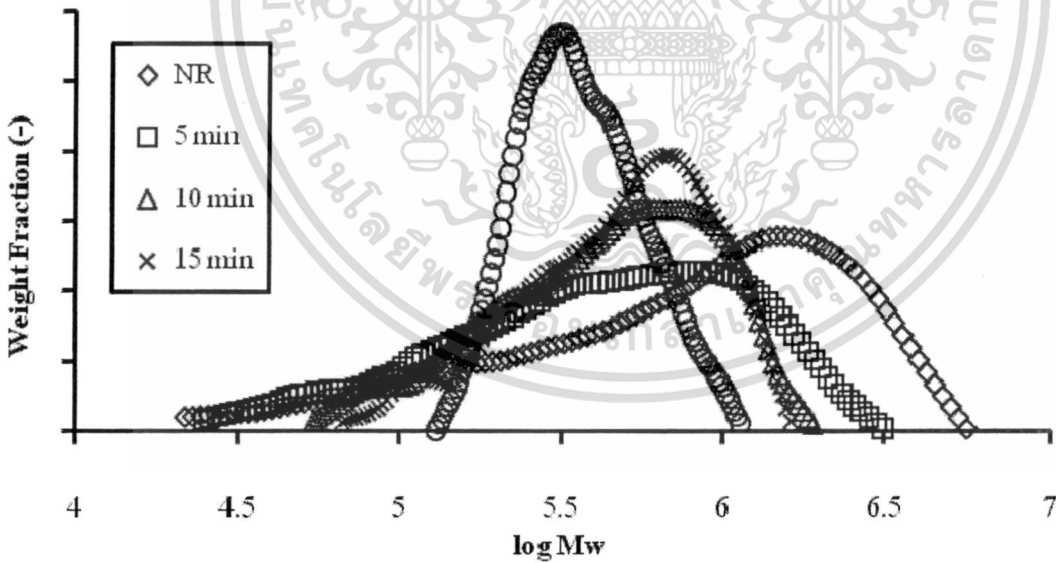
รูปที่ ก-3 โครมาโทแกรมแสดงการกระจายมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติ

ผสมอะเซทิลีนแบล็ค 0.1 phr ที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 360 W

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

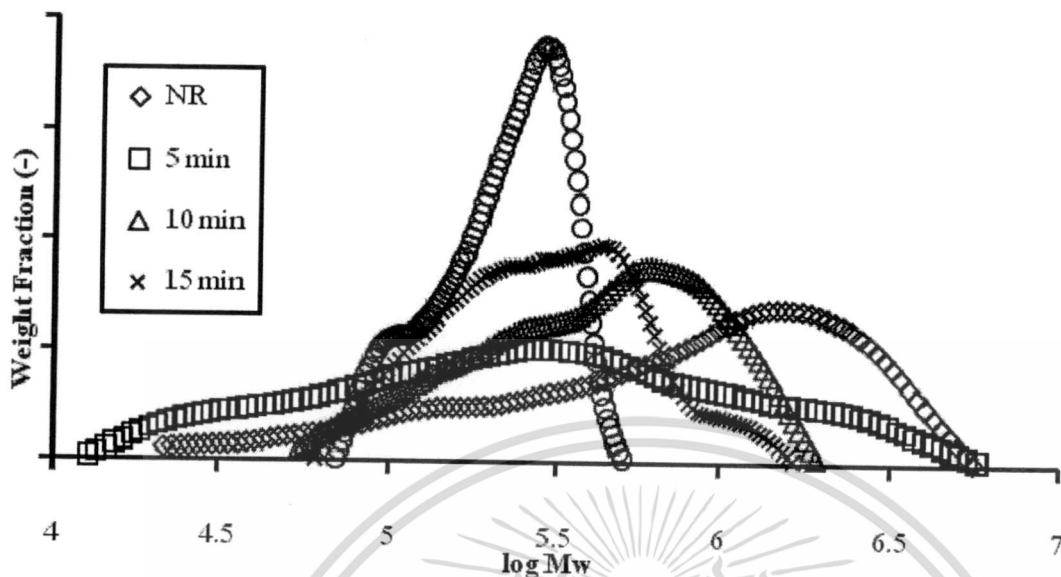


รูปที่ ก-4 โครมาโทแกรมแสดงการกระจายมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติผสมอะเซทิลีนแบล็ค 0.1 phr ที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 720 W



