

การเตรียมโคมโพลียูรีเทนจากโพลีออลที่มาจากวัสดุธรรมชาติ



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2559

การเตรียมโพลีเมรีเทนจากโพลีออลที่มาจากวัสดุธรรมชาติ



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2559

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

PREPARATION OF POLYURETHANE FOAMS FROM BIO-BASED POLYOLS



A REPORT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENTS
FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF ENGINEERING
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

2016

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญาานิพนธ์เรื่อง การเตรียมโพลีโพลียูรีเทนจากโพลีออกทีสังเคราะห์จากวัสดุธรรมชาติ
โดย นายบารมี เต็มศิริพันธุ์
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร. อภินันท์ นัมคณิสร์
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม รศ.ดร. ประกอบ กิจไชยา
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญาานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญาานิพนธ์



(Signature)

.....ประธานกรรมการ

(ผศ.ดร. อภินันท์ นัมคณิสร์)

(Signature)

.....กรรมการ

(อ. บุญชัย โชติวิริยวานิชย์)

(Signature)

.....กรรมการ

(ดร. วิจิตรา วงศ์พร้อมรัตน์)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญาานิพนธ์เรื่อง	การเตรียมโพลีโพลียูรีเทนจากโพลีเอทิลีนที่สังเคราะห์จากวัสดุธรรมชาติ
โดย	นายบารมี เต็มศิริพันธุ์
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
ปีการศึกษา	2559
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร. อภินันท์ นัมคนิสร์ณ
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	รศ.ดร. ประกอบ กิจไชยา

บทคัดย่อ

โพลีโพลียูรีเทน (PUFs) ถูกใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมหลายประเภท เนื่องจากเป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติที่ดี เช่น มีน้ำหนักเบา มีเสถียรภาพ ทางความร้อนที่ดี ราคาไม่แพงและมีค่าการนำความร้อนต่ำ โดยส่วนใหญ่จะนำ PUFs ไปใช้เป็นฉนวนกันความร้อน เพอร์นิเจอร์และใช้ในการก่อสร้างต่างๆ ซึ่ง โพลีเอทิลีนที่นำมาผลิตเป็น PUFs ส่วนใหญ่จะมาจากกระบวนการทางปิโตรเลียม โครงการนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์โพลีเอทิลีนจากน้ำมันพืชโดยใช้ปฏิกิริยาออกซิเดชันและการเปิดวงออกซิเจน แล้วนำไปผสมกับสารประกอบไอโซไซยาเนตและสารเติมแต่งเพื่อขึ้นรูปเป็น PUFs โดยมีวัตถุประสงค์หลักคือเพื่อนำน้ำมันพืชมาผลิตเป็นโพลีเอทิลีนเพื่อทดแทนโพลีเอทิลีนที่มาจากกระบวนการทางปิโตรเลียมและช่วยเพิ่มมูลค่าผลิตภัณฑ์ทางการเกษตร ตัวแปรที่ศึกษา คือ เวลาในการทำปฏิกิริยาเปิดวงอีพอกซี โดยจะศึกษาที่ 15 30 และ 60 นาที จากการทดลองใช้น้ำมันถั่วเหลืองเกรดการค้ามาเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์โพลีเอทิลีน ซึ่งน้ำมันถั่วเหลืองจะเป็นน้ำมันพืชที่มีกรดไขมันไม่อิ่มตัวอยู่มาก เช่น กรดลิโนเลอิก กรดโอเลอิก และกรดลิโนเลนิก ทำให้หมู่ไฮดรอกซิลสามารถไปเกาะที่พันธะคู่ของกรดไขมันได้ เมื่อทำปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์จะได้ผลิตภัณฑ์เป็น โพลีเอทิลีนที่มาจากน้ำมันถั่วเหลือง (SBOP) จากนั้นนำโพลีเอทิลีนที่ได้ไปหาค่าความเป็นกรด (Acid value) ค่าไฮดรอกซิล (Hydroxyl value) วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของ SBOP ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (FTIR) หลังจากนั้นจะไปทำปฏิกิริยากับสารประกอบไอโซไซยาเนตเพื่อขึ้นรูปเป็นโพลีโพลียูรีเทนแล้วนำไปทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ เช่น ความหนาแน่น พื้นผิวและชนิดของเซลล์

Report Title	Preparation of polyurethane foams from bio-based polyols	
By	Mr. Barami	Temsiriphan
Degree	Bachelor Degree of Engineering	
Program	Chemical Engineering	
Year	2016	
Advisor	Asst.Prof.Dr. Apinan	Namkanisorn
Co-Advisor	Assoc.Prof.Dr. Prakob	Kitchaiya

ABSTRACT

Polyurethane foams (PUFs) are widely used in several industries due to good properties such as light weight, good thermal stability, inexpensive and low thermal conductivity. Typically, PUFs are used as thermal insulator, furniture and other construction work. Most polyols used to produce PUFs are derived from petroleum processes. In this work, a synthesis of polyols from vegetable oils with epoxidation and ring-opening reaction was studied. The reaction product was then mixed with isocyanate compound and additive to obtain PUFs. The main objective of this work is to synthesize bio-based polyols to replace petroleum-based polyols, leading to increase value of agricultural products. The study variables were reaction times of ring-opening reaction that are 15, 30 and 60 minutes. Commercial soybean oil was used as the reactant to synthesize bio-based polyols because it is relatively inexpensive and readily available. Soybean oil is a vegetable oil with various unsaturated fatty acid such as linoleic acid, oleic acid and linolenic acid. When the reaction was completed, soybean oil-based polyols (SBOP) is obtained. SBOP were characterized for acid value, hydroxyl value and function groups by FTIR. Further reaction of SBOP with isocyanate compound yields PUFs. Bio-based PUFs were characterized for physical properties such as density, morphology and type of cell.

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จไปด้วยดีด้วยความช่วยเหลือจาก ผศ.ดร.อภิวัฒน์ นัมคณิสสรณ์ อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญานิพนธ์ และ รศ. ดร. ประกอบ กิจไชยา อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ซึ่งท่านได้ให้คำปรึกษา แนะนำ คำสอน และให้ข้อคิดเห็นอันเป็นประโยชน์ในการทำปริญญานิพนธ์ อีกทั้งท่านยังมีส่วนช่วยในการแก้ไขปัญหาต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นระหว่างการดำเนินงาน

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่คอยช่วยติดต่อและดำเนินเรื่องต่างๆให้

ขอขอบคุณ นางสาวจินต์จุฑา ขาวเขียว และ นายชยานันท์ แก้วมาลา เพื่อนร่วมอาจารย์ที่ปรึกษา และเพื่อนร่วมภาควิชาวิศวกรรมเคมีทุกท่านที่ได้ให้การช่วยเหลือ และให้กำลังใจแก่ผู้จัดทำเสมอมา

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือวิเคราะห์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความอนุเคราะห์ให้ใช้เครื่องมือ Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

ขอขอบพระคุณครอบครัวที่สนับสนุนทางด้านการศึกษามาโดยตลอด คอยอยู่เคียงข้างเป็นกำลังใจที่สำคัญที่ทำให้ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จไปได้ด้วยดี

บารมี เต็มศิริพันธุ์

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VI
สารบัญรูป	VII
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตโครงการ	2
1.4 ขั้นตอนการดำเนินงาน	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 ทฤษฎี	4
2.1.1 โพลียูรีเทน	4
2.1.2 วัตถุดิบในการผลิตโฟมพอลิยูรีเทน	5
2.1.3 รูปแบบการเกิดโฟมโพลียูรีเทน	8
2.1.4 กระบวนการผลิตโฟมโพลียูรีเทน	8
2.1.5 น้ำมันพืช (Vegetable oil)	9
2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	12
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน	15
3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	15
3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	15
3.3 การเตรียมสาร	16
3.3.1 สารผสมเอพี้ที	16

สารบัญ (ต่อ)

3.3.2	สารละลายโซเดียมคาร์บอเนตความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก	16
3.3.3	สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์.....	16
3.4	ขั้นตอนการทดลอง.....	16
3.4.1	การเตรียมน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์ (Epoxidized soybean oil, ESO).....	16
3.4.2	การเตรียมโพลีออลจากน้ำมันถั่วเหลือง (Soybean oil-based polyol, SBOP)	17
3.4.3	การขึ้นรูปโฟมโพลียูรีเทน	17
3.4.4	การวิเคราะห์คุณลักษณะของโพลีออลจากน้ำมันถั่วเหลืองและโฟมโพลียูรีเทน	17
บทที่ 4	ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์ผล.....	18
4.1	ผลการศึกษาค่าไฮดรอกซิลและค่าความเป็นกรดของโพลีออล	18
4.2	ผลการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของโพลีออลเปรียบเทียบกับน้ำมันถั่วเหลือง.....	19
4.3	ผลการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของโฟมโพลียูรีเทน	20
บทที่ 5	สรุปผลการทดลอง.....	23
5.1	สรุปผลการทดลอง.....	23
5.2	ข้อเสนอแนะ.....	23
บรรณานุกรม.....		24
ภาคผนวก.....		26
ภาคผนวก ก	อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	27
ภาคผนวก ข	การคำนวณที่เกี่ยวข้องในการทดลอง.....	31
ภาคผนวก ค	ข้อมูลดิบ.....	34

สารบัญตาราง

ตารางที่ 2.1 การแบ่งประเภทของโพลีเมอร์ลิพิด	4
ตารางที่ 2.2 ชนิดและปริมาณของกรดไขมันในน้ำมันพืชแต่ละชนิด	10
ตารางที่ 2.3 คุณสมบัติทั่วไปของน้ำมันถั่วเหลือง	11
ตารางที่ 4.1 ความหนาแน่นของ SBPU	21
ตารางที่ ค.1 ปริมาณของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และน้ำหนักของสารตัวอย่างที่ใช้	36
ตารางที่ ค.2 ค่าความเป็นกรดและค่าไฮดรอกซิลของโพลีเอสเตอร์ทั้ง 3 ชนิด	36
ตารางที่ ค.3 ความหนาแน่นของโพลีเมอร์ลิพิด	36



สารบัญรูปภาพ

ภาพที่ 2.1	โครงสร้างของไดโพลอินไอโซไซยานเตโอโซเมอร์	5
ภาพที่ 2.2	โครงสร้างของเมททิลลีนไดไอโซไซยานเตโอโซเมอร์	6
ภาพที่ 2.3	สมการปฏิกิริยาระหว่างน้ำกับไอโซไซยานเต	7
ภาพที่ 2.4	กลไกของระบบต่างๆในการเกิดโฟมโพลียูรีเทน	8
ภาพที่ 2.5	ลักษณะโครงสร้างของน้ำมันถั่วเหลือง	11
ภาพที่ 4.1	ค่าความเป็นกรดและค่าไฮดรอกซิลของโพลีออลทั้ง 3 ชนิด	18
ภาพที่ 4.2	ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของโพลีออลที่สังเคราะห์มาจากน้ำมันถั่วเหลือง	19
ภาพที่ 4.3	ความหนาแน่นระหว่างโฟมโพลียูรีเทนที่ขึ้นรูปมาจากโพลีออลทั้ง 3 ชนิด	21
ภาพที่ 4.4	ลักษณะพื้นผิวของโฟมโพลียูรีเทน	22
ภาพที่ ก.1	ชุดการทดลองการทำปฏิกิริยา	28
ภาพที่ ก.2	ปั๊มสุญญากาศ (Vacuum pump)	28
ภาพที่ ก.3	เครื่องวัดความหนาแน่น (Densimeter)	28
ภาพที่ ก.4	เครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary evaporator)	29
ภาพที่ ก.5	เครื่องทำความเย็น (Chiller)	29
ภาพที่ ก.6	เครื่องชั่งแบบละเอียดเทคนิค 5 ตำแหน่ง	30
ภาพที่ ก.7	กรวยแยก (Separation funnel)	30
ภาพที่ ค.1-3	อินฟราเรดสเปกตรัมของน้ำมันถั่วเหลือง	36

