

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 การเตรียมสารประกอบพอลิออกไซด์จากน้ำมันปาล์ม

3.1.1 สารเคมี

1. น้ำมันปาล์ม
2. เพนตะอริทริทอล (pentaerythritol)
3. แคลเซียมออกไซด์ (calcium oxide)

หมายเหตุ

น้ำมันปาล์มได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท มรกตอินดัสตรี จำกัด ซึ่งมีสมบัติดังนี้

ค่าของกรด	2
ค่าไอโอดีน (iodine value)	52
ความถ่วงจำเพาะ	0.907

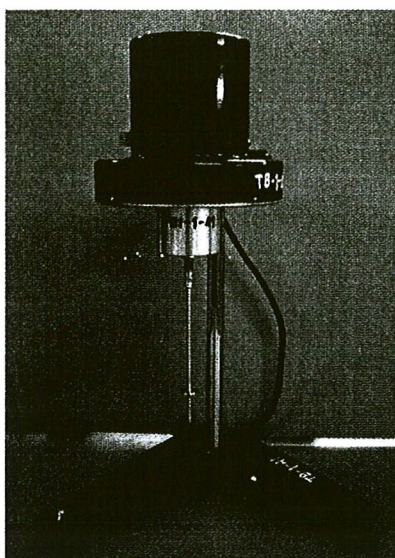
เพนตะอริทริทอลได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท สยามเคมีคอลอินดัสตรี จำกัด

3.1.2 อุปกรณ์

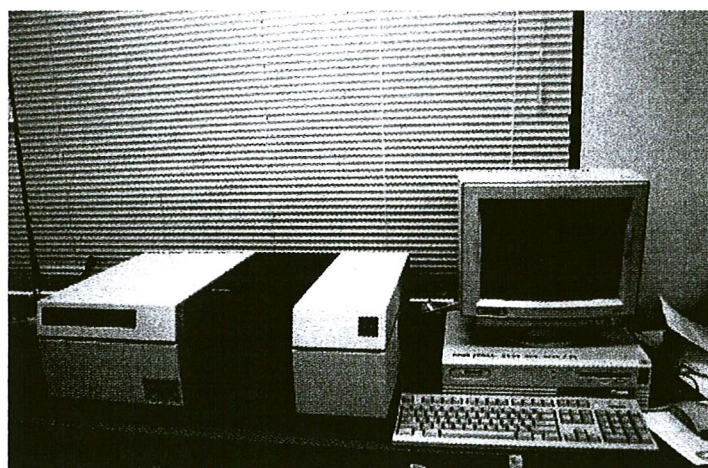
1. ขวดก้นกลม 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร
2. เครื่องกวนเชิงกล
3. เทอร์โมมิเตอร์ (0-300°C)
4. เครื่องควบแน่น
5. ท่อนำแก๊สไนโตรเจน
6. เตาให้ความร้อน
7. ตัวคักน้ำ

3.1.3 เครื่องทดสอบ

1. เครื่องวัดความหนืดแบบบรู๊คฟิลด์ (Brook field viscometer) รุ่น RVT (รูปที่ 3.1)
2. ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR) รุ่น Perkin Elmer System 2000-FTIR (รูปที่ 3.2)