รูปที่ ก-5 โครมาโทแกรมแสดงการกระจายมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติผสมอะเซทิลีนแบล็ค 0.1 phr ที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 1,440 W

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 6-6 โครมาโทแกรมแสดงการกระจายมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติผสมอะเซทิลีนแบดล็ค 0.1 phr ที่กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 1,600 W

หลังจากที่ได้โครมาโทแกรมแล้ว จะสามารถคำนวณค่า Number average molecular weight (\bar{M}_n), Weight average molecular weight (\bar{M}_w) และค่าดัชนีการกระจายแบบผสม (Polydispersity index : PDI) ได้จากสมการที่ (ก-2) ถึงสมการที่ (ก-4)

$$\bar{M}_n = \frac{\sum_{i=1}^n H_i}{\sum_{i=1}^n \left(\frac{H_i}{M_i}\right)} \quad (\text{ก-2})$$

$$\bar{M}_w = \frac{\sum_{i=1}^n (H_i * M_i)}{\sum_{i=1}^n H_i} \quad (\text{ก-3})$$

$$\text{PDI} = \bar{M}_w / \bar{M}_n \quad (\text{ก-4})$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก-1 ข้อมูลที่ได้จากเครื่อง GPC และค่าที่คำนวณจากโครมาโทแกรม

กำลังของเครื่อง ไมโครเวฟ (W)	เวลา (นาที)	ปริมาณของ อะเซทิลีนแบล็ค (phr)	\bar{M}_w (g mol ⁻¹)	\bar{M}_n (g mol ⁻¹)	PDI
0	0	0	1.23 x 10 ⁶	2.95 x 10 ⁵	4.16
1,440	5	0	9.46 x 10 ⁵	2.80 x 10 ⁵	2.38
1,440	10	0	8.62 x 10 ⁵	2.83 x 10 ⁵	3.05
1,440	15	0	7.48 x 10 ⁵	4.13 x 10 ⁵	1.81
1,440	20	0	6.55 x 10 ⁵	4.31 x 10 ⁵	1.52
360	5	0.1	9.80 x 10 ⁵	3.42 x 10 ⁵	2.86
360	10	0.1	9.05 x 10 ⁵	4.14 x 10 ⁵	2.19
360	15	0.1	8.76 x 10 ⁵	4.36 x 10 ⁵	2.01
360	20	0.1	6.15 x 10 ⁵	3.73 x 10 ⁵	1.65
720	5	0.1	8.02 x 10 ⁵	3.11 x 10 ⁵	2.57
720	10	0.1	6.04 x 10 ⁵	3.49 x 10 ⁵	1.73
720	15	0.1	5.02 x 10 ⁵	3.37 x 10 ⁵	1.49
720	20	0.1	5.78 x 10 ⁵	4.88 x 10 ⁵	1.18
1,440	5	0.1	6.35 x 10 ⁵	2.28 x 10 ⁵	2.79
1,440	10	0.1	5.58 x 10 ⁵	3.15 x 10 ⁵	1.77
1,440	15	0.1	5.70 x 10 ⁵	3.66 x 10 ⁵	1.56
1,440	20	0.1	3.95 x 10 ⁵	3.30 x 10 ⁵	1.20
1,600	5	0.1	6.28 x 10 ⁵	1.17 x 10 ⁵	5.39
1,600	10	0.1	5.48 x 10 ⁵	2.95 x 10 ⁵	1.86
1,600	15	0.1	3.62 x 10 ⁵	2.33 x 10 ⁵	1.55
1,600	20	0.1	2.37 x 10 ⁵	1.98 x 10 ⁵	1.20

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

การวิเคราะห์จลนพลศาสตร์การลดมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติ

จลนพลศาสตร์ของการลดมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติสามารถหาได้จากการคำนวณองศาการแตกสลายของพอลิเมอร์ (DP_w) ได้จากความสัมพันธ์ระหว่างมวลโมเลกุลเฉลี่ยของยางธรรมชาติ (\bar{M}_w) ต่อหน่วยซ้ำไอโซพรีน ($M_{monomer} = 68 \text{ g mol}^{-1}$) ดังสมการที่ (1)