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

ในปัจจุบันโฟมโพลียูรีเทน (Polyurethane foams, PUFs) ถูกใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมหลายประเภท เนื่องจากเป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติที่ดี เช่น เป็นโครงสร้างแบบเซลล์ปิด มีน้ำหนักเบา มีคุณสมบัติเชิงกลที่ดี ดูดซับพลังงานได้มาก มีความเสถียรภาพทางความร้อนสูง มีค่าการนำความร้อนต่ำ ทนต่อกรดและด่าง และราคาไม่สูงมาก ส่วนใหญ่โฟมโพลียูรีเทนจะถูกนำไปใช้เป็นฉนวนกันความร้อนและเสียง เพอร์นิเจอร์ และงานก่อสร้างต่างๆ [1] โฟมโพลียูรีเทนจะเกิดจากการทำปฏิกิริยากันระหว่างสารประกอบไอโซไซยานาตและโพลีออล โดยที่โพลีออลส่วนใหญ่จะมาจากกระบวนการทางปิโตรเลียม ซึ่งโฟมโพลียูรีเทนที่ทำมาจากวัสดุธรรมชาติกำลังเป็นที่นิยมอยู่ในขณะนี้ เนื่องจากมีความเป็นไปได้ที่จะสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ และยังเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและมีความยั่งยืน เพราะเนื่องจากราคาของผลิตภัณฑ์ที่มาจากกระบวนการทางปิโตรเลียมนั้นยังคงเพิ่มสูงขึ้นและทำให้เกิดความวิตกกังวลเกี่ยวกับความมั่นคงและความยั่งยืน ซึ่งแหล่งทรัพยากรหมุนเวียนมา เช่น น้ำมันพืช มีราคาไม่แพงมาก จึงเป็นที่น่าสนใจในการนำมาเปลี่ยนเป็นโพลีออลเพื่อผลิตโฟมโพลียูรีเทน

น้ำมันพืช (vegetable oil) เป็นน้ำมันที่ได้จากการสกัดส่วนต่างๆ ของพืช ซึ่งมีมากในประเทศไทยที่เป็นประเทศเกษตรกรรมและมีราคาไม่แพง ซึ่งน้ำมันพืชจะมีสถานะเป็นของเหลวที่อุณหภูมิห้อง และมีส่วนประกอบหลัก คือ ไตรกลีเซอไรด์ (triglyceride) โดยกรดไขมันสามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภท คือ กรดไขมันอิ่มตัว (Saturated fatty acid) และกรดไขมันไม่อิ่มตัว (Unsaturated fatty acid) กรดไขมัน-อิ่มตัวจะไม่มีพันธะคู่ระหว่างอะตอมคาร์บอนด้วยกัน จะประกอบไปด้วย กรดสเตียริก กรดปาล์มมิติกและกรดลอริก เป็นต้น กรดไขมันอิ่มตัวจะแข็งตัวง่าย และมีจุดหลอมเหลวสูง ส่วนกรดไขมันไม่อิ่มตัวจะเป็นกรดไขมันที่มีพันธะคู่ระหว่างอะตอมคาร์บอนด้วยกัน เช่น กรดลิโนเลอิก กรดโอเลอิกและกรดลิซิโนเลอิก เป็นต้น ซึ่งจะมีสมบัติแข็งตัวยากและมีจุดหลอมเหลวต่ำ

โดยปกติทั่วไปจะใช้น้ำมันระหุ่ง (castor oil) มาทำปฏิกิริยากับไอโซไซยานาตเพื่อขึ้นรูปเป็นโฟมโพลียูรีเทนเนื่องจากน้ำมันระหุ่งมีกรดลิซิโนเลอิกอยู่มากถึงร้อยละ 90 ซึ่งกรดลิซิโนเลอิกจะมีหมู่ไฮดรอกซิลเกาะอยู่หนึ่งหมู่ แต่เนื่องจากน้ำมันระหุ่งมีราคาแพง จึงมีการนำน้ำมันพืชชนิดอื่น

มาเปลี่ยนเป็นโพลีออล เช่น น้ำมันถั่วเหลือง น้ำมันเมล็ดดอกทานตะวัน เป็นต้น แนวทางในการเตรียมโพลีออลจากน้ำมันพืชส่วนใหญ่จะดูที่พันธะคู่ของกรดไขมันไม่อิ่มตัวที่อยู่ในน้ำมันพืชหรือหมู่เอสเทอร์ของไตรกลีเซอไรด์ โดยจะมีวิธีการหลายวิธีการ เช่น ไฮโดรฟอร์มมิเลชัน (hydroformylation) ทรานเอสเทอริฟิเคชัน (transesterification) หรือ โอโซนไลซิส (Ozonolysis) แล้วตามด้วย ไฮโดรจิเนชัน (hydrogenation) และอีพอกซิเดชัน (epoxidation) ด้วยการเปิดวงอีพอกซี (epoxy ring-opening) ซึ่งวิธีการที่ถูกใช้กันมากที่สุดคือ อีพอกซิเดชัน กับ ไฮดรอกซิเลชัน เนื่องจากโพลีออลแต่ละประเภทได้จากการเปิดวงอีพอกซีด้วยตัวกระทำที่ต่างกัน และนอกจากนี้ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะขึ้นอยู่กับวิธีการที่ใช้ในการเตรียมด้วย [2-3]

เนื่องจากน้ำมันถั่วเหลืองมีกรดลิโนเลอิกที่มีพันธะคู่สองตำแหน่ง มากถึงร้อยละ 54 และราคาถูกกว่าน้ำมันระฟุง ดังนั้นจึงมีความเป็นไปได้ในการนำน้ำมันถั่วเหลืองมาเปลี่ยนเป็นโพลีออล งานวิจัยนี้จะเป็นการสังเคราะห์โพลีออลที่มาจากน้ำมันพืช โดยใช้น้ำมันถั่วเหลืองมาทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน (Epoxidation) โดยใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้น 50% โดยน้ำหนัก (Hydrogen peroxide 50 %wt) เป็นตัวให้ออกซิเจน แล้วตามด้วยปฏิกิริยาเปิดวงอีพอกซี (Ring-opening) โดยใช้เมทานอล (Methanol) เป็นตัวให้ไฮโดรเจน แล้วนำไปวิเคราะห์หาค่าความเป็นกรดและค่าไฮดรอกซิลของโพลีออล หลังจากนั้นจะนำโพลีออลที่ได้จากน้ำมันถั่วเหลือง (Soybean oil-based polyol, SBOP) ไปผสมกับสารประกอบไอโซไซยาเนตและสารเติมแต่งอื่นๆ เพื่อขึ้นรูปกลายเป็นโฟมโพลียูรีเทน แล้วนำไปวิเคราะห์ความหนาแน่น พื้นผิวและประเภทของเซลล์เพื่อเทียบกับโฟมโพลียูรีเทนที่ทำมาจากโพลีออลที่มาจากกระบวนการทางปิโตรเลียม

1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 เพื่อสังเคราะห์โพลีออลที่มาจากวัสดุทางธรรมชาติมาแทนที่โพลีออลที่มาจากกระบวนการทางปิโตรเลียม
- 1.2.2 เพื่อเพิ่มมูลค่าของผลิตภัณฑ์ทางการเกษตรในประเทศไทย

1.3 ขอบเขตโครงการ

- 1.3.1 ศึกษาแนวทางในการสังเคราะห์โพลีออลจากวัสดุธรรมชาติโดยใช้น้ำมันถั่วเหลืองเกรดการค้า

- 1.3.2 ทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ เช่น ความหนาแน่นและชนิดของเซลล์ของโพลีโพลียูรีเทน รวมถึงค่าความเป็นกรดและค่าไฮดรอกซิลของโพลีออล เพื่อเปรียบเทียบกับโพลีโพลียูรีเทนและโพลีออลที่มาจากกระบวนการทางปิโตรเลียม

1.4 ขั้นตอนการดำเนินงาน

- 1.4.1 ศึกษาองค์ประกอบและการผลิตโพลีโพลียูรีเทน
- 1.4.2 ศึกษาองค์ประกอบของน้ำมันพืชแต่ละชนิด
- 1.4.3 ศึกษาปฏิกิริยาการสังเคราะห์โพลีออลจากวัตถุดิบธรรมชาติ
- 1.4.4 ทำการทดลองสังเคราะห์โพลีออลจากน้ำมันพืช
- 1.4.5 วิเคราะห์ค่าความเป็นกรด (Acid value) และค่าไฮดรอกซิล (Hydroxyl value) ของโพลีออล
- 1.4.6 วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลของโพลีออลที่สังเคราะห์จากน้ำมันถั่วเหลือง ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)
- 1.4.7 วิเคราะห์และเปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างและรูปร่างของโพลีโพลียูรีเทนที่สังเคราะห์มาจากวัสดุทางธรรมชาติ
- 1.4.8 วิเคราะห์ความหนาแน่นของโพลีโพลียูรีเทนด้วยเครื่องวัดความหนาแน่น (Densimeter)

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.5.1 สามารถนำน้ำมันถั่วเหลืองมาสังเคราะห์เป็นโพลีออลเพื่อนำมาแทนที่โพลีออลจากกระบวนการทางปิโตรเลียมในการผลิตโพลีโพลียูรีเทนได้
- 1.5.2 สามารถเพิ่มมูลค่าผลิตภัณฑ์ทางการเกษตรได้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ทฤษฎี

2.1.1 โพลียูรีเทน

โพลียูรีเทนถูกใช้มายาวนานกว่า 60 ปี ซึ่งในปัจจุบันเป็นกลุ่มของโพลีที่มีมากที่สุดที่สร้างขึ้นในอุตสาหกรรมโพลีเมอร์เซตติง คุณสมบัติของโพลีจะขึ้นอยู่กับคุณสมบัติทางกายภาพ เช่น ความยืดหยุ่น ความหนืด ความแข็ง และการทนไฟและความร้อน ที่ความหนาแน่นต่างๆกัน ซึ่งความสามารถของโพลีจะขึ้นอยู่กับทางเลือกวัตถุดิบและปฏิกิริยาในการเกิดโพลี โพลียูรีเทนเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างโพลีออล (Polyol) กับไดไอโซไซยาเนต (Diisocyanate) หรือโพลีเมอริกไอโซไซยาเนต (Polymeric isocyanate) โดยมีตัวเร่งปฏิกิริยา สารทำให้เกิดฟอง (Blowing agent) และสารเติมแต่งที่เหมาะสม น้ำหนักโมเลกุลและหมู่ฟังก์ชันของโพลีออลจะส่งผลต่อคุณสมบัติของโพลี ส่วนโพลีไอโซไซยาเนตนั้นเป็นสารที่คอยเชื่อมโพลี-ออลเข้าด้วยกัน อาจพูดได้ว่าโพลีออลเป็นอิฐบล็อกแล้วไอโซไซยาเนตเป็นปูนไว้เชื่อมประสานบล็อกเข้าด้วยกัน โดยที่เราจะสามารถแบ่งชนิดของโพลียูรีเทนได้ดังตารางที่ 2.1 [8-10]

ตารางที่ 2.1 การแบ่งประเภทของโพลียูรีเทน [10]

Polyol	Rigid Foam	Semirigid Foam	Flexible Foam
OH No.	350-560	100-200	5.6-70
OH Equivalent No.	160-100	560-280	10,000-800
Functionality	3.0-8.0	3.0-3.5	2.0-3.1
Elastic Modulus at 23°C			
MPa	> 700	700-70	< 70
lb/in ²	> 100,000	100,000-10,000	< 10,000

โพลียูรีเทนที่สามารถทำได้ตามตลาดจะแบ่งออกได้เป็น 2 ชนิด คือ โฟมแข็ง (Rigid polyurethane foams) และโฟมยืดหยุ่น (Flexible polyurethane foams)

2.1.1.1 โฟมโพลียูรีเทนแข็ง

มีความแข็งแรงสูงกว่าโฟมยืดหยุ่น มีความต้านทานต่อแรงกดดันสูง จึงใช้ทำโครงสร้างของส่วนที่ต้องการน้ำหนักเบา เช่น ลำตัวเครื่องบินและเรือ เป็นต้น มีสมบัติในการนำความร้อนต่ำมาก จึงมักใช้เป็นฉนวนสำหรับอาคาร รถขนส่งผลิตภัณฑ์แช่เย็น ตู้เย็น ห้องเย็นและกระติกน้ำแข็ง

2.1.1.2 โฟมพอลียูรีเทนแบบยืดหยุ่น

มักจะทำเฟอร์นิเจอร์ เบาะรองนั่งทั่วไป แก้วฉนวน ที่นอน แผ่นรองใต้พรม ตัวดูดซับน้ำมันที่รั่วไหลในทะเล

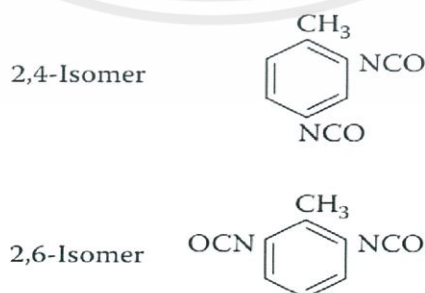
2.1.2 วัตถุดิบในการผลิตโฟมพอลียูรีเทน

วัตถุดิบที่ใช้ในการผลิตโฟมโพลียูรีเทนจะประกอบไปด้วย ไดไอโซไซยาเนต โพลีออล สารทำให้เกิดฟอง ตัวเร่งปฏิกิริยา สารลดแรงตึงผิว สารหน่วงไฟและสารเติมแต่งอื่นๆ ตามความต้องการในการใช้งาน [10]

2.1.2.1 ไอโซไซยาเนต

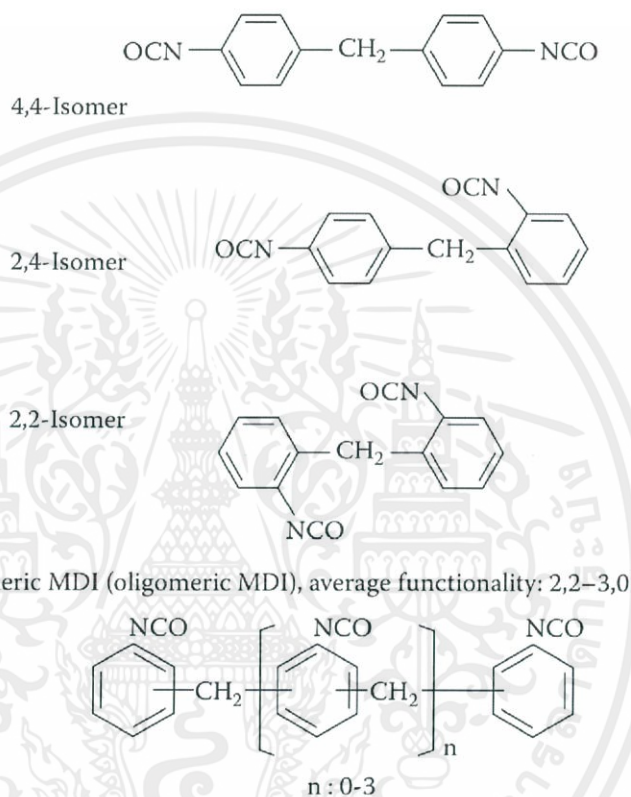
ไอโซไซยาเนตที่ส่วนใหญ่นิยมนำมาใช้ผลิตโฟมโพลียูรีเทนกัน คือ โทลูอินไดไอโซไซยาเนต (Toluenediisocyanate, TDI) และเมททิลลีนไดไอโซไซยาเนต (Methylenediisocyanate, MDI)

โทลูอินไดไอโซไซยาเนตถูกผลิตด้วยกระบวนการฟอสจีนชัน (phosgenation) ของไดอามิโนโทลูอิน (diaminotoluene) ส่วนใหญ่โทลูอินไดไอโซไซยาเนตจะถูกนำไปใช้ในการผลิตโฟมโพลียูรีเทนแบบยืดหยุ่นซึ่งโทลูอินไดไอโซไซยาเนตที่พบมากในตลาดจะอยู่ในรูป 2,4-TDI และ 2,6-TDI ดังภาพที่ 2.1



ภาพที่ 2.1 โครงสร้างของไดโทลูอินไอโซไซยาเนตไอโซเมอร์ [10]

เมททิลีนไดไอโซไซยาเนตเกิดจากกระบวนการพอสจีเนชันของไดฟีนิล-มีเทนไดเอมีน (Diphenylmethane diamine) ที่เป็นผลิตภัณฑ์จากการควบแน่น (Condensation) ของอนิลีน (Aniline) กับฟอมาดีไฮด์ (Formaldehyde) จะได้ผลิตภัณฑ์เป็น เมททิลีนไดไอโซไซยาเนต และ 4,4-MDI จะเป็นไอโซเมอร์ที่พบมากที่สุด



ภาพที่ 2.2 โครงสร้างของเมททิลีนไดไอโซไซยาเนตไอโซเมอร์ [10]

2.1.2.2 โพลีออล

โพลีออลที่นำมาผลิตโฟมโพลียูรีเทนส่วนใหญ่จะเป็นสารประกอบพอลิเอทิลีนที่มีหมู่ไฮดรอกซิลอย่างน้อย 2 หมู่ขึ้นไป สารจำพวกโพลีออลจะประกอบไปด้วย โพลีอีเทอร์โพลีออล (Polyether polyols) โพลีเอสเตอร์โพลีออล (Polyester polyols) ไฮดรอก-ซิลเทอร์มินาทโพลีโอเลฟิน (Hydroxyl-terminated polyolefins) และไฮดรอกซิลที่มาจากน้ำมันพืช (Hydroxyl-containing vegetable oil) แต่โพลีออลที่นิยมนำมาใช้ในการผลิตโฟมโพลียูรีเทนมากที่สุดคือ โพลีอีเทอร์โพลีออล

2.1.2.3 สารทำให้เกิดฟอง

ในการผลิตโฟมโพลียูรีเทนจำเป็นจะต้องมีตัวกำเนิดแก๊สเพื่อเป็นตัวจัดเรียงรูปร่างของโฟม ทำให้โฟมฟูและมีรูพรุน ซึ่งในปัจจุบันนิยมใช้น้ำมาทำปฏิกิริยากับ ไอโซไซยานเนต จะได้สารประกอบยูเรียและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เกิดขึ้น แก๊สที่เกิดขึ้นนั้นจะเป็นสารที่ทำให้โฟมฟูขึ้นและทำให้เซลล์โฟมมีลักษณะเป็นรูพรุน



ภาพที่ 2.3 สมการปฏิกิริยาระหว่างน้ำกับไอโซไซยานเนต [10]

2.1.2.4 ตัวเร่งปฏิกิริยา

ในการผลิตโฟมโพลียูรีเทน ตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกใช้เร่งปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานเนตกับโพลีออล เรียกว่า Gelation catalysts และเร่งปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานเนตกับน้ำ เรียกว่า Blowing catalysts ซึ่งสารส่วนใหญ่ที่นำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะเป็นพวกสารประกอบเอมีน

2.1.2.5 สารลดแรงตึงผิว

สารลดแรงตึงผิวส่วนใหญ่ที่ใช้ในการผลิตโฟมโพลียูรีเทนจะเป็นพวกซิลิโคน (Silicone surfactants) ซึ่งจะช่วยให้ส่วนผสมต่างๆผสมกันได้ดียิ่งขึ้น และทำให้เนื้อของโฟมละเอียดมากขึ้น

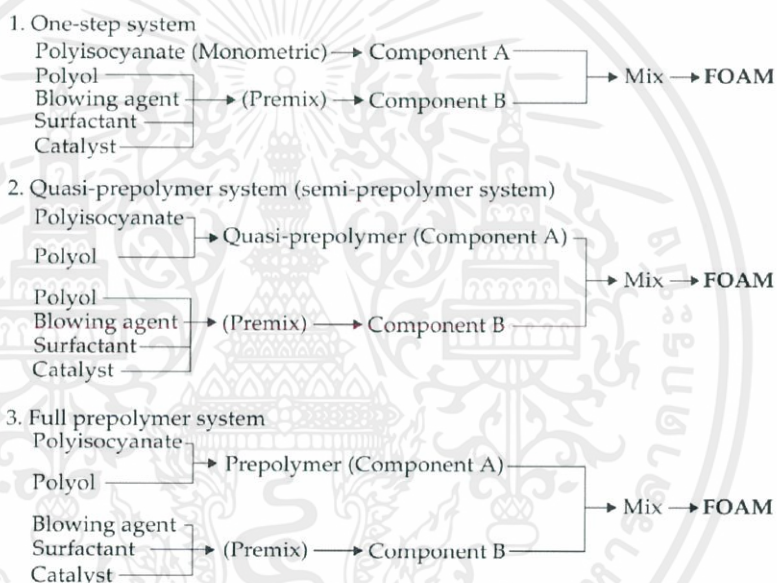
2.1.2.6 สารหน่วงไฟ

เนื่องจากโฟมที่มีสารไอโซไซยานเนตเป็นวัตถุดิบพื้นฐานจะมีคุณสมบัติไวไฟสูง ซึ่งโฟมโพลียูรีเทนทั้งโฟมแข็ง และโฟมยืดหยุ่น ต่างก็ใช้สารไอโซไซยานเนตเป็นวัตถุดิบพื้นฐานในการผลิตทั้งคู่ แสดงว่าโฟมโพลียูรีเทนนั้นสามารถติดไฟได้ง่าย ดังนั้นจึงต้องผสมสารหน่วงไฟลงไปในโฟมโพลียูรีเทน เพื่อป้องกันการติดไฟของโฟมโพลียูรีเทน ซึ่งสารหน่วงไฟจะมีหลายชนิด ได้แก่ Liquid flame retardant, Powder flame retardant, Reactive flame retardant, Radical scavenger

flame retardant, Char-forming flame retardant, Noncalorific additives และ Incorporation of thermally stable linkages

2.1.3 รูปแบบการเกิดโฟมโพลียูรีเทน

โฟมโพลียูรีเทนเกิดจากการรวมสารประกอบชนิด A (ไอโซไซยานต) และสารประกอบชนิด B (ส่วนผสมของโพลีออล ตัวเร่ง และสารลดแรงตึงผิว) เข้าด้วยกันที่อุณหภูมิห้อง โดยไม่ต้องใช้ความร้อน ซึ่งรูปแบบในการผลิตโฟมจะแบ่งออกเป็น 3 ระบบ ได้แก่ One-shot one-step system, Quasi-prepolymer system และ Full-prepolymer ซึ่งสองวิธีแรกยังนิยมใช้ผลิตโฟมอยู่ในปัจจุบัน [10]



ภาพที่ 2.4 กลไกของระบบต่างๆในการเกิดโฟมโพลียูรีเทน [10]

2.1.4 กระบวนการผลิตโฟมโพลียูรีเทน

กระบวนการเกิดของโฟมโพลียูรีเทนมี 3 ประเภท ได้แก่ Cup foaming, Box foaming และ Machine foaming [10]

2.1.5.1 Cup foaming

หรือเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า การผสมด้วยมือ (Hand mixing) เป็นวิธีที่ง่ายที่สุดในการผลิตและวิเคราะห์คุณภาพของโฟมโพลียูรีเทน ซึ่งกระบวนการนี้จะต้องมีการเครื่องผสมความเร็วสูง แก้วกระดาด เครื่องชั่งตวงวัด 2-4 ตำแหน่ง ตัวทำละลายที่

เอาไว้ทำความสะอาดอุปกรณ์ ตู้ดูดควัน เครื่องป้องกันสารเคมี และในขณะที่ทำการผลิตโฟมโพลียูรีเทนนั้นจะต้องบันทึกค่าต่างๆ ได้แก่

- Cream time คือ เวลาที่สารผสมเปลี่ยนจากของเหลวเป็นของเหลวเนื้อครีม
- Gel time คือ เวลาที่โฟมเริ่มเป็นเจล ทดสอบโดยเอาไม้พายแตะที่ผิวโฟมแล้วจะมีเส้นใยยึดออกมา
- Rise time คือ ช่วงเวลาระหว่างเริ่มต้นการผสมจนถึงเวลาที่โฟมขยายตัวอย่างสมบูรณ์
- Tack-free time คือ ช่วงเวลาระหว่างที่สารผสมจนถึงเวลาที่ผิวของโฟมไม่เกิดเส้นใยยึดติดออกมา เมื่อนำไม้พายไปแตะ

2.1.5.2 Small-box foaming

Small-box foaming นั้นดีกว่า Cup foaming ตรงที่จะเก็บตัวอย่างคุณสมบัติของโฟมก่อนจะนำไปใช้ใน Machine foaming โดยกล่องผสมมักจะมีขนาด 15 x 15 x 15 เซนติเมตร ดังนั้นควรที่จะคำนวณปริมาณของวัตถุดิบให้เพียงพอ ซึ่งขึ้นอยู่กับความหนาแน่นของโฟม

2.1.5.3 Machine foaming

Machine foaming นั้นมีกระบวนการอยู่หลายชนิด ขึ้นอยู่กับความต้องการในการใช้งานของโฟม เช่น การสเปรย์โฟมโพลียูรีเทนเคลือบบนผิวของหนังคาหรือผนัง และการฉีดโฟมขึ้นรูปในแบบแม่พิมพ์ที่เฉพาะเจาะจง เป็นต้น

2.1.5 น้ำมันพืช (Vegetable oil)

น้ำมันพืชเป็นน้ำมันที่สกัดได้จากส่วนต่างๆ ของพืช เช่น ผลของพืชหรือเมล็ดของพืช เป็นต้น จะมีสมบัติเป็นของเหลวที่อุณหภูมิห้อง และประกอบไปด้วยกรดไขมันหลายชนิด ซึ่งมีทั้งชนิดอิ่มตัวและไม่อิ่มตัว ปริมาณกรดไขมันแต่ละประเภทจะขึ้นอยู่กับชนิดของพืชที่สกัดน้ำมันออกมา

น้ำมันพืชแต่ละชนิดก็จะมีส่วนประกอบของกรดไขมันไม่เหมือนกัน บางชนิดมีกรดไขมันชนิดอิ่มตัวมากกว่า บางชนิดก็มีกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวมากกว่า น้ำมันพืชที่มีกรดไขมันที่อิ่มตัวมากกว่า กรดไขมันที่อิ่มตัวจะเหม็นหืนได้ยากกว่า เนื่องจากไม่มีพันธะคู่มาทำ-

ปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศ จึงนิยมนำมาใช้ในการประกอบอาหาร แต่ข้อเสียคือจะมีคอเลสเตอรอลมากกว่าน้ำมันพืชที่มีกรดไขมันไม่อิ่มตัวมากกว่า [11]

ตารางที่ 2.2 ชนิดและปริมาณของกรดไขมันในน้ำมันพืชแต่ละชนิด [11]

Vegetable oil	Unsat./ Sat.ratio	Saturated		Monounsaturated	Polyunsaturated fatty acid	
		Palmitic	Stearic	Oleic	Linoleic	AlphaLinolenic
		C16:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3
Almond Oil	9.7	7	2	69	17	-
Canola Oil	15.7	4	2	62	22	10
Cocoa Butter	0.6	25	38	32	3	-
Grape seed Oil	7.3	8	4	15	73	-
Olive Oil	4.6	13	3	71	10	1
Palm Oil	1	45	4	40	10	-
Peanut Oil	4	11	2	48	32	-
Soybean Oil	5.7	11	4	24	54	7
Sunflower Oil	7.3	7	5	19	68	1

2.1.6 น้ำมันถั่วเหลือง (Soybean oil)

สำหรับประเทศไทยน้ำมันถั่วเหลืองมีราคาไม่แพง สามารถหาได้ง่ายและมีปริมาณมาก กรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบหลักของน้ำมันถั่วเหลือง คือ กรดลิโนเลอิก ซึ่งมีมากถึงร้อยละ 54 โดยน้ำหนัก และกรดโอเลอิกร้อยละ 24 โดยน้ำหนัก ซึ่งถือว่าเป็นน้ำมันพืชที่มีกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวอยู่สูง และไม่เป็นที่อุณหภูมิต่ำ แต่ถ้าผ่านความร้อนสูงมากจะเกิดอนุมูลอิสระได้ง่าย จึงเหมาะกับการใช้งานที่ใช้ความร้อนปานกลาง [12]

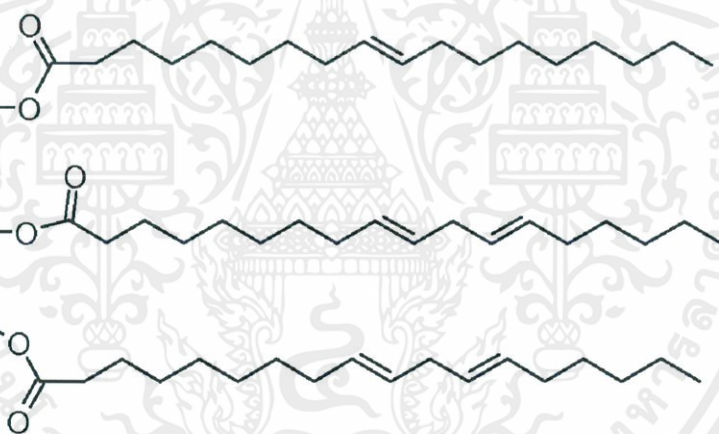
2.1.6.1 คุณสมบัติทางกายภาพของน้ำมันถั่วเหลือง

ตารางที่ 2.3 คุณสมบัติทั่วไปของน้ำมันถั่วเหลือง [13]

Density (20 °C)	0.9165 to 0.9261 g/ml
Specific Heat Capacity (20 °C)	0.448 cal/g°C
Melting Point	0.6 °C
Surface Tension (30 °C)	27.6 dyne/cm
Viscosity (20 °C)	58.8-62.2 cP
Vapor Pressure (254 °C)	1 μ
Flash Point	324 °C

2.1.6.2 โครงสร้างของน้ำมันถั่วเหลือง

น้ำมันถั่วเหลืองจะมีลักษณะโครงสร้างเป็นไตรกลีเซอไรด์ ซึ่งเกิดจากกลีเซอรอล 1 โมเลกุล ผสมกับ กรดไขมันอิสระอีก 3 โมเลกุล



ภาพที่ 2.5 ลักษณะโครงสร้างของน้ำมันถั่วเหลือง [13]

2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Dong Ji และคณะ [2] ได้ทำการเตรียมโพลีเอสเตอร์จากน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ (epoxidized soybean oil, ESO) โดยใช้วิธีการเปิดวงอีพอกไซด์ด้วยเมทานอล ฟีนอล และไซโคเฮกซานอล เพื่อนำขึ้นรูปเป็นโพลีเอสเตอร์ขั้นต้นตอนแรกจะนำน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์มาทำปฏิกิริยากับเมทานอล ฟีนอล และไซโคเฮกซานอล โดยมีกรดฟอร์มิคเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นจะทำการขึ้นรูปโพลีเอสเตอร์ทั้งสามชนิดที่เตรียมได้จากตอนแรกมาผสมกับโพลีเอสเตอร์ที่มาจากกระบวนการทางปิโตรเลียมในอัตราส่วนต่างๆ แล้วนำไปวิเคราะห์ความหนาแน่น รูปร่างของเซลล์ ค่าการนำความร้อน ค่าความแข็งแรง เสถียรภาพทางรูปทรงและเสถียรภาพทางความร้อน พบว่าโพลีเอสเตอร์ที่ใช้ฟีนอลมาเปิดวงอีพอกไซด์นั้นมีความหนาแน่นมากที่สุด ขนาดเซลล์เล็กที่สุด และมีค่าการนำความร้อนสูงที่สุด และโพลีเอสเตอร์จากน้ำมันถั่วเหลืองที่มีปริมาณร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก ที่ผสมลงไปโพลีเอสเตอร์ที่มาจากกระบวนการทางปิโตรเลียมจะพัฒนาโพลีเอสเตอร์ในเรื่องคุณสมบัติทางกลและทางความร้อน ยกเว้นเรื่องความเสถียรภาพทางรูปทรง ส่วนโพลีเอสเตอร์ที่ใช้ฟีนอลมาเป็นตัวเปิดวงอีพอกไซด์ที่มีปริมาณร้อยละ 50 โดยน้ำหนักที่ผสมลงไปโพลีเอสเตอร์ที่มาจากกระบวนการทางปิโตรเลียมจะมีประสิทธิภาพที่ต่ำ เนื่องจากมีความหนาแน่นในการเชื่อมสายโซ่กันต่ำ ซึ่งเป็นผลมาจากวงเบนซีนที่มีจำนวนมากเกินไป และในส่วนของโพลีเอสเตอร์ที่ใช้ไซโค-เฮกซานอลเป็นตัวเปิดวงอีพอกไซด์นั้นไม่ได้พัฒนาคุณสมบัติใดๆของโพลีเอสเตอร์ เพราะวาวแหวนหกเหลี่ยมนั้นจะเป็นพลาสติกไซเซอร์ (plasticizer)

Ahmad Syafiq Ahmad Hazmi และคณะ [3] ได้ทำการสังเคราะห์โพลีเอสเตอร์จากน้ำมันสบู่ดำด้วยวิธีอีพอกไซด์ชันโดยใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก และตามด้วยการเปิดวงอีพอกไซด์ด้วยเมทานอล โดยมีกรดฟอร์มิคเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสองปฏิกิริยา ในการทดลองนี้จะศึกษาเวลาในการทำปฏิกิริยาอีพอกไซด์ชันเพื่อให้ได้จำนวนวงอีพอกไซด์มากที่สุด จากการทดลองพบว่าสามารถใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก มาผลิตเป็นน้ำมันสบู่ดำอีพอกไซด์ได้ และที่เวลา 3 ชั่วโมง ในการทำปฏิกิริยาอีพอกไซด์ชันจะได้จำนวนวงอีพอกไซด์มากที่สุดที่ร้อยละ 4.3 และเมื่อเปลี่ยนน้ำมันสบู่ดำอีพอกไซด์เป็นโพลีเอสเตอร์จากน้ำมันสบู่ดำ จะมีค่าไฮดรอกซิลอยู่ที่ 171-179 mg KOH/g และมีความหนาแน่นที่ต่ำอยู่ที่ 0.92-0.98 Pa.s

Jing Zhang และคณะ [4] ได้ทำการเตรียมโพลีเอสเตอร์จากการเปิดวงอีพอกไซด์ของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ (Epoxidized soybean oil, ESO) โดยใช้ไขมันไดออลของน้ำมันระหุง (castor oil-based fatty diol, COD) โดยทำการศึกษาอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ระยะเวลาในการทำ

ปฏิกิริยาและสัดส่วนระหว่าง ESO กับ COD จากผลการทดลองพบว่าเมื่อปริมาณของ COD มวลโมเลกุลและความหนืดของผลิตภัณฑ์จะลดลงเนื่องจากปริมาณของตัวที่ทำหน้าที่ไป ทำให้วงอีพอกซีเปิดมีน้อย และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้หมู่อีพอกซีมีจำนวนลดน้อยลง และผลิตภัณฑ์จะมีค่าไฮดรอกซิลที่มากขึ้น จึงสรุปได้ว่าอุณหภูมิมีส่วนช่วยในการเพิ่มอัตราการทำปฏิกิริยากันระหว่าง COD กับ ESO ส่วนเวลาในการทำปฏิกิริยา เมื่อดูจากกราฟ FTIR จะพบว่าที่ 45 นาที หมู่อีพอกซีจะเริ่มหายไปจนเกือบหมดแล้วในขณะที่เวลา 15 นาที ยังมี หมู่อีพอกซีอยู่มาก ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าเวลาก็มีส่วนช่วยในการทำปฏิกิริยาระหว่าง COD กับ ESO ให้ดีขึ้น

X. Junming และคณะ [5] ทำการเตรียมโพลีเอสเตอร์โพลีออลจากกรดไขมันที่ไม่มีอิ่มตัว ในงานวิจัยนี้จะใช้กรดโอเลอิกมาทำปฏิกิริยาอีพอกซีเดชันกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ โดยมีกรดแอซิดิกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เมื่อผ่านไป 4 ชั่วโมงจะปรับอุณหภูมิให้สูงขึ้นเป็น 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อทำปฏิกิริยาการเปิดวงอีพอกซี จากนั้นจะนำเอาชั้นน้ำมันของผลิตภัณฑ์ไปทำปฏิกิริยากับกลีเซอรอล โดยมีซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะได้โพลีเอสเตอร์โพลีออลที่มีค่าไฮดรอกซิล 425 mg KOH/g และค่าความเป็นกรด 1.7 mg KOH/g จากการนำผลิตภัณฑ์ไปวิเคราะห์ด้วย GC-MS, FTIR และ NMR พบว่าพันธะคู่ของกรดโอเลอิกและหมู่คาร์บอกซิลิกนั้นได้เปลี่ยนเป็นหมู่ไฮดรอกซิลจำนวน 4 ตัว จึงสรุปได้ว่ากรดโอเลอิกสามารถนำไปผลิตเป็นโพลี-ออลเพื่อใช้ในการขึ้นรูปโพลียูรีเทนได้ และยังช่วยเพิ่มคุณสมบัติเชิงกลของโพลีอีกด้วย

P. Saithai และคณะ [6] ได้ทำการศึกษาผลกระทบของวิธีต่างๆในการเตรียมน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซีไดซ์ (ESO) โดยที่ ESO จะเตรียมจากวิธีอีพอกซีเดชันทางเคมีและอีพอกซีเดชันทางเคมีเอนไซม์ (chemo-enzymatic) โดยที่จะใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวให้ออกซิเจนโดยมีกรดฟอร์มิกและกรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการอีพอกซีเดชันทางเคมี และใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ โดยมีกรดฟอร์มิกและเอนไซม์ไลเปสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการอีพอกซีเดชันทางเคมีเอนไซม์ จากการทดลองพบว่ากระบวนการอีพอกซีเดชันนั้นประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์ ESO แต่เมื่อใช้กระบวนการที่เคมีเอนไซม์ โดยมีเอนไซม์ไลเปสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดไขมันอิสระ โมโนกลีเซอไรด์และไดกลีเซอไรด์ ซึ่งต่อมากจะกลายเป็นผลิตภัณฑ์ที่เป็นอีพอกซีไดซ์ โดยจะมีค่าความเป็นกรดสูงเนื่องจากมีกรดไขมันอิสระอยู่ ดังนั้นจึงสรุปได้ว่ากระบวนการอีพอกซี-

เคชันทางเคมีเอนไซม์โดยใช้เอนไซม์ไลเปสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ ESO ภายใต้สภาวะในการทดลองนี้

S. Dworakowska และคณะ [7] ทำการสังเคราะห์โพลีเอสเตอร์จากน้ำมันเรพซีดโดยใช้คลีนไมโครเวฟเป็นตัวช่วยในการเปิดวงอีพอกซีของน้ำมันเรพซีดอีพอกซีไดซ์ เพื่อนำไปขึ้นรูปเป็นโพลีโพลียูรีเทน แทนที่โพลีเอสเตอร์ที่มาจากกระบวนการทางปิโตรเลียม ขั้นตอนแรกจะเป็นการสังเคราะห์น้ำมันเรพซีดอีพอกซีไดซ์ โดยใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวให้ออกซิเจน โดยมีกรดแอซิติกและกรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส จากนั้นจะนำน้ำมันเรพซีดที่ได้จากขั้นตอนแรกมาทำปฏิกิริยาเปิดวงอีพอกซีกับเอทิลีนไกลคอล โดยมีกรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ภายใต้สภาวะที่มีการแผ่รังสีของคลื่นไมโครเวฟ ผลิตภัณฑ์สุดท้ายที่ได้จะมีค่าไฮดรอกซิล 114-195 mgKOH/g จากนั้นจะนำเอาโพลีเอสเตอร์จากน้ำมันเรพซีดไปผสมกับสารประกอบไอโซไซยาเนตและสารเติมแต่งอื่นๆ เพื่อขึ้นรูปเป็นโพลีโพลียูรีเทน จากการทดลองพบว่าเมื่อนำโพลีเอสเตอร์จากธรรมชาติมาแทนที่โพลีเอสเตอร์จากกระบวนการทางปิโตรเลียมในการขึ้นรูปโพลีโพลียูรีเทนแบบยืดหยุ่น จะช่วยพัฒนาโครงสร้างของเซลล์และค่าความเครียดการบีบอัดของโพลีได้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงาน

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 5 ตำแหน่ง
2. เครื่องชั่งหยาบทศนิยม 3 ตำแหน่ง
3. ขวดก้นกลม (Round bottom flask)
4. กรวยแยก (Separation funnel)
5. เครื่องควบแน่น (Reflux condenser)
6. แม่แบบซิลิโคน (Silicone mold)
7. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (Temperature control)
8. เครื่องปั่นความเร็วสูง
9. ตู้ดูดควัน (Hood)
10. อ่างน้ำมัน (Oil bath)
11. เครื่องกวนสารให้ความร้อน (Hotplate stirrer)
12. เครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary evaporator)
13. เครื่องวัดความหนาแน่น (Densimeter)
14. เลนส์ไมโครสโคปกำลังขยาย 50 เท่า (Microscope lens 50x)
15. เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FTIR)

3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. โฟมด้า (Diphenylmethane diisocyanate, MDI)
2. น้ำมันถั่วเหลือง (Soybean oil)
3. กรดฟอร์มิกความเข้มข้น 99% (Formic acid 99%)
4. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้น 50% โดยน้ำหนัก (Hydrogen peroxide 50 %wt)
5. เมทานอล (Methanol)
6. โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium carbonate)
7. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Potassium hydroxide)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide)
9. น้ำกลั่น (Distillate water)
10. โทลูอีน (Toluene)
11. ไพริดีน (Pyridine)
12. แอซิติกแอนไฮไดรด์ (Acetic anhydride)

3.3 การเตรียมสาร

3.3.1 สารผสมเอพีที

นำโทลูอีนปริมาตร 200 มิลลิลิตร ไพริดีน 40 มิลลิลิตร และแอซิติกแอนไฮไดรด์ 60 มิลลิลิตร มาผสมกันแล้วเก็บไว้ในขวดแก้วสีชาที่มีจุกปิด

3.3.2 สารละลายโซเดียมคาร์บอเนตความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก

ชั่งผงโซเดียมคาร์บอเนตมา 6.0 กรัม ผสมกับน้ำกลั่น เติลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 200 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรแล้วเขย่าให้เข้ากัน

3.3.3 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์

ชั่งผงโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 กรัม ผสมกับน้ำกลั่น เติลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรแล้วเขย่าให้เข้ากัน

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

3.4.1 การเตรียมน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ (Epoxidized soybean oil, ESO)

1. ชั่งน้ำมันถั่วเหลือง กรดฟอร์มิกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ด้วยอัตราส่วน 1 : 2.64 : 8.9 โดยโมล แล้วนำน้ำมันถั่วเหลืองกับกรดฟอร์มิกเทใส่ขวดก้นกลม โดยสวมเครื่องควบแน่นตกกลับไว้ด้วย
2. นำสารผสมมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และปั่นกวนอย่างต่อเนื่อง โดยมีอ่างน้ำมันเป็นตัวให้ความร้อน
3. หยดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงไปในสารผสมของน้ำมันถั่วเหลืองและกรดฟอร์มิกอย่างช้าๆ แล้วทิ้งไว้ 3 ชั่วโมง
4. นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วล้างด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้งในกรวยแยก เพื่อล้างกรดฟอร์มิกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ยังเหลืออยู่ออกโดยไขเอาชั้นน้ำออก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. ไซ้ชั้นน้ำมันออกมาเพื่อนำไปประเหยน้ำที่ยังเหลืออยู่โดยใช้เครื่องระเหยแบบหมุน

3.4.2 การเตรียมโพลีเอสเตอร์จากน้ำมันถั่วเหลือง (Soybean oil-based polyol, SBOP)

1. นำกรดฟอร์มิกและเมทานอลมาใส่ในขวดก้นกลม แล้วให้ความร้อนที่ 65 องศาเซลเซียสและปั่นกวนอย่างต่อเนื่อง โดยสวมเครื่องควบแน่นตกกลับไว้ด้วย

2. นำน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์เทลงไปในสารผสมของเมทานอลและกรดฟอร์มิก แล้วทิ้งไว้ 30 นาที

3. นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วนำไปประเหยเมทานอลที่คงเหลือจากการทำปฏิกิริยาโดยใช้เครื่องระเหยแบบหมุน

4. นำสารผสมที่เหลือจากการระเหยเมทานอลมาทำให้เป็นกลางด้วยโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งค่าพีเอชของชั้นน้ำเท่ากับ 7

5. นำชั้นน้ำมันไปประเหยน้ำที่ยังเหลืออยู่ด้วยเครื่องระเหยแบบหมุน

3.4.3 การขึ้นรูปโฟมโพลียูรีเทน

1. นำโพลีเอสเตอร์จากน้ำมันถั่วเหลืองมาผสมกับสารประกอบไอโซไซยาเนตแล้วปั่นกวนด้วยความเร็วสูงจนกระทั่งสารผสมเกิดเป็นเนื้อครีม

3. นำสารผสมเทลงในแม่แบบอย่างรวดเร็ว แล้วปล่อยให้โฟมฟูขึ้นในสภาวะปกติ (อุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ)

4. ทิ้งโฟมไว้ที่อุณหภูมิห้อง นานประมาณ 24 ชั่วโมง แล้วจึงเอาโฟมออกจากแม่แบบเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

3.4.4 การวิเคราะห์คุณลักษณะของโพลีเอสเตอร์จากน้ำมันถั่วเหลืองและโฟมโพลียูรีเทน

1. วิเคราะห์ค่าไฮดรอกซิลและค่าความเป็นกรดของโพลีเอสเตอร์จากน้ำมันถั่วเหลือง

2. วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์และโพลีเอสเตอร์สังเคราะห์มาจากน้ำมันถั่วเหลืองด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) ด้วยโหมด ATR

3. วิเคราะห์และเปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างและรูปร่างของโฟมโพลียูรีเทนที่สังเคราะห์มาจากวัสดุทางธรรมชาติและจากวัสดุจากปิโตรเลียมด้วยเลนส์กล้องขยาย 50 เท่า

4. วิเคราะห์ความหนาแน่นของโฟมด้วยเครื่องวัดความหนาแน่น (Densimeter)

บทที่ 4

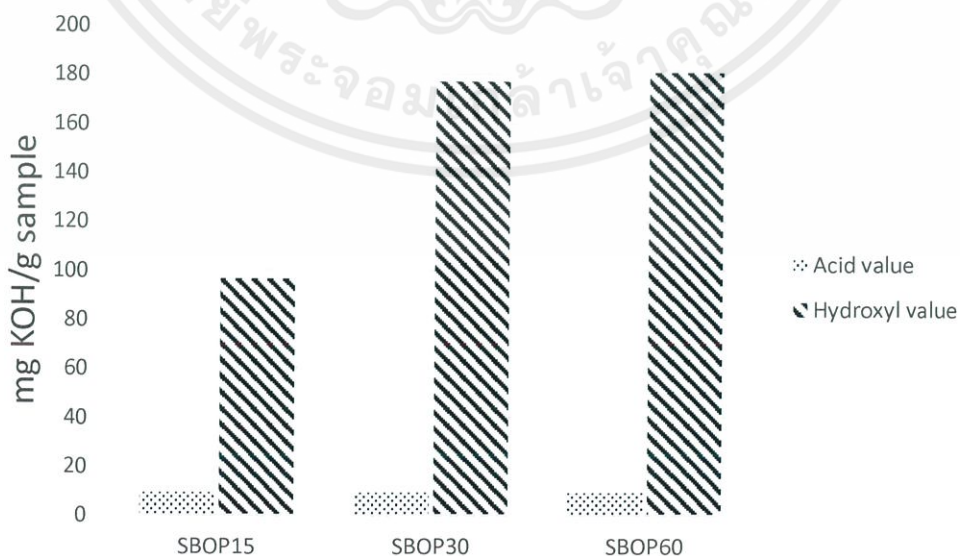
ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์ผล

รายงานการศึกษานี้ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์โพลีเอสเตอร์จากน้ำมันถั่วเหลืองและนำโพลีเอสเตอร์ไปหาค่าไฮดรอกซิล (Hydroxyl value) ค่าความเป็นกรด (Acid value) และนำไปวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของโพลีเอสเตอร์ที่มาจากน้ำมันถั่วเหลืองเพื่อเปรียบเทียบกับน้ำมันถั่วเหลืองด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FTIR) จากนั้นนำโพลีเอสเตอร์ที่ได้จากน้ำมันถั่วเหลืองไปผสมกับสารประกอบไอโซไซยานาตเพื่อขึ้นรูปเป็นโพลียูรีเทน แล้วนำไปวิเคราะห์หาความหนาแน่นด้วยเครื่องวัดความหนาแน่น (Densimeter) และวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างและรูปร่างของโพลียูรีเทนเพื่อศึกษาผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาการเปิดวงอีพอกซี

4.1 ผลการศึกษาค่าไฮดรอกซิลและค่าความเป็นกรดของโพลีเอสเตอร์

นำโพลีเอสเตอร์ที่สังเคราะห์มาจากน้ำมันถั่วเหลืองมาวิเคราะห์หาค่าความเป็นกรดและค่าไฮดรอกซิลเพื่อเปรียบเทียบค่าความเป็นกรดและหมู่ไฮดรอกซิลที่จะทำปฏิกิริยากับไอโซไซยานาตของโพลีเอสเตอร์แต่ละชนิด ได้ผลดังภาพที่ 4.1

โดยที่ SBOP15	คือ	โพลีเอสเตอร์ที่ใช้เวลาทำปฏิกิริยาเปิดวงอีพอกซี 15 นาที
SBOP30	คือ	โพลีเอสเตอร์ที่ใช้เวลาทำปฏิกิริยาเปิดวงอีพอกซี 30 นาที
SBOP60	คือ	โพลีเอสเตอร์ที่ใช้เวลาทำปฏิกิริยาเปิดวงอีพอกซี 60 นาที



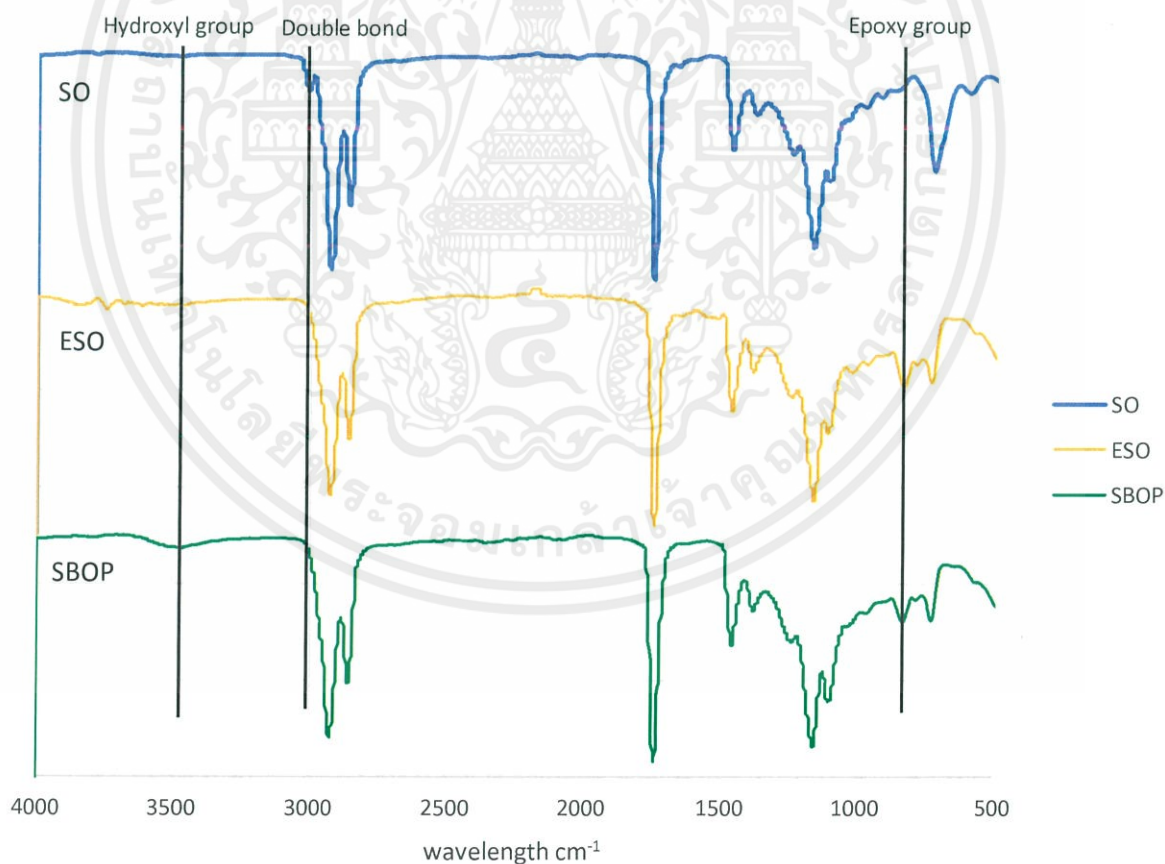
ภาพที่ 4.1 ค่าความเป็นกรดและค่าไฮดรอกซิลของโพลีเอสเตอร์ทั้ง 3 ชนิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากภาพที่ 4.1 จะเห็นว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาการเปิดวงอีพอกซีด้วยเมทานอล จาก 15 นาที ไปเป็น 30 นาที ค่าไฮดรอกซิลของโพลีออลจะมีค่าเพิ่มขึ้นและเริ่มคงที่เมื่อเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 30 นาที แสดงว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาจะทำให้เมทานอลสามารถเปิดวงอีพอกซีได้มากขึ้น แต่ค่าไฮดรอกซิลก็ยังเป็นค่าที่น้อยเมื่อเทียบกับโพลีออลที่มาจากกระบวนการทางปิโตรเลียม (สำหรับโพลีโพลียูรีเทนแบบแข็ง โพลีออลที่มาจากกระบวนการทางปิโตรเลียมจะมีค่าไฮดรอกซิลประมาณ 350-560 มิลลิกรัมโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์/กรัม) เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาการเปิดวงอีพอกซีที่ไม่สมบูรณ์ และค่าความเป็นกรดจะมีค่าใกล้เคียงกัน เนื่องจากเป็นธรรมชาติของสารตั้งต้น

4.2 ผลการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของโพลีออลเปรียบเทียบกับน้ำมันถั่วเหลือง

เมื่อนำโพลีออลที่สังเคราะห์มาจากน้ำมันถั่วเหลืองไปทำการวิเคราะห์เพื่อหาหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานซฟอร์อมอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (FTIR) ได้ผลดังภาพที่ 4.2



ภาพที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของโพลีออลที่สังเคราะห์มาจากน้ำมันถั่วเหลือง

จากภาพที่ 4.2 จะเห็นได้ว่า เมื่อนำโพลีเอสเตอร์ที่สังเคราะห์มาจากน้ำมันถั่วเหลือง (SO) ไปทำการทดสอบด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (FTIR) พันธะคู่ของน้ำมันถั่วเหลืองที่ 3007.21 cm^{-1} จะหายไปและจะเกิดพีคของหมู่เอพอกซีที่ 830.16 cm^{-1} หลังจากการทำปฏิกิริยาเอพอกซีเดชันเรียบร้อยแล้วจะได้น้ำมันถั่วเหลืองเอพอกซีไดซ์ (ESO) และเมื่อนำน้ำมันถั่วเหลืองเอพอกซีไดซ์ไปทำปฏิกิริยาการเปิดวงเอพอกซีด้วยเมทานอลจะได้โพลีเอสเตอร์ที่มาจากน้ำมันถั่วเหลือง (SBOP) และเกิดพีคของหมู่ไฮดรอกซิลที่ 3467.53 cm^{-1} ซึ่งหมายความว่าเมทานอลไปทำปฏิกิริยากับน้ำมันถั่วเหลืองเอพอกซีไดซ์ โดยการแตกวงเอพอกซี แล้วเกิดหมู่ไฮดรอกซิลขึ้นมา แต่เมื่อสังเกตความลึกของพีคจะไม่ลึกมากและพีคของหมู่เอพอกซีก็ยังอยู่ แสดงว่าเมทานอลสามารถเปิดวงเอพอกซีได้น้อย อาจจะเนื่องมาจากการเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของเมทานอล ทำให้ปริมาณของเมทานอลที่ทำหน้าที่เปิดวงเอพอกซีมีน้อยลง

4.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของโพลีเอสเตอร์

4.3.1 ความหนาแน่นของโพลีเอสเตอร์

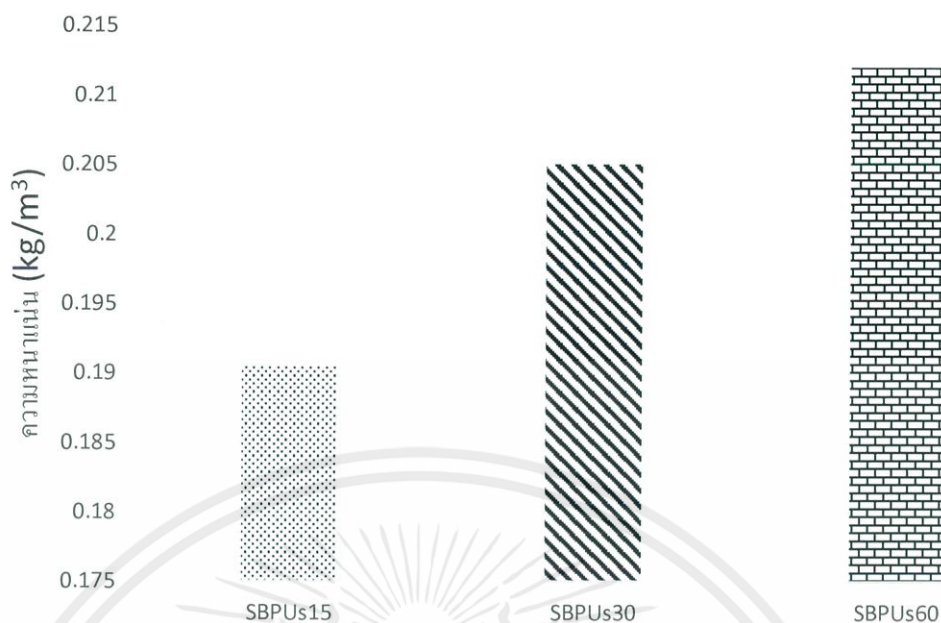
เป็นการวิเคราะห์หาความหนาแน่นของโพลีเอสเตอร์โดยจะตัดโพลีเอสเตอร์ออกมาเพื่อวัดความหนาแน่นตามตำแหน่งต่างๆ แล้วหาค่าเฉลี่ยความหนาแน่นของโพลีเอสเตอร์

โดยที่ SBPU _s 15	คือ	โพลีเอสเตอร์ที่มาจาก SBOP15
SBPU _s 30	คือ	โพลีเอสเตอร์ที่มาจาก SBOP30
SBPU _s 60	คือ	โพลีเอสเตอร์ที่มาจาก SBOP60

ตารางที่ 4.1 ความหนาแน่นของ SBPU_s

ตัวอย่าง	ความหนาแน่นเฉลี่ย (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)
SBPU _s 15	0.1905
SBPU _s 30	0.2050
SBPU _s 60	0.2120

จากตารางที่ 4.1 จะสามารถนำมาทำเป็นกราฟเพื่อสังเกตความแตกต่างระหว่างความหนาแน่นของโพลีเอสเตอร์ทั้ง 3 ชนิดได้ ดังภาพที่ 4.3

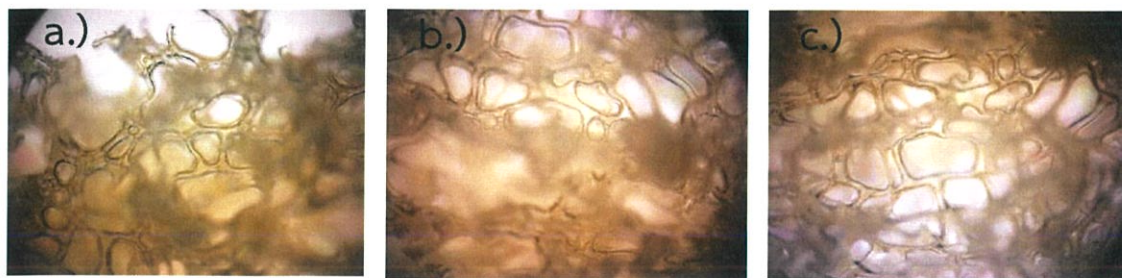


ภาพที่ 4.3 การเปรียบเทียบความหนาแน่นระหว่างโฟมโพลียูรีเทนที่ขึ้นรูปมาจากโพลีเอทิลีนทั้ง 3 ชนิด

จากภาพที่ 4.3 จะเห็นว่าค่าความหนาแน่นของโฟมโพลียูรีเทนทั้ง 3 ชนิด มีค่าใกล้เคียงกัน คือ 0.1905 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร สำหรับโฟมโพลียูรีเทนที่มาจาก SBOP15 0.2050 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร สำหรับโฟมโพลียูรีเทนที่มาจาก SBOP30 และ 0.2120 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร สำหรับโฟมโพลียูรีเทนที่มาจาก SBOP60 ซึ่งค่าความหนาแน่นของโฟมโพลียูรีเทนไม่ได้อยู่ในช่วงที่ยอมรับได้ (โฟมโพลียูรีเทนส่วนใหญ่ที่ใช้งานกันจะมีความหนาแน่นอยู่ในช่วง 0.030-0.050 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร) เนื่องจากยังไม่ได้ใส่สารเติมแต่ง เช่น ตัวเร่งปฏิกิริยา สารลดแรงตึงผิวและสารขยายโซ่ เป็นต้น เพื่อปรับปรุงคุณภาพของโฟมให้ดีขึ้น

4.3.2 ลักษณะโครงสร้างและรูปร่างของโฟมโพลียูรีเทน

เป็นการทดสอบสัญญาณวิทยาของโฟมโพลียูรีเทน เพื่อสังเกตฟั้วผิวและลักษณะเซลล์ของโฟมโพลียูรีเทน โดยนำโฟมไปส่องด้วยกล้องไมโครสโคป กำลังขยาย 50 เท่า ซึ่งได้ผลการทดสอบดังภาพที่ 4.4



ภาพที่ 4.4 ลักษณะพื้นผิวของ a.) SBPU15 b.) SBPU30 และ c.) SBPU60

จากภาพที่ 4.4 แสดงให้เห็นถึงลักษณะพื้นผิวของโพลียูรีเทนเมื่อนำไปส่องด้วยกล้องไมโครสโคป เห็นได้ว่าลักษณะพื้นผิวของ SBPU15 SBPU30 และ SBPU60 มีลักษณะและการกระจายตัวใกล้เคียงกันและเป็นโพลีที่มีชนิดของเซลล์เป็นเซลล์เปิดเหมือนกัน จึงส่งผลให้ความหนาแน่นของโพลียูรีเทนทั้ง 3 ชนิดมีความใกล้เคียงกัน



บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาแนวทางในการสังเคราะห์โพลีออลจากวัสดุธรรมชาติโดยใช้น้ำมันถั่วเหลืองเกรดการค้า โดยใช้ปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และการเปิดวงออกซิเรนด้วยเมทานอลที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 30 และ 60 นาที และศึกษาค่าความเป็นกรดและค่าไฮดรอกซิลของโพลีออลที่สังเคราะห์มาจากน้ำมันถั่วเหลือง พบว่าจากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (FTIR) แสดงให้เห็นว่าสามารถใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก มาทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันให้พันธะคู่ของน้ำมันถั่วเหลืองกลายเป็นวงออกซิเรนได้อย่างสมบูรณ์ และเมื่อนำเมทานอลมาทำปฏิกิริยาการเปิดวงออกซิเรน พบว่าจะเกิดหมู่ไฮดรอกซิลบางส่วนเท่านั้นและยังเหลือหมู่อีพอกซิอยู่ และเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาการเปิดวงออกซิเรนจะทำให้เมทานอลกับหมู่ไฮดรอกซิลทำปฏิกิริยากันได้ดีขึ้น ส่งผลให้ค่าไฮดรอกซิลมีค่าเพิ่มขึ้น แต่จะเริ่มคงที่เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที

จากการศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพของโพลีโพลียูรีเทนที่สังเคราะห์มาจากโพลีออลที่มาจากน้ำมันถั่วเหลือง จะพบว่าความหนาแน่นของโพลีโพลียูรีเทนที่ขึ้นรูปมาจากโพลีออลทั้ง 3 ชนิด มีค่าใกล้เคียงกัน อยู่ในช่วง 0.183 – 0.213 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร และมีรูปร่างของเซลล์และลักษณะพื้นผิวเป็นเซลล์เปิดเหมือนกัน ดังนั้นจึงสรุปว่าเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาการเปิดวงออกซิเรนไม่ส่งผลต่อคุณสมบัติทางกายภาพ (ความหนาแน่น ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างของเซลล์) ของโพลีโพลียูรีเทน

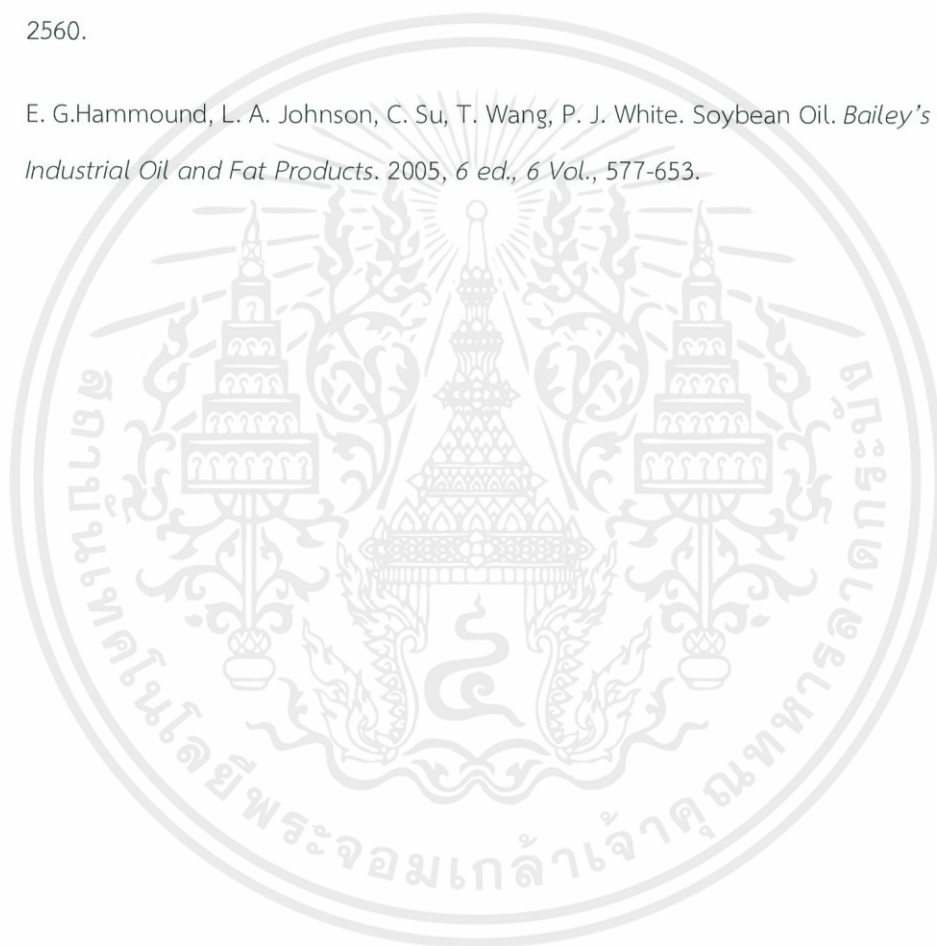
5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาอัตราส่วนของสารผสมระหว่างน้ำและเมทานอลที่ใช้เป็นตัวเปิดวงอีพอกซิของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซิไดซ์
2. ศึกษาวิธีการสังเคราะห์โพลีออลจากน้ำมันพืชภายในขั้นตอนเดียว
3. เปรียบเทียบคุณสมบัติของโพลีโพลียูรีเทนที่สังเคราะห์มาจากโพลีออลจากน้ำมันถั่วเหลืองกับโพลีที่ขึ้นรูปจากโพลีออลทั่วไป

บรรณานุกรม

- [1] A. Mosiewicki, G.A. Dell'arciprete, M.J. Aranguren, N.E. Marcovich. Polyurethane foams obtained from castor oil-based polyol and filled with wood flour. *J. Comp. Mat.* 2009, 43 (25), 3057.
- [2] D. Ji, Z. Fang, W. He, Z. Luo, X. Jiang, T. Wang. Polyurethane rigid foams from different soy-based polyols by the ring opening of epoxidized soybean oil with methanol, phenol and cyclohexane. *Industrial Crops and Products.* 2015, 74, 76-82.
- [3] A. S. A. Hazmi, M. M. Aung, L. C. Abdullah, M. Z. Salleh, M. H. Mahmood. Production Jatropha oil-based polyol via epoxidation and ring opening. *Industrial Crops and Products.* 2013, 50, 563-567.
- [4] J. Zhang, J. J. Tang, J. X. Zhang. Polyols prepared from ring-opening epoxidized soybean oil by a castor oil-based fatty diol. *International Journal of Polymer Science.* 2015, 529235, 8.
- [5] X. Junming, J. Jianchun, L. Jing. Preparation of polyester polyols from unsaturated fatty acid. *Journal of Applied Polymer Science.* 2012, DOI 10.1002, app.36740.
- [6] P. Saithai, J. Lecomte, E. Dubreucq, V. Tanrattanakul. Effect of different epoxidation methods of soybean oil on the characteristics of acrylated epoxidized soybean oil-co-poly(methyl methacrylate) copolymer. *eXPRESS Polymer Letters.* 2013, Vol.7 No.11, 910-924.
- [7] S. Dworakowska, D. Bogdal, A. Prociak. Microwave-assisted synthesis of polyol from rapeseed oil and properties of flexible polyurethane foams. *Polymers.* 2012, 4, 1462-1477.
- [8] พี.ยู.โฟม อินซูเลชัน แอนด์ ซัพพลาย. 2559. โพลียูรีเทนโฟม (Polyurethane foam). (ออนไลน์). แหล่งที่มา: <http://www.pufoam.co.th>. 15 พฤศจิกายน 2559.
- [9] American Chemistry Council. 2016. Introduction to Polyurethane. (Online). Available: <https://polyurethane.americanchemistry.com/Introduction-to-Polyurethanes>. 15 November 2016.

- [10] Kaneyoshi Ashida. 2007. Polyurethane and Related Foams Chemistry and Technology. New York: Taylor & Francis.
- [11] Food Network Solution. 2017. Vegetable oil. (Online). Available: <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/1653/vegetable-oil-น้ำมันพืช>, 14 May 2017.
- [12] LOVEFIT. 2017. การเลือกใช้น้ำมันในการประกอบอาหาร. (ออนไลน์). แหล่งที่มา: <http://www.lovefitt.com/healthy-fact/การเลือกใช้น้ำมันในการประกอบอาหาร>. 14 พฤษภาคม 2560.
- [13] E. G.Hammond, L. A. Johnson, C. Su, T. Wang, P. J. White. Soybean Oil. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*. 2005, 6 ed., 6 Vol., 577-653.





เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง



ภาพที่ ก.1 ชุดการทดลองการทำปฏิกิริยา



ภาพที่ ก.2 ปั๊มสุญญากาศ (Vacuum pump)

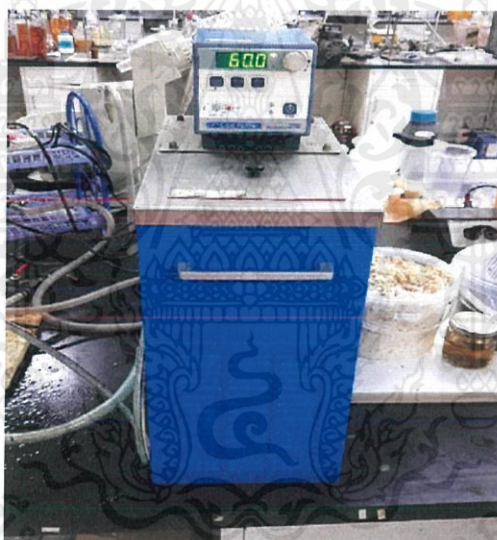


ภาพที่ ก.3 เครื่องวัดความหนาแน่น (Densimeter)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ ก.4 เครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary evaporator)



ภาพที่ ก.5 เครื่องทำความเย็น (Chiller)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ ก.6 เครื่องชั่งแบบละเอียดเทคนิค 5 ตำแหน่ง



ภาพที่ ก.7 กรวยแยก (Separation funnel)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การคำนวณที่เกี่ยวข้องกับการทดลอง

ข.1 การคำนวณหาค่าความเป็นกรด (Acid value)

การหาค่าความเป็นกรดสามารถหาได้จากการไทเทรตกรดด้วยเบสจนถึงจุดยุติ ในการทดลองนี้จะใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.25 โมลาร์ เป็นตัวไทเทรนต์ (titrant) โดยมีฟีนอล์ฟทาเลอินเป็นตัวอินดิเคเตอร์ ซึ่งการไทเทรตสารประกอบของน้ำมันจะใช้ไอโซโพรพานอล (IPA) เป็นตัวทำละลาย โดยที่ค่าความเป็นกรดจะบ่งบอกในหน่วย มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์/กรัมของสารตัวอย่าง

$$\text{จาก } \text{Acid value} = \frac{A \times M \times 56.0}{W}$$

กำหนด A คือ ปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ (มิลลิลิตร)

M คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมลาร์)

W คือ น้ำหนักของสารตัวอย่าง (กรัม)

ที่ SBOP60 สามารถคำนวณหาค่าความเป็นกรดได้ดังนี้

เมื่อ	A	เท่ากับ	0.5	มิลลิลิตร
	M	เท่ากับ	0.25	โมลาร์
	W	เท่ากับ	0.75358	กรัม

$$\text{Acid value} = \frac{0.5 \times 0.25 \times 56.0}{0.75358} = 9.2890 \frac{\text{mg KOH}}{\text{g sample}}$$

ข.2 การคำนวณหาค่าไฮดรอกซิล (Hydroxyl value)

การหาค่าไฮดรอกซิลหาได้จากการไทเทรตโดยใช้สารผสมเอ.พี.ที. (A.P.T.) ซึ่งเป็นสารผสมของโทลูอีน ไพริดีนและแอสติคแอนไฮไดรด์ เป็นตัวทำละลาย และใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.9 โมลาร์ เนตัวไทเทรนต์ โดยมีฟีนอล์ฟทาเลอินเป็นอินดิเคเตอร์ ซึ่งขั้นตอนก่อนการไทเทรตต้องปิเปตสารผสมเอ.พี.ที. ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ลงไปในสารตัวอย่างแล้วนำไปให้ความร้อนด้วยอ่างน้ำร้อนที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นใส่น้ำกลั่นปริมาณ 25 มิลลิลิตร เพื่อ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทำปฏิกิริยากับกรดแอสติคที่เหลือ ซึ่งขั้นตอนการไทเทรตต้องเขย่าแรงๆ ให้กรดที่อยู่ชั้นบนของโทลูอินได้ทำปฏิกิริยาด้วย และต้องทำตัวมาตรฐานมาไทเทรตด้วย (ไม่ต้องใส่สารตัวอย่าง) โดยที่ค่าไฮดรอกซิลจะบ่งบอกในหน่วย มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์/กรัมของสารตัวอย่าง

$$\text{จาก} \quad \text{Hydroxyl value} = \frac{(B-A) \times M \times 56.0}{W}$$

กำหนด B คือ ปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรตตัวมาตรฐาน (มิลลิลิตร)

A คือ ปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ (มิลลิลิตร)

M คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมลาร์)

W คือ น้ำหนักของสารตัวอย่าง (กรัม)

ที่ SBOP60 สามารถคำนวณหาค่าไฮดรอกซิลได้ดังนี้

$$\begin{aligned} \text{Hydroxyl value} &= \frac{(53.0 - 49.4) \times 0.9 \times 56.0}{1.0053} \\ &= 180.4834 \frac{\text{mg KOH}}{\text{g sample}} \end{aligned}$$



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข้อมูลดิบ

ค.1 ค่าความเป็นกรดและค่าไฮดรอกซิลของโพลีออลทั้ง 3 ชนิด

ตารางที่ ค.1 ปริมาณของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และน้ำหนักของสารตัวอย่างที่ใช้