รูปที่ 3.1 เครื่องวัดความหนืดแบบบรู๊กฟิลด์

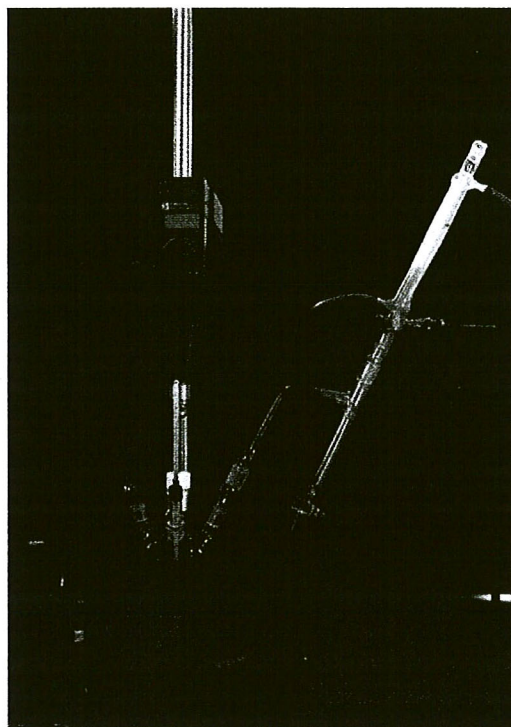


รูปที่ 3.2 ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

3.1.4 วิธีทดลอง

1. ใส่น้ำมันปาล์ม 200 กรัม ลงในขวดก้นกลม 4 คอ (อุปกรณ์ที่ใช้ตัดแปรรูปน้ำมันปาล์มแสดงไว้ในรูปที่ 3.3) ปั่นกวนที่ความเร็ว 500 รอบ/นาที ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน และให้ความร้อนจนกระทั่งอุณหภูมิถึง 150°C
2. เติมน้ำมันพืชอีริทริทอล 89 กรัม และให้ความร้อนจนกระทั่งอุณหภูมิถึง 200°C
3. เติมน้ำมันเมล็ดทานตะวัน 0.15 กรัม และให้ความร้อนจนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 245°C
4. ปั่นกวนของผสมตลอดเวลาภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน โดยให้อุณหภูมิของผสมคงที่เป็นเวลา 90 นาที

5. นำของผสมที่ได้ 1 ส่วน มาทดสอบการละลายในเอทานอล 3 ส่วน จนกระทั่งเกิดการละลายอย่างสมบูรณ์จึงลดความร้อนลงภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน พร้อมทั้งกวนของผสมตลอดเวลา จนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้อง



รูปที่ 3.3 อุปกรณ์ที่ใช้ตัดแปรร้าน้ำมันปาล์ม

6. นำน้ำมันปาล์มที่ผ่านการตัดแปรร้านแล้วไปหาความหนืดและค่าไฮดรอกซิล (OHV) ตามมาตรฐาน ASTM D4274 เพื่อหาปริมาณหมู่ไฮดรอกซิลที่มีอยู่ในพอลิออล

3.2 การสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็ง

3.2.1 สารเคมี

1. พอลิออลที่ได้จากการตัดแปรร้านน้ำมันปาล์ม
2. น้ำ
3. พอลิเมอร์ MDI (Polymeric diphenyl methane diisocyanate)
4. N,N-ไดเมทิลไซโคลเฮกซิลามีน (N,N-Dimethylcyclohexylamine, DMCHA) ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
5. พอลิไดเมทิลซิลอกเซน (Polydimethylsiloxane, PDMS) ใช้เป็นสารลดแรงตึงผิว

หมายเหตุ

พอลิเมอริก MDI ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท สยามเคมีคอลอินดัสตรี จำกัด ซึ่งมีสมบัติดังนี้

จุดเดือด (initial boiling point)	190°C ที่ 5 mmHg
ค่าไอโซไซยานต (isocyanate value)	31.4 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก
ความหนาแน่น	1.22
จุดวาบไฟ (flash point)	มากกว่า 200

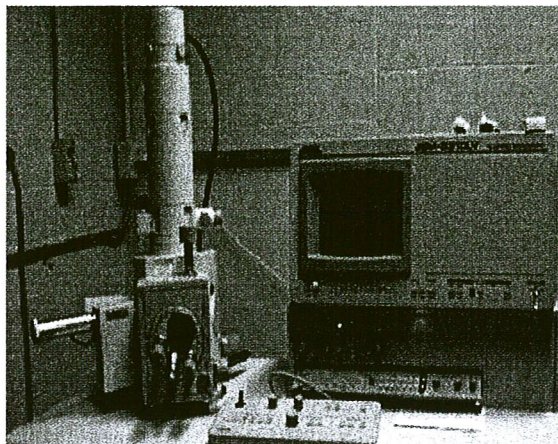
N,N-ไดเมทิลไซโคลเฮกซิลามีน ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทเซาท์ซี้ จำกัด
พอลิไดเมทิลซิลลอกเซน ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท ทีพีไอ จำกัด

3.2.2 อุปกรณ์

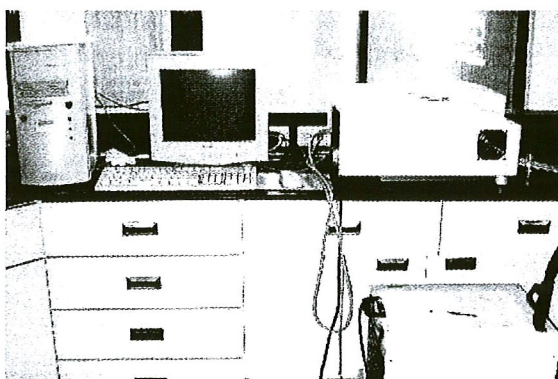
1. ปีกเกอร์
2. แม่แบบกระดาษ
3. เครื่องกวนเชิงกล