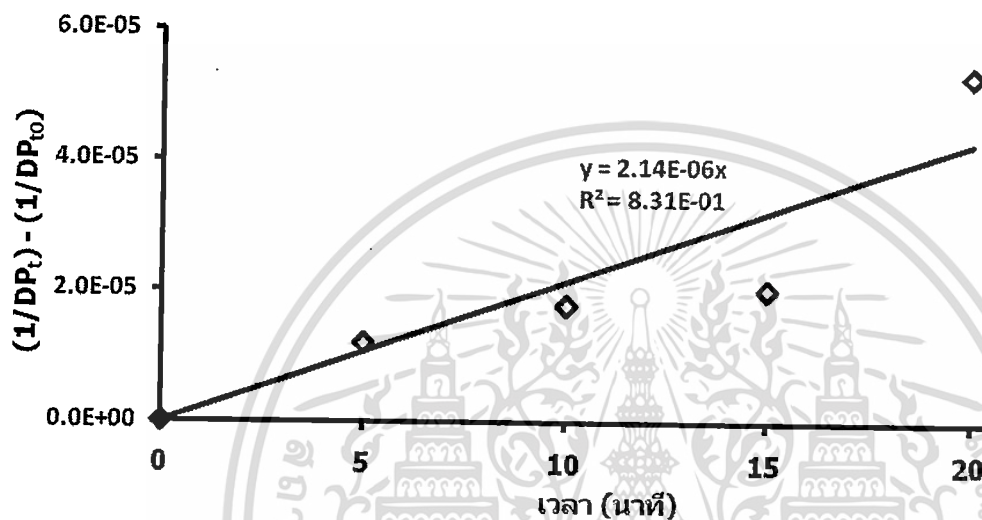
$$(DP_w) = \frac{\bar{M}_w}{M_{monomer}} \quad (1)$$

ตารางที่ ข-1 ค่าองศาการแตกสลายของพอลิเมอร์ (DP_w) ที่เวลาและกำลังต่างๆของเครื่องไมโครเวฟ

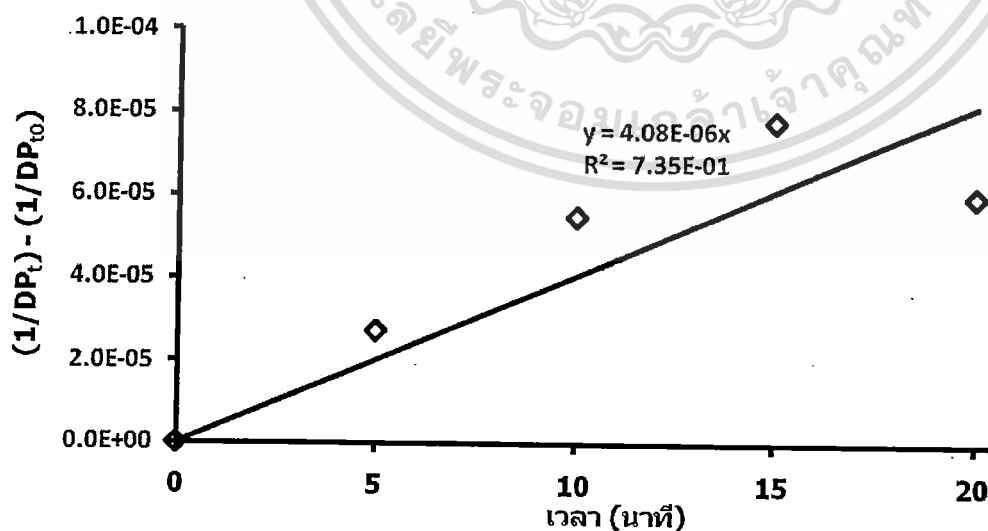
กำลังของเครื่องไมโครเวฟ (W)	เวลา (นาที)	องศาการแตกสลายของพอลิเมอร์
0	0	1.74×10^4
360	5	1.44×10^4
360	10	1.33×10^4
360	15	1.29×10^4
360	20	9.05×10^3
720	5	1.18×10^4
720	10	8.89×10^3
720	15	7.38×10^3
720	20	8.50×10^3
1,440	5	9.34×10^3
1,440	10	8.20×10^3
1,440	15	8.39×10^3
1,440	20	5.81×10^3
1,600	5	9.23×10^3
1,600	10	8.06×10^3
1,600	15	5.32×10^3
1,600	20	3.49×10^3

การวิเคราะห์พารามิเตอร์ทางจลนพลศาสตร์แสดงได้ด้วยความผันผวนขององศาเริ่มต้น ($DP_{w(0)}$) ที่เวลาใดๆ ($DP_{w(t)}$) เป็นฟังก์ชันของค่าคงที่อัตรา (k) และเวลา (t) ดังสมการที่ (2)

$$kt = \frac{1}{DP_{w(t)}} - \frac{1}{DP_{w(0)}} \quad (2)$$



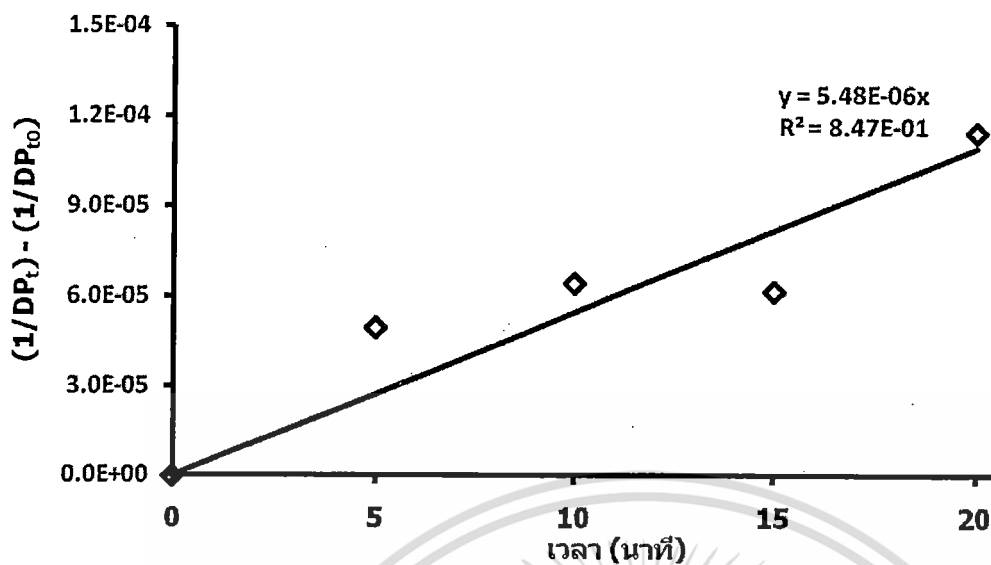
รูปที่ ข-1 จลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการลดมวล โมเลกุลของยางธรรมชาติลำดับสองที่ กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 360 W



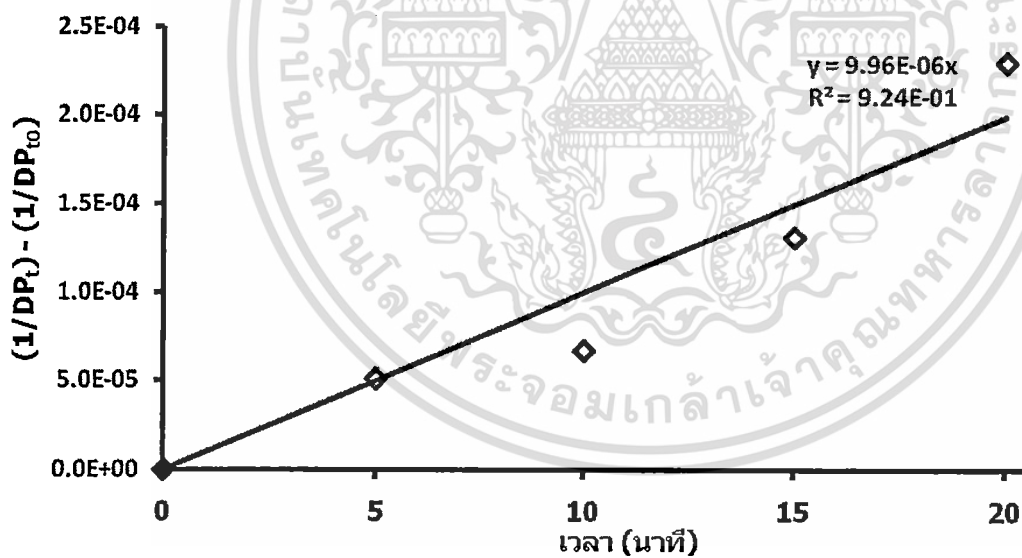
รูปที่ ข-2 จลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการลดมวล โมเลกุลของยางธรรมชาติลำดับสองที่

กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 720 W

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรรมใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข-3 จลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการลดมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติลำดับสองที่ กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 1,440 W



รูปที่ ข-4 จลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการลดมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติลำดับสองที่ กำลังของเครื่องไมโครเวฟ 1,600 W