ตัวอย่าง	ค่าความเป็นกรด		ค่าไฮดรอกซิล	
	ปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ (มิลลิลิตร)	น้ำหนักของสารตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ (มิลลิลิตร)	น้ำหนักของสารตัวอย่าง (กรัม)
SBOP15	0.5	0.75700	51.1	0.99510
SBOP30	0.5	0.75743	49.5	0.99880
SBOP60	0.5	0.75358	49.4	1.00530

ตารางที่ ค.2 ค่าความเป็นกรดและค่าไฮดรอกซิลของโพลีออลทั้ง 3 ชนิด

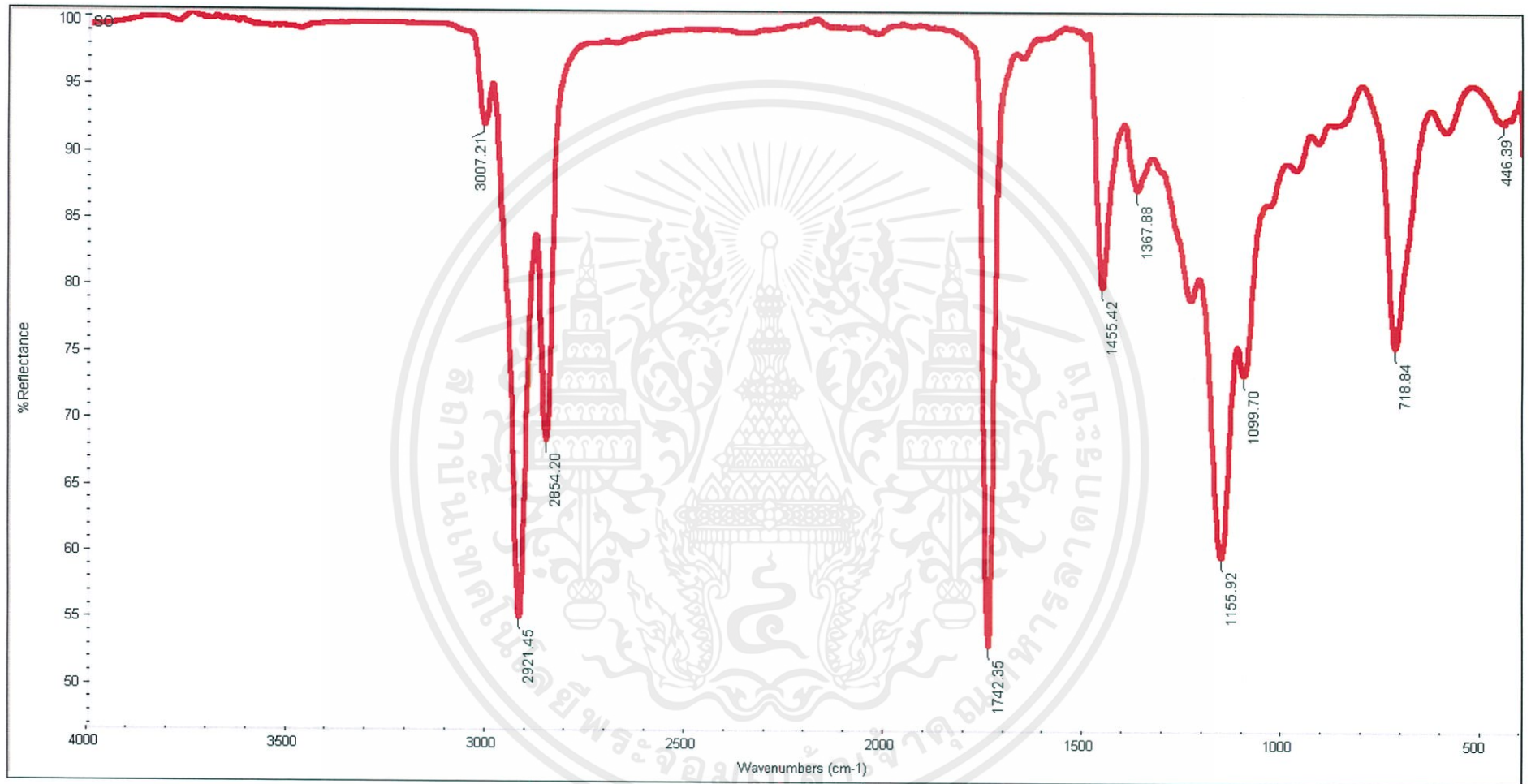
ตัวอย่าง	ค่าความเป็นกรด	ค่าไฮดรอกซิล
SBOP15	9.25	96.23
SBOP30	9.22	176.61
SBOP60	9.29	180.48

ตารางที่ ค.3 ความหนาแน่นของโพรพิลยูรีเทน

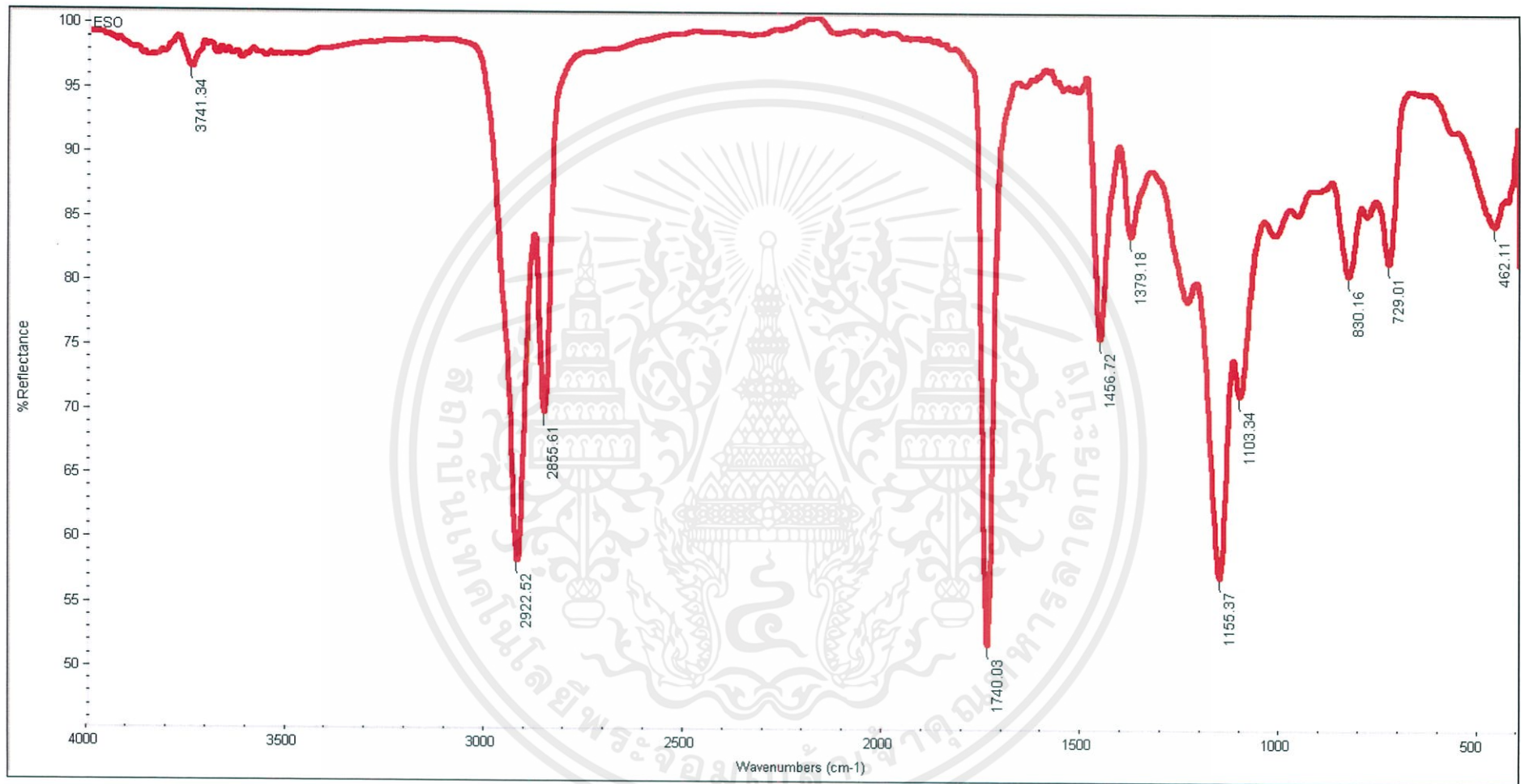
ตัวอย่าง	ความหนาแน่น (กิโลกรัม/ลูกบาศก์เมตร)		ความหนาแน่นเฉลี่ย (กิโลกรัม/ลูกบาศก์เมตร)
	0.1850	0.1960	
SBOP15	0.1850	0.1960	0.1905
SBOP30	0.2000	0.1970	0.2050
SBOP60	0.2240	0.2130	0.2120

ค.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารแต่ละชนิด

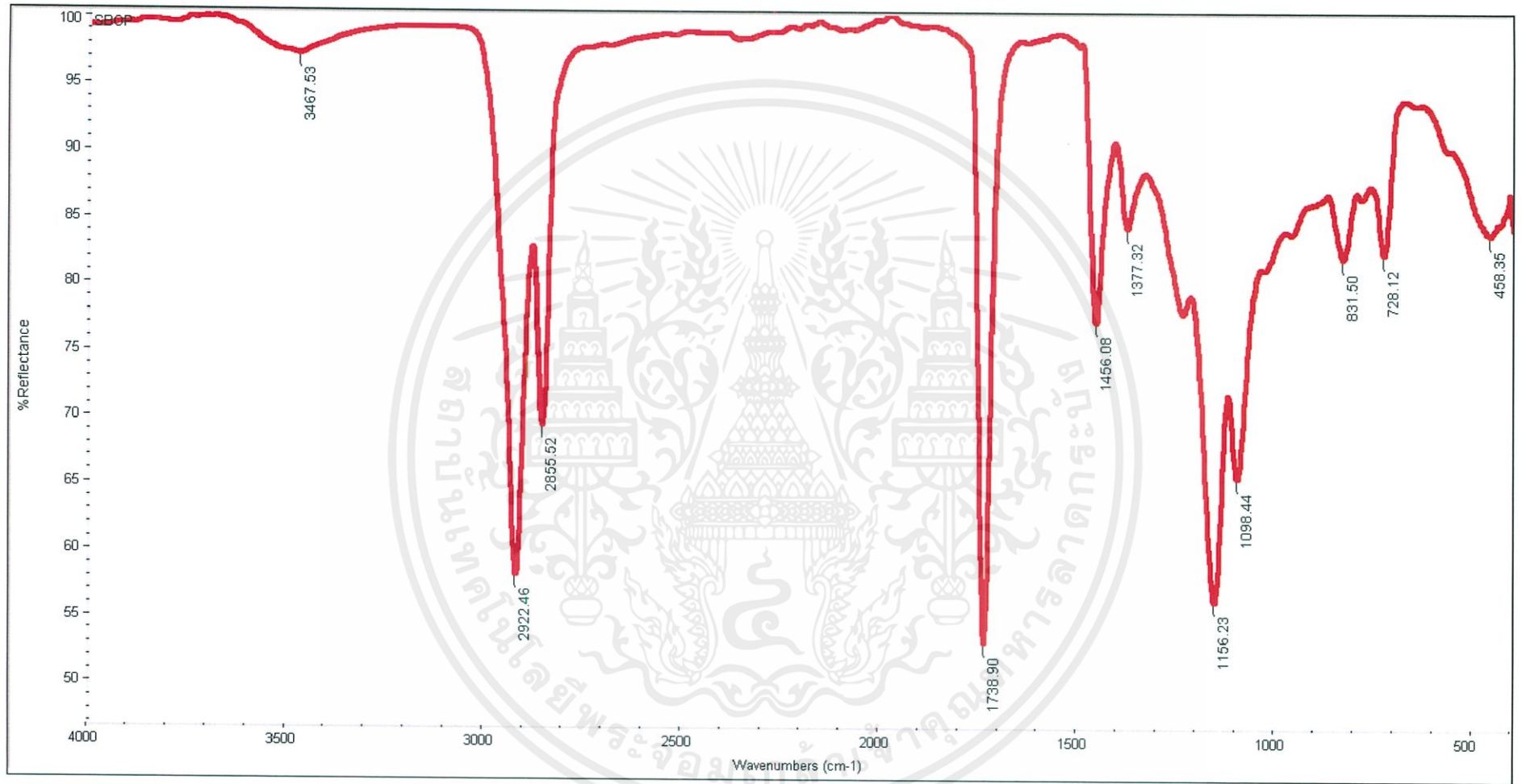
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ ค.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของน้ำมันถั่วเหลือง (SO)



ภาพที่ ค.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซีไดซ์ (ESO)



ภาพที่ ค.3 อินฟราเรดสเปกตรัมของโพลีเอสเตอร์ที่มาจากน้ำมันถั่วเหลือง (SBOP)