3.2.3 เครื่องทดสอบ

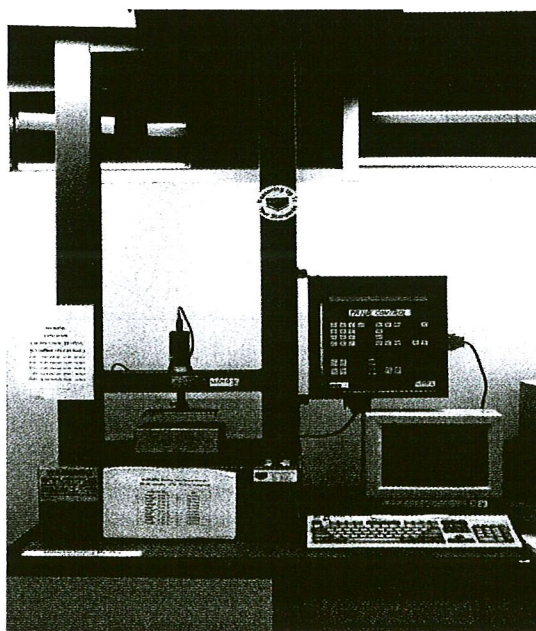
1. ฟูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrophotometer : FTIR) รุ่น Perkin Elmer System 2000-FTIR
2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) รุ่น Jeol JSM-5900LV (รูปที่ 3.4)
3. เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริเมทรี (Differential scanning calorimetry: DSC) รุ่น Mettler Toledo DSC 822° (รูปที่ 3.5)
4. Instron universal testing machine รุ่น L500 ของ Lloyd (รูปที่ 3.6)
5. เทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer: TGA) รุ่น Mettler Toledo TGA/ SDTA 851° (รูปที่ 3.7)



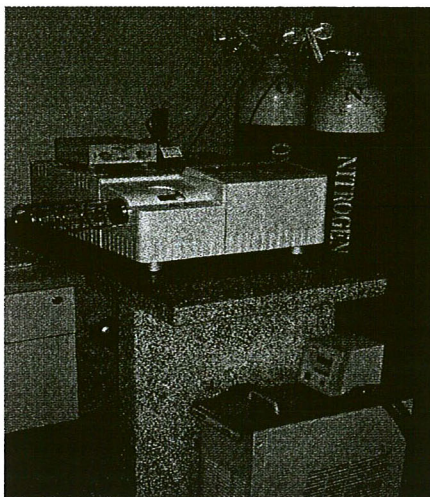
รูปที่ 3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูปที่ 3.5 ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์



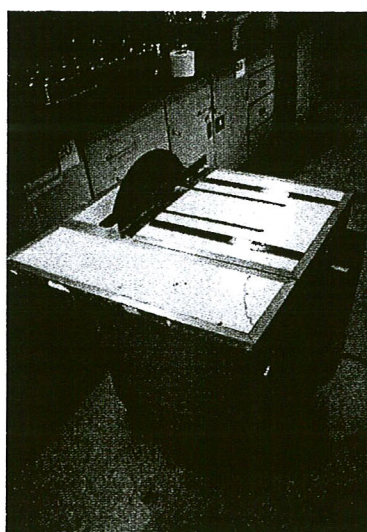
รูปที่ 3.6 เครื่อง Universal Testing Machine



รูปที่ 3.7 เทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์

3.2.4 วิธีทดลอง

1. นำพอลิออลที่ได้จากการตัดแปรน้ำมันปาล์ม น้ำ พอลิเมอริก MDI และ N,N-ไดเมทิลไฮดรอกซีลากลามีน มาผสมที่อัตราส่วนต่างๆ กัน ดังแสดงในตารางที่ 3.1
2. กวนของผสมด้วยเครื่องกวนเชิงกลที่ความเร็ว 1,000 รอบ/นาที เป็นเวลา 1 นาที
3. ในระหว่างที่ปั่นกวน ให้เติมพอลิเมอริก MDI ดังอัตราส่วนที่แสดงในตารางที่ 3.1
4. เทของผสมที่ได้ลงแม่แบบที่ทำจากกระดาษเมื่อโฟมเริ่มฟูตัว
5. วัดเวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมเริ่มฟู (cream time) และวัดเวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมขยายตัวเต็มที่ (rise time)
6. ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 วัน จากนั้นนำไปตัด และตรวจสอบผลิตภัณฑ์ที่ได้



รูปที่ 3.8 เครื่องตัดโฟม

หมายเหตุ

Cream time หมายถึง ระยะเวลาที่ผ่านไปตั้งแต่เริ่มผสมโฟมจนกระทั่งมองเห็นการเปลี่ยนแปลง หรือระยะเวลาที่เกิดการเพิ่มขึ้นของความหนืดและปริมาตรของโฟม [5] ซึ่งในที่นี้ หมายถึง เวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมเริ่มฟูตัว โดยเริ่มจับเวลาหลังจากที่เติมไอโซไซยานาตลงในของผสม และเมื่อสังเกตเห็นว่าโฟมเริ่มเกิดการฟูตัวจึงหยุดจับเวลา

Rise time หมายถึง ช่วงเวลาดังแต่เริ่มผสมโฟมจนกระทั่งโฟมเกิดการขยายตัวเต็มที่ [20] ซึ่งในที่นี้หมายถึง เวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมขยายตัวเต็มที่ โดยเริ่มจับเวลาหลังจากที่เติมไอโซไซยานาตลงในของผสม และเมื่อสังเกตเห็นว่าโฟมหยุดการฟูตัวจึงหยุดจับเวลา

ตารางที่ 3.1 สูตรที่ใช้ในการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็ง

สูตร	MDI (กรัม)	พอลิออก (กรัม)	น้ำ (กรัม)	N,N-ไดเมทิลไฮโดรเจนซัลไฟต์ (กรัม)	ไดเมทิลซิลอกเซน (กรัม)
1	60	40	1.2	0.1	1
2	60	40	1.2	0.2	1
3	60	40	1.2	0.3	1
4	60	40	1.2	0.4	1
5	60	40	1.2	0.1	2
6	60	40	1.2	0.2	2
7	60	40	1.2	0.3	2
8	60	40	1.2	0.4	2
9	60	40	1.2	0.1	3
10	60	40	1.2	0.2	3
11	60	40	1.2	0.3	3
12	60	40	1.2	0.4	3
13	60	40	1.2	0.1	4
14	60	40	1.2	0.2	4
15	60	40	1.2	0.3	4
16	60	40	1.2	0.4	4

หมายเหตุ

- น้ำ ใช้ในปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของพอลิเอทิลีน
- N,N-ไดเมทิลไซโคลเฮกซามีน ใช้ในปริมาณ 0.25 - 1 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของพอลิเอทิลีน
- พอลิไดเมทิลซิลอกเซน ใช้ในปริมาณ 2.5 - 10 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของพอลิเอทิลีน

3.3 การตรวจสอบสมบัติของสารประกอบพอลิเอทิลีนที่ได้จากน้ำมันปาล์ม

3.3.1 ความหนืด (viscosity)

ความหนืดของพอลิเอทิลีนหาได้โดยเครื่องวัดความหนืดแบบรูกฟีลด์ ซึ่งการวัดทำได้โดยนำสารประกอบพอลิเอทิลีนใส่ในบีกเกอร์ 250 มิลลิเมตร ให้ท่วมสเกลของหัววัดความหนืด แล้วจึงเปิดเครื่อง หาความหนืดที่ได้ นำความเร็วรอบ และเบอร์ของหัววัดความหนืด ไปหาค่าแฟกเตอร์จากคู่มือของเครื่อง และนำค่าที่ได้จากสเกลบนเครื่อง คำนวณค่าความหนืดที่ได้ เป็นหน่วยเซนติพอยส์ โดยหัววัดความหนืดที่ใช้คือเบอร์ 6 ที่ความเร็วรอบ 20 รอบต่อนาที

3.4 การตรวจสอบและวิเคราะห์สมบัติของโพลีเอทิลีน

3.4.1 การตรวจสอบสีและลักษณะโดยทั่วไปของโพลีเอทิลีน

3.4.2 การวิเคราะห์สร้างทางเคมีของโพลีเอทิลีนด้วยเทคนิค FTIR

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นนั้นหาได้จากเทคนิค FTIR spectroscopy ซึ่งทำให้ทราบถึงลักษณะทางเคมีที่เกิดขึ้นในโพลีเอทิลีน

3.4.3 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของโพลีเอทิลีนด้วยเทคนิค SEM

การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของโพลีเอทิลีนสามารถวิเคราะห์ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อดูลักษณะ ขนาด และความสม่ำเสมอของเซลล์ที่เกิดขึ้น โดยใช้ลำแสงอิเล็กตรอน (electron beam) 15 กิโลโวลต์ที่กำลังขยาย 90 เท่า โดยเตรียมชิ้นทดสอบให้มีขนาดประมาณ 10 มม. x 10 มม. x 2 มม.

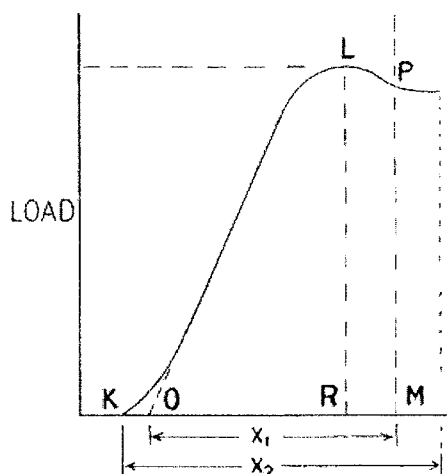
3.4.4 ความหนาแน่น (Density)

ความหนาแน่นหาได้จากการตัดโฟมให้เป็นสี่เหลี่ยมลูกบาศก์เพื่อให้ได้ปริมาตรที่แน่นอนของโฟม ชั่งน้ำหนัก และนำไปคำนวณค่า จากสูตร

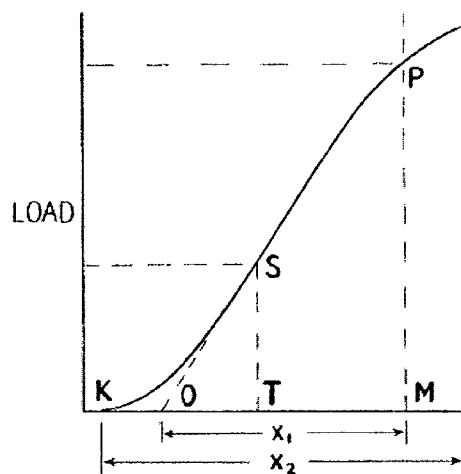
$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{\text{มวล}}{\text{ปริมาตร}} \quad \text{กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร}$$

3.4.5 ความต้านแรงกด (Compressive strength)

ความต้านแรงกด คือ ความเค้น (stress) ที่จุดคราก (yield point) ถ้าจุดครากเกิดขึ้นก่อนที่โฟมจะเกิดการเสียหาย 10% ดังรูปที่ 3.9(ก) หรือค่าความเค้นที่เกิดขึ้นเมื่อโฟมเสียหาย 10% ถ้าไม่ปรากฏจุดคราก ดังรูปที่ 3.9(ข)



รูปที่ 3.9 ก



รูปที่ 3.9 ข

หมายเหตุ X_1 คือ จุดที่โฟมเกิดการเสียหายไป 10 เปอร์เซ็นต์
 X_2 คือ จุดที่โฟมเกิดการเสียหายไป 13 เปอร์เซ็นต์
 รูปที่ 3.9 ก แรง (load) คือจุด L
 รูปที่ 3.9 ข แรง (load) คือจุด P

รูปที่ 3.9 ความต้านทานแรงกดของโฟม

ดังนั้นค่าความทนแรงกด จะคำนวณได้จาก

$$\text{ความทนแรงกด} = \frac{\text{แรงที่ได้จากรูป 3.9 ก หรือ 3.9 ข}}{\text{พื้นที่หน้าตัดเริ่มต้น}}$$

ทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D1621-00 ด้วยเครื่อง Instron Universal Testing Machine โดยใช้ load cell ขนาด 1.5 กิโลนิวตัน โดยตัดชิ้นทดสอบให้มีขนาดพื้นที่หน้าตัด 25.8 ตร.ซม. และหนา 25.4 มม. และใช้อัตราเร็วในการกด 12.5 มม. ต่อนาที โดยกดชิ้นทดสอบลงไป 10 หรือ 13% ของความหนาชิ้นทดสอบ

3.4.6 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของโพลีเมอร์ สามารถวิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค DSC ซึ่งสามารถบอกอุณหภูมิสถานะต่างๆ ของโพลีเมอร์ได้ โดยใช้ช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 25-220 °C และลดอุณหภูมิลงจาก 220-25 °C และให้ความร้อนอีกครั้งจากอุณหภูมิ 25-220 °C อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 10 °C ต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

3.4.7 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของโพลีเอทิลีน โดยนำโพลีเมอร์ปริมาณ 4-6 มิลลิกรัม วางใส่เครื่อง TGA ตั้งภาวะการทดสอบดังนี้

เพิ่มอุณหภูมิจาก 35 °C ถึง 800 °C โดยใช้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 10 °C ต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน