

บทที่ 3.

วัสดุและวิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีและวัสดุ

- พอลิโพรไพลีน (Polypropylene, PP) เกรดที่ใช้ในงานวิจัยคือ PP 1102H มีลักษณะขาวขุ่นมีความหนาแน่นในช่วง $0.89-0.905 \text{ g/cm}^3$ มีผิวแข็ง มีจุดหลอมเหลวที่ ประมาณ $170 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ผลิตโดยบริษัท TPI Co., Ltd ประเทศไทย

- ยางธรรมชาติ (Natural rubber, NR) ชนิดยางแผ่นรมควันชั้น 3 (Ribbed smoked sheet, RSS#3) มีลักษณะเป็นแผ่นสีเหลืองสีน้ำตาล มีความหนาแน่น 0.92 g/cm^3 ผลิตโดยชมรมสหกรณ์ชาวสวนยาง อำเภอโคกโพธิ์-แม่ลาน จังหวัดปัตตานี

- ไฮดรอกซีเมทิลอลฟีนอลิกเรซิน (Hydroxymethylol phenolic resin, HRJ-10518) มีลักษณะเป็นผลึกสีเหลืองอำพันมีชื่อทางการค้า คือ HRJ-10518 เป็นสารฟีนอลิกเรซินในกลุ่มไฮดรอกซีเมทิล ที่มีหมู่เมทิลอลอยู่ในช่วง 6-9 % มีจุดอ่อนตัวระหว่าง $80-95^{\circ}\text{C}$ จุดหลอมเหลวระหว่าง $140-150^{\circ}\text{C}$ มีความถ่วงจำเพาะ 1.05 ในงานวิจัยนี้ใช้เป็นสารวัลคาไนซ์และใช้เตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิดพอลิโพรไพลีนดัดแปลงโมเลกุลด้วยไฮดรอกซีเมทิลอลฟีนอลิกเรซิน (PhHRJ-g-PP) ผลิตโดยบริษัท Schenectady International Inc. (SI) ประเทศสหรัฐอเมริกา

- สแตนเนสคลอไรด์ (Stannous Chloride, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) มีลักษณะเป็นผงสีขาว ใช้เป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยาการเชื่อมโยงในการวัลคาไนซ์แบบฟีนอลิก สำหรับการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ และเป็นสารเร่งปฏิกิริยากราฟต์ระหว่างฟีนอลิกกับพอลิโพรไพลีนเพื่อเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิด PhHRJ-g-PP มีความถ่วงจำเพาะ 2.71 น้ำหนักโมเลกุล 225.65 g/mol และมีจุดหลอมเหลวต่ำประมาณ $37-38^{\circ}\text{C}$ ผลิตโดยบริษัท QREC Chemical Co., Ltd. ประเทศนิวซีแลนด์

- อัลตราเบลนด์ 6000 (Ultrablend 6000) เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้โพลีเมอร์เบลนด์ มีลักษณะเป็นเม็ดสีเหลือง มีค่าความถ่วงจำเพาะ เท่ากับ 0.97 g/cm^3 มีอุณหภูมิการอ่อนตัว เท่ากับ 100°C ผลิตโดยบริษัท Performanceadditives Sdn. Bhd. ประเทศมาเลเซีย

- 2,2,4 ไตรเมทิล-1,2-ไดไฮโดรควิโนน (2,2,4-Trimethyl-1,2-dihydroquinoline, TMQ) เป็นสารประกอบเอมีนชนิด Ketone-amine condensates มีลักษณะเป็นเม็ดสีน้ำตาล ใช้เป็นสารต้านการเสื่อม มีน้ำหนักโมเลกุลสูง ทำให้ระเหยออกจากยางได้ยากมีความเสถียรต่อความร้อนที่ดี เหมาะสำหรับวัสดุใช้งานที่ต้องสัมผัสกับความร้อนมีความหนาแน่นประมาณ 1.1g/cm^3 ผลิตโดยบริษัท Flexys Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา

- น้ำมันพาราฟินิก (Parafinic oil) เกรดที่ใช้ในงานวิจัย คือ P-30 เป็นสารช่วยในการแปรรูปยาง และพอลิเมอร์ ทำให้สารเคมี เช่น สารตัวเติม กระจายตัวในยางได้ดีขึ้น มีลักษณะเป็นของเหลว สีเหลืองอ่อน มีความหนาแน่นประมาณ 0.85g/cm^3 น้ำหนักโมเลกุลต่ำและมีสภาพขี้ตัว ค่าความสามารถในการละลาย (Solubility parameter,⁴) เท่ากับ $8.0 \text{ (cal.cm}^3)^{1/2}$ จัดจำหน่าย โดยบริษัทโอเรียลต์สสยาม ประเทศไทย

- สารตัวเติมอะลูมิเนียมไตรไฮดรเอต (Aluminium trihydrate, ATH) เป็นสารตัวเติมอนินทรีย์ ใช้เพื่อเพิ่มความสามารถในการทนไฟของพอลิเมอร์ มีลักษณะเป็นผงสีขาว มีความหนาแน่น 2.42 g/cm^3 มีความเป็นกรด-ด่างประมาณ 10.4 สามารถละลายได้ในกรด เบส แต่ไม่ละลายในเอทานอลผลิตโดยบริษัท Zibo ประเทศจีน

- แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ (Magnesium hydroxide, MH) เป็นสารตัวเติมอนินทรีย์ ใช้เพื่อเพิ่มความสามารถในการทนไฟของพอลิเมอร์ มีลักษณะเป็นผงสีขาว มีความถ่วงจำเพาะประมาณ 2.4 g/cm^3 ไม่ละลายน้ำ มีความเป็นกรด-ด่าง 10.5 ทำหน้าที่เป็นสารตัวเติม ผลิตโดยบริษัท Konoshima Chemical ประเทศญี่ปุ่น

- โซเดียมมอนต์มอริลโลไนต์ (Sodium montmorillonite, Na-MMT) เป็นสารตัวเติมอนินทรีย์ ชนิดนาโนเคลย์ สูตรเคมี คือ $M_x(\text{Al}_{4-x}\text{Mg}_x)\text{Si}_8\text{O}_{20}(\text{OH})_4$ โดย M_x คือ monovalent cation และ x เป็น degree of isomorphous substitution (ส่วนมากอยู่ระหว่าง 0.5 ถึง 1.3) ซึ่งเป็นเคลย์ที่อยู่ในประเภท 2:1 phyllosilicates มีความยาวของอนุภาคประมาณ 100-150 nm ลักษณะเป็นผงละเอียดสีเทา มีค่าความจุในการแลกเปลี่ยนไอออน (Cation Exchange Capacity, CEC) เท่ากับ 115 meq/100 g มีชื่อทางการค้า คือ Kunipia-F ผลิตโดยบริษัท Kunimine Industries CO., LTD. ประเทศญี่ปุ่น

- ออร์กาโนมอนต์มอริลโลไนต์ (Organomontmorillonite, OMMT) เป็นสารตัวเติมนาโนเคลย์ ที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยไตรเมทิลออกตะเดซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (Trimethyl octadecyl ammonium chloride) OMMT มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีเทา มีชื่อทางการค้า คือ Kunipia-T ผลิตโดยบริษัท Kunimine Industries CO., LTD. ประเทศญี่ปุ่น

- ออสเมียมเตตระออกไซด์ (Osmium tetroxide, OsO_4) เป็นสารออกซิไดซ์ ใช้สำหรับการย้อมสี เนื้อเยื่อ เซลล์ หรืออนุภาค ในการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์ โดยมีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 254.23 g/mol มีจุดหลอมเหลวประมาณ $39.5\text{-}41^\circ\text{C}$ และมีจุดเดือดเท่ากับ 130°C ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich Co., LLC ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2 เครื่องมือ

- เครื่องผสมบราเบนเดอร์พลาสติกโตกราฟฟีซีพลาส (Brabenderplastograph EC Plus) รุ่น 815653 เป็นเครื่องที่ใช้ในการผสมยางกับสารเคมีและเบลนด์ยางกับพลาสติก มีปริมาตรห้องเสื้อเท่ากับ 55 cm^3 สามารถปรับอุณหภูมิในการผสมได้สูงสุด $500 \text{ }^{\circ}\text{C}$ และสามารถปรับความเร็วการหมุนของโรเตอร์ได้สูงสุด 120 รอบต่อนาที ผลิตโดยบริษัท Brabender GmbH & Co. Ko ประเทศเยอรมัน

- เครื่องฉีดพลาสติก (Injection molding) รุ่น TII-90F เป็นเครื่องสำหรับใช้ฉีดขึ้นททดสอบเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ที่มีชุดฉีดวางตัวในแนวนอน ขนาดแรงบิด 90 ตัน ผลิตโดยบริษัท Welltec Machinery เขตปกครองพิเศษฮ่องกงประเทศสาธารณรัฐประชาชนจีน

- เครื่องอัดเข้าแบบมีระบบหล่อเย็น (Compression molding) รุ่น Hydraulic press type LP-20B ประกอบด้วยแผ่นอัด 2 ชั้นขนาดแผ่นอัด 200×200 ตารางมิลลิเมตร ความดันแผ่นอัดสูงสุด 200 kN สามารถปรับความดันไฮดรอลิกได้สูงสุด 160 Bar มีกำลังมอเตอร์เท่ากับ 1 HP และสามารถปรับอุณหภูมิสูงสุด 300°C ผลิตโดยบริษัท Labtech Engineering Co., Ltd ประเทศไทย

- เครื่องชั่งสาร (Weight balance) เป็นเครื่องชั่งดิจิทัลทศนิยม 2 ตำแหน่ง รุ่น BL-2200H สามารถรับน้ำหนักสูงสุด 2200 กรัม ผลิตโดยบริษัท Shimadzu corporation ประเทศญี่ปุ่น

- เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล (Tensile testing machine) เป็นเครื่องที่ใช้ทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงและความต้านทานการฉีกขาดยี่ห้อ Hounsfield รุ่น H10KS สามารถรับแรงได้สูงสุด 10 kN ตั้งความเร็วการเคลื่อนที่ในการยืดได้ตั้งแต่ 0.01-1000 มิลลิเมตรต่อนาที ผลิตโดยบริษัท Hounsfield Test Equipment ประเทศอังกฤษ

- เครื่องวัดความแข็งแบบ Shore A รุ่น Digital hardness tester SA เป็นเครื่องมือที่ใช้ทดสอบความแข็งของพอลิเมอร์โดยใช้แรงกดจากสปริงซึ่งมีหน่วยวัดเป็น Shore A โดยมีสเกลสูงสุดเท่ากับ 100 Shore A และสเกลต่ำสุดเท่ากับ 0 Shore A ผลิตโดย Toyo Seiki Seisaku-sho, Ltd. ประเทศญี่ปุ่น

- ตู้อบอากาศร้อนแบบช่อง (cell-type) ซึ่งมีช่องสำหรับใส่ตัวอย่าง 3 ช่อง แต่ละช่องจะสามารถใส่ชิ้นตัวอย่างได้ 8 ชิ้น สามารถควบคุมอุณหภูมิได้แม่นยำ $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ปรับระดับอุณหภูมิได้ ตั้งแต่ $40\text{--}200^{\circ}\text{C}$ และควบคุมปริมาณของอากาศที่ไหลเข้าออกในแต่ละเซลล์ได้ตั้งแต่ 0.1-1.0 ลิตรต่อนาที เครื่องที่ใช้นี้ผลิตโดยบริษัท ElastoCon AB ประเทศสวีเดน

- อุปกรณ์ทดสอบการทนไฟด้วยเทคนิค Limiting Oxygen Index (LOI) เป็นอุปกรณ์ที่ใช้ทดสอบการจุดติดไฟของชิ้นทดสอบด้วยการหาปริมาณออกซิเจนต่ำสุดที่จะทำให้ชิ้นทดสอบเกิดการจุดติดไฟ ตามมาตรฐาน ASTM D2863-06a

- อุปกรณ์ทดสอบการจุดติดไฟตามแนวตั้งด้วยเทคนิค UL-94V เป็นอุปกรณ์สำหรับทดสอบการจุดติดไฟ การลามไฟ และการดับไฟเองของชิ้นทดสอบ ตามมาตรฐาน ASTM D3801-00

- เครื่องทดสอบการสลายตัวด้วยความร้อน (Thermogravimetric Analyzer, TGA) รุ่น STA6000 เป็นเครื่องวิเคราะห์ความเสถียรต่อความร้อนของวัสดุ สามารถทดสอบได้ตั้งแต่อุณหภูมิ 20 ถึง 1000°C ภายใต้สภาวะก๊าซออกซิเจนและก๊าซไนโตรเจน เครื่องที่ใช้เป็น ผลิตภัณฑ์ของบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา

- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเพื่อศึกษาสัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ เป็นเครื่องยี่ห้อ FEI รุ่น Quanta 400 ผลิตโดยบริษัท FEI Company ประเทศสหรัฐอเมริกา โดยมีกำลังขยายสูงสุด 300,000 เท่า ให้กำลังแยกแยะเชิงระยะทางได้ถึง 0.8 nm ที่ 30 kV โดยสามารถเลือกสภาวะการทดสอบได้ทั้งสภาวะสุญญากาศสูง (High vacuum, น้อยกว่า 1.3×10^{-2} Pa) สภาวะสุญญากาศต่ำ (Low vacuum, 10 ถึง 30 Pa) และสภาวะใกล้ความดันบรรยากาศ (Environmental SEM, 130 ถึง 2600 Pa) นอกจากนี้ยังสามารถถ่ายภาพวิดีโอบันทึกการเปลี่ยนแปลงลักษณะโครงสร้าง การเคลื่อนที่ของตัวอย่างในช่วงระยะเวลาหนึ่งได้

- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเพื่อศึกษาการกระจายตัวของสารทนไฟโดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสงรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-Ray analysis, EDX) เป็นเครื่องยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5800 LV ผลิตโดยบริษัท JEOL Co., Ltd. ประเทศญี่ปุ่น โดยมีกำลังขยายสูงสุดถึง 300,000 เท่า และมีการเชื่อมต่อกับเครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสงรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-Ray Fluorescent Spectrometer, EDX) รุ่น ISIS 300 ผลิตโดยบริษัท Oxford instrument plc ประเทศอังกฤษ สามารถทำการวิเคราะห์หาชนิดของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ-ของบริเวณที่สนใจบนชิ้นตัวอย่าง แสดงผลเป็น สเปกตรัมพลังงานของธาตุต่างๆ พร้อมกับระบุสัดส่วนปริมาณของแต่ละส่วนประกอบ สามารถสร้างแผนที่ระบุชนิดของธาตุว่าอยู่ในบริเวณใดของชิ้นตัวอย่าง (Mapping)

- ชุดวิเคราะห์ปริมาณเจล (Gel Content) เป็นชุดอุปกรณ์วิเคราะห์หาปริมาณเจลในยาง ด้วยวิธีการรีฟลักซ์ (Reflux)

- เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR) รุ่น Omnic ESP Magna-IR 560 Spectrometer, Nicolet ผลิตโดยบริษัท Nicolet Instrument Corporation ประเทศสหรัฐอเมริกา

- เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD) เป็นเครื่องสำหรับวิเคราะห์ระยะห่างระหว่างชั้นซิลิเกตของมอนต์มอริลโลไนต์ กำลัง 18 W ผลิตโดยบริษัท Rigaku รุ่น TTRAXIII ประเทศญี่ปุ่น ใช้รังสีเอกซ์จากแหล่งกำเนิดที่เป็นทองแดง ($\text{CuK}\alpha$) ($\lambda=0.154$ nm) สามารถปรับมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (2θ) ได้ตั้งแต่ -3° ถึง 154°

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมพอลิโพรไพลีน (PP) ที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วยฟีนอลิกเรซิน (Phenolic modified PP, PhHRJ-g-PP) เพื่อใช้เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้

ทำการดัดแปลงโมเลกุลพอลิโพรไพลีนด้วยฟีนอลิกเรซินโดยใช้ PP ปริมาณ 100 ส่วน HRJ-10518 4 ส่วนโดยน้ำหนักของ PP และ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.84 ส่วนโดยน้ำหนักของ PP ดังสูตรตามตารางที่ 3.1 โดยเริ่มจากหลอม PP ในเครื่องผสมบราเวนเดอร์พลาสติกกราฟฟิซีพลาส ที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 5 นาที ใช้ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที ใช้ Fill factor เท่ากับ 0.80 ของปริมาตรความจุห้องผสม จากนั้นเติม HRJ-10518 ลงในห้องผสม บดต่อเป็นเวลา 2 นาที เติม $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ บดผสมต่ออีก 1 นาที นำพอลิเมอร์ที่ได้ออกจากเครื่องผสม ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นตัวก่อนนำไปบดย่อยให้เป็นชิ้นเล็กๆ ด้วยเครื่องบดพลาสติก จากนั้นอัดเป็นแผ่นฟิล์มบางเพื่อนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FT-IR) ซึ่งสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของ PhHRJ-g-PP แสดงดังรูปที่ 1 ในภาคผนวก ข.

ตารางที่ 3.1 สูตรการเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ PhHRJ-g-PP

สารเคมี	ปริมาณที่ใช้ (%โดยน้ำหนัก)	เวลาที่ใช้ในการผสม (นาที)
PP (PP1102H)	100	5
HRJ-10518	4	2
$\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	0.84	1

3.3.2 การศึกษาอิทธิพลของวิธีการผสมสารทนไฟปราศจากฮาโลเจน (อะลูมิเนียมไตรไฮดรอกไซด์และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์) ต่อการปรับปรุงสมบัติเชิงกล การทนความร้อนและการทนไฟของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากเบลนด์ของยางธรรมชาติและพอลิโพรไพลีน

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่สัดส่วน NR/PP = 60/40 %wt/wt ซึ่งแสดงดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สูตรการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ทนไฟ จากเบลนด์ของ NR และ PP

สารเคมี	ปริมาณที่ใช้ (%โดยน้ำหนักของเบลนด์ NR/PP)
NR (RSS#3)	60.00
PP (PP1102H)	40.00
PhHRJ-g-PP compatibilizer *	2.00
Ultrablend 6000	4.00
Paraffinic oil	30.00
ATH or MH	60.00
TMQ	0.60
HRJ-10518	5.40
SnCl ₂ ·2H ₂ O	0.36

หมายเหตุ : * ปริมาณPhHRJ-g-PP compaibiliser ที่ใช้ เท่ากับ 5% โดยน้ำหนักของ PP
ทำการแปรวิธีการเตรียมที่แตกต่างกัน 3 แบบ ได้แก่

ในขั้นตอนการวิจัยนี้จะใช้วิธีการเตรียม TPV โดยการใช้ขั้นตอนการเตรียมที่แตกต่างกัน 3 วิธี
ดังนี้

1. วิธีการเตรียมแบบที่ 1 (method 1) ประกอบด้วย 2 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนแรกเป็นการเตรียมคอมเปาวด์ยางธรรมชาติที่ผสมสารทนไฟและน้ำมันทั้งหมด โดยในขั้นตอนนี้เป็นการผสมยาง NR, TMQ, Ultra-blend™ 6000 สารทนไฟ ATH/MH และน้ำมันพาราฟินิก เข้าด้วยกันด้วยเครื่องผสม บราเวนเดอร์พลาสติกโศกราฟอีซีพลัส ก่อนนำยางคอมเปาวด์ที่เตรียมได้ไปผสมสารวัลคาไนซ์ HRJ-10518 และสารตัวเร่ง SnCl₂·2H₂O บนเครื่องผสมสองลูกกลิ้ง จากนั้นนำยางคอมเปาวด์ดังกล่าวไปเบลนด์ร่วมกับ PP เพื่อเตรียม TPV

2. วิธีการเตรียมแบบที่ 2 (method 2) ประกอบด้วย 2 ขั้นตอนเช่นเดียวกับวิธีการเตรียมแบบที่ 1 โดยในขั้นตอนแรกเป็นการเตรียมคอมเปาวด์ยางธรรมชาติที่ผสมสารทนไฟและน้ำมันปริมาณครึ่งหนึ่ง ก่อนนำยางคอมเปาวด์ที่เตรียมได้ไปเบลนด์ร่วมกับ PP เพื่อเตรียม TPV แล้วจึงเติมสารทนไฟและน้ำมันที่เหลือ

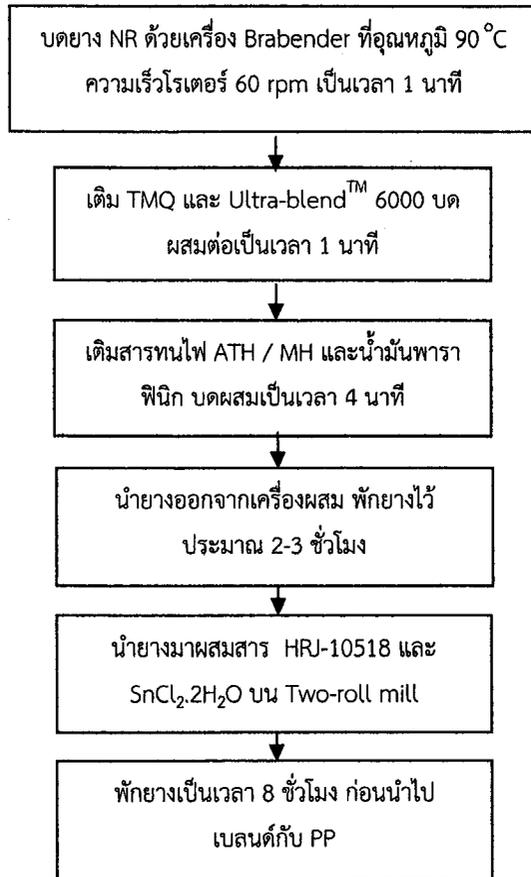
3. วิธีการเตรียมแบบที่ 3 (method 3) เป็นการเตรียม TPV โดยใช้วิธีการแบบขั้นตอนเดียว โดยเริ่มจากการหลอม PP ในเครื่องผสมบราเวนเดอร์พลาสติกโศกราฟอีซีพลัส จากนั้นเติมสารเพิ่มความ

เข้ากันได้ PhHRJ-g-PP compatibiliser เต็มยาง NR, TMQ, Ultra-blend™ 6000 สารทนไฟ ATH/MH และน้ำมันพาราฟินิก สารตัวเร่ง $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และสารวัลคาไนซ์ HRJ-10518

การเตรียม TPV ทั้งสามวิธีมีรายละเอียดแสดงตามแผนภาพการเตรียม TPV ซึ่งแบ่งเป็นขั้นตอนต่างๆ ตามรูปที่ 3.1

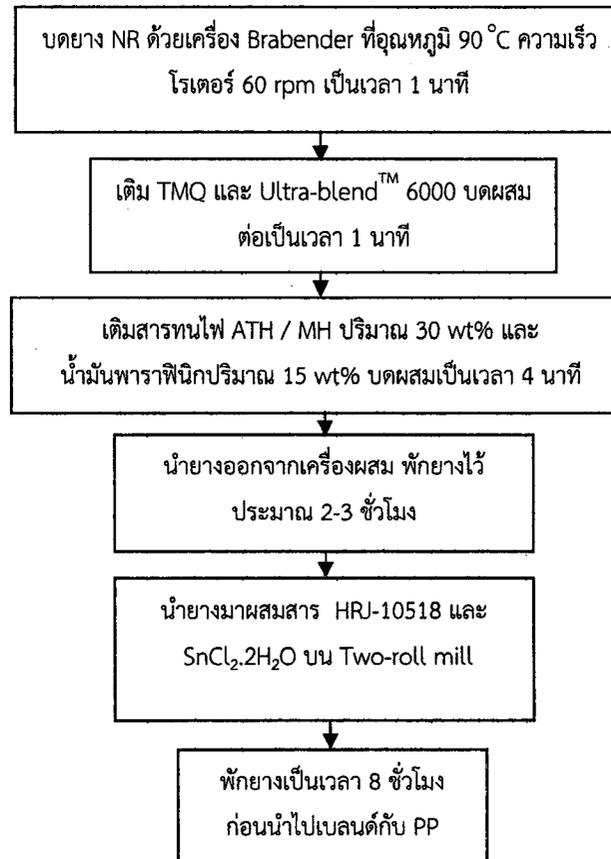
วิธีการเตรียมแบบที่ 1 (method 1)

ขั้นตอนที่ 1 : เตรียมยางคอมปาวด์ผสมสารทนไฟปริมาณ 60 wt%



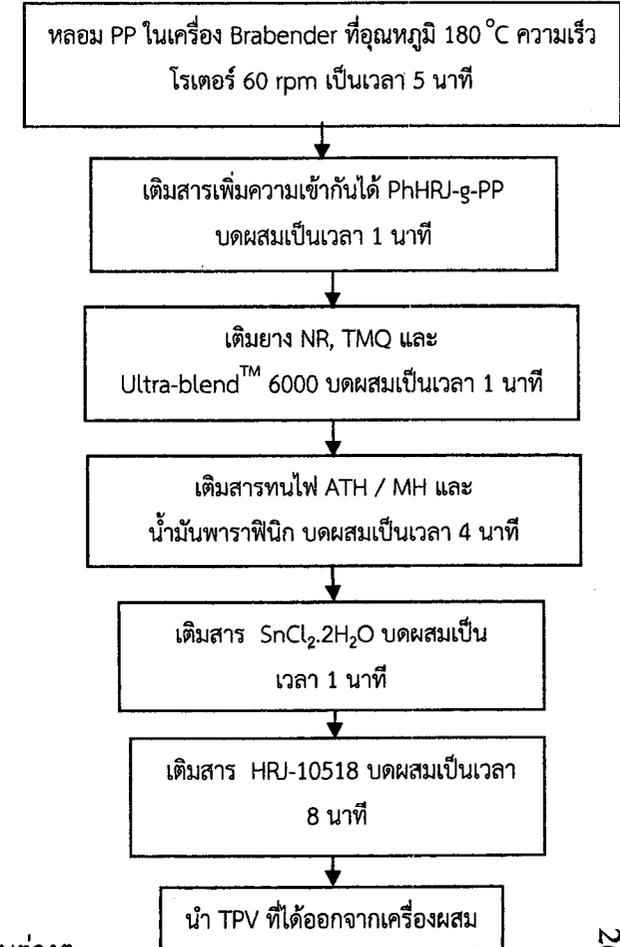
วิธีการเตรียมแบบที่ 2 (method 2)

ขั้นตอนที่ 1 : เตรียมยางคอมปาวด์ผสมสารทนไฟปริมาณ 30 wt%



วิธีการเตรียมแบบที่ 3 (method 3)

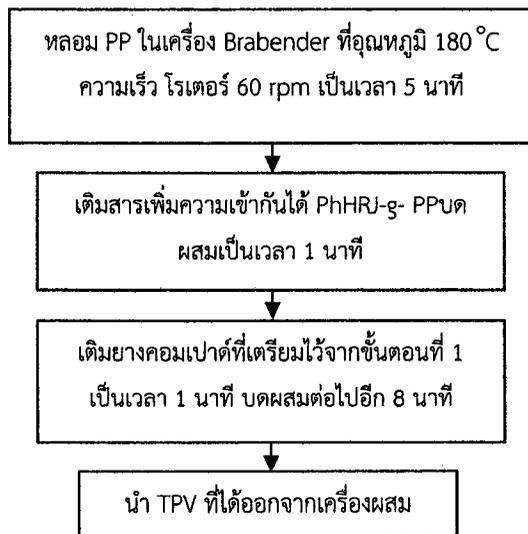
ขั้นตอนที่ 1 : เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ผสมสารทนไฟ 60 wt%



รูปที่ 3.1 แผนภาพการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ทนไฟด้วยวิธีการเตรียมแบบต่างๆ

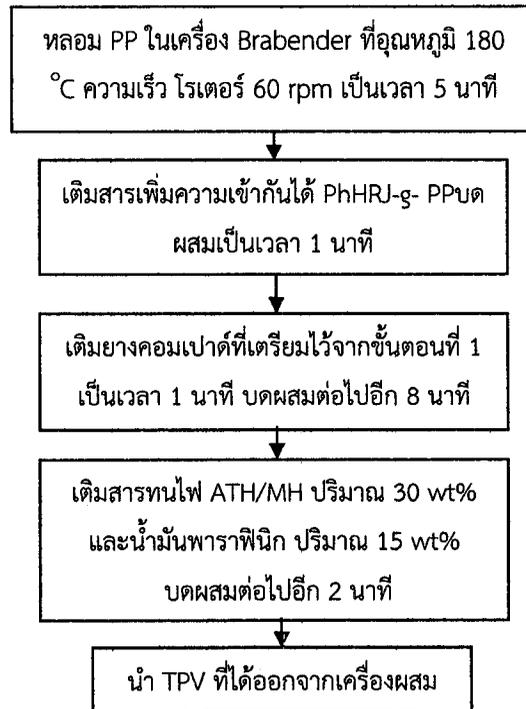
วิธีการเตรียมแบบที่ 1 (method 1)

ขั้นตอนที่ 2 : เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์



วิธีการเตรียมแบบที่ 2 (method 2)

ขั้นตอนที่ 2 : เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์



รูปที่ 3.1 แผนภาพการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ทนไฟด้วยวิธีการเตรียมแบบต่างๆ (ต่อ)

นำ TPV ที่เตรียมได้มารีดเป็นแผ่นความหนาประมาณ 1.5 mm ส่วนหนึ่งนำไปอัดเป็นชิ้นทดสอบแผ่นเรียบที่มีขนาด 150x150x1 mm เพื่อใช้เตรียมชิ้นทดสอบสำหรับการทดสอบสมบัติเชิงกลอัดให้ได้แผ่นเรียบด้วยเครื่องอัดเข้าแบบมีระบบหล่อเย็น โดยใช้แรงดัน 120 Bar อุณหภูมิ 190°C เป็นเวลา 22 นาที อีกส่วนหนึ่งนำมาฉีดขึ้นรูปเป็นชิ้นทดสอบสมบัติทนไฟด้วยเครื่องฉีดพลาสติก ชิ้นทดสอบที่เตรียมได้นำไปทดสอบสมบัติต่างๆ ดังนี้

- สมบัติเทนไซล์ตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000)
- สมบัติบ่มแรงตามมาตรฐาน ASTM D412-51T
- ความแข็ง (hardness) ตามมาตรฐาน ASTM D2240
- ความสามารถในการคืนตัว (Tension set) ตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000)
- สมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค TGA
- สมบัติการทนไฟด้วยเทคนิค LOI และ UL94 V
- สัณฐานวิทยาของ TPV ด้วยเทคนิค SEM
- ตำแหน่งและการกระจายตัวของสารทนไฟใน TPV ด้วยเทคนิค SEM-EDX

ในกรณีของ TPV ที่ไม่ผสมสารทนไฟ ATH และ MH นอกจากทดสอบสมบัติตามที่กล่าวมาข้างต้นแล้ว มีการทดสอบหาปริมาณเจล (Gel content) เพื่อวิเคราะห์ปริมาณพันธะเชื่อมโยงในเฟสยางของ TPV ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีที่แตกต่างกัน โดยทำการชั่งน้ำหนักชิ้นตัวอย่างก่อนทำการทดสอบ จากนั้นนำชิ้นตัวอย่างไปรีฟลักซ์ด้วยตัวทำละลายไซลีนที่อุณหภูมิ 140°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นตัวอย่างในตัวทำละลายมากรองด้วยกระดาษกรอง ระเหยตัวทำละลายแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 °C จนกระทั่งน้ำหนักคงที่ ชั่งน้ำหนักตัวอย่างหลังทดสอบเพื่อคำนวณหาปริมาณเจล

วิเคราะห์ผลการทดลอง เพื่อหาวิธีการเตรียม TPV ที่ให้วัสดุ TPV ที่มีสมบัติเชิงกล การทนความร้อนและสมบัติทนไฟเหมาะสมที่สุด รวมถึงเปรียบเทียบผลการเตรียม TPV ที่ผสมสารทนไฟกับ TPV ที่ไม่ผสมสารทนไฟ ATH และ MH ซึ่งเตรียมโดยการใช้วิธีการเตรียมทั้ง 3 วิธี ตามที่กล่าวมาข้างต้น

3.3.3 การศึกษาอิทธิพลของสภาวะการผสมสารทนไฟปราศจากฮาโลเจน (อะลูมิเนียมไตรไฮดรอกไซด์และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์) ต่อการปรับปรุงสมบัติเชิงกล และการทนไฟของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากเบลนด์ของยางธรรมชาติและพอลิโพรไพลีน

ขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาหาสภาวะการผสมที่เหมาะสม ซึ่งมีตัวแปรสำคัญคือ เวลาในการผสมสารทนไฟและความเร็วโรเตอร์ โดยเลือกใช้วิธีการผสมที่เหมาะสมจากการคัดเลือกตามวิธีการศึกษาในขั้นตอนที่ 3.3.2 โดยเริ่มจากการแปรเวลาการผสมสารทนไฟเข้ากับยาง ทำการแปรเวลาการผสม

สารทนต์ไฟตังนี้ คือ 4, 6, 8 และ 10 นาที ในเครื่องผสมบราเบนเดอร์พลาสโตกราฟอิชีพลัส ที่ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm นำ TPV ออกจากเครื่องผสมส่วนหนึ่งนำไปรีดเป็นแผ่นความหนา ประมาณ 1.5 mm. เพื่อนำไปอัดเป็นชิ้นทดสอบด้วยเครื่องอัดเข้าแบบมีระบบหล่อเย็น อีกส่วนหนึ่ง ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นตัวก่อนนำมาบดทำเป็นเม็ดขนาดเล็กด้วยเครื่องบดผสมพลาสติก แล้วฉีดขึ้นรูปด้วย เครื่องฉีดพลาสติก นำชิ้นทดสอบมาทดสอบสมบัติต่อไปนี้

- สมบัติเทนไซล์ตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000)
- สมบัติบ่มแรงตามมาตรฐาน ASTM D412-51T
- ความแข็ง (hardness) ตามมาตรฐาน ASTM D2240-86
- ความสามารถในการคืนตัว (Tension set) ตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000)
- สมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค TGA
- สมบัติการทนไฟด้วยเทคนิค LOI และ UL 94

คัดเลือกเวลาบดผสมยางและสารทนต์ไฟที่ให้ TPV มีสมบัติเชิงกลดีที่สุด จากนั้นเตรียม TPV โดยแปรความเร็วโรเตอร์ (60, 80 และ 100 rpm) ตามวิธีการข้างต้น (3.3.2) ทดสอบสมบัติต่างๆ คัดเลือกความเร็วโรเตอร์ที่เหมาะสมที่สุด TPV มีสมบัติเชิงกลดี และทนไฟเพื่อศึกษาขั้นต่อไป

3.3.4 การศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารวัลคาไนซ์เรซินฟีนอลิกต่อการปรับปรุงสมบัติเชิงกล และการทนไฟของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากเบนลนด์ของยางธรรมชาติและพอลิโพรไพลีนที่ผสมสารทนต์ไฟอะลูมิเนียมไตรไฮดรต (Aluminium trihydrate, ATH) และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ (Magnesium hydroxide, MH)

ศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารวัลคาไนซ์ฟีนอลิกต่อการปรับปรุงสมบัติเชิงกลและการทนไฟของ TPV จะเลือกใช้วิธีการผสมที่เหมาะสมจากการคัดเลือกตามวิธีการศึกษาในขั้นตอนที่ 4.3.2 และ เลือกใช้สภาวะการผสมสารทนต์ไฟที่ให้ TPV ที่มีสมบัติเชิงกลและทนไฟที่ดีจากขั้นตอน 4.3.3 โดยแปร ปริมาณสารวัลคาไนซ์ฟีนอลิก (9, 12, 15 และ 18 phr) ในเครื่องผสมบราเบนเดอร์พลาสโตกราฟอิชีพลัสที่อุณหภูมิ 180°C จากนั้นนำ TPV ออกจากเครื่องผสมส่วนหนึ่งนำไปรีดเป็นแผ่นความหนา ประมาณ 1.5 mm. เพื่อนำไปอัดเป็นชิ้นทดสอบด้วยเครื่องอัดเข้าแบบมีระบบหล่อเย็น อีกส่วนหนึ่ง ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นตัวก่อนนำมาบดทำเป็นเม็ดขนาดเล็กด้วยเครื่องบดผสมพลาสติก แล้วฉีดขึ้นรูปด้วย เครื่องฉีดพลาสติก นำชิ้นทดสอบมาทดสอบสมบัติต่อไปนี้

- สมบัติเทนไซล์ตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000)
- สมบัติบ่มแรงตามมาตรฐาน ASTM D412-51T
- ความแข็ง (hardness) ตามมาตรฐาน ASTM D2240-86
- ความสามารถในการคืนตัว (Tension set) ตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000)

- สมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค TGA
- สมบัติการทนไฟด้วยเทคนิค LOI และ UL 94

คัดเลือกปริมาณสารวัลคาไนซ์ที่ให้อายุ TPV ที่มีสมบัติเชิงกล และสมบัติการทนไฟที่เหมาะสม เพื่อศึกษาต่อไป

3.3.5 การศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารทนไฟอะลูมิเนียมไตรไฮดรเอต (Aluminium trihydrate, ATH) และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ (Magnesium hydroxide, MH) ต่อการสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงความร้อนและการทนไฟของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากเบลนด์ของยางธรรมชาติและพอลิโพรไพลีน

เตรียม TPV โดยเลือกใช้วิธีการผสมที่เหมาะสมจากการคัดเลือกตามวิธีการศึกษาในขั้นตอนที่ 4.3.2 และเลือกใช้สภาวะการผสมสารทนไฟและปริมาณสารวัลคาไนซ์พินอลิกที่ให้ TPV ที่มีสมบัติเชิงกลและทนไฟที่ดีจากขั้นตอน 3.3.3 และ 4.3.4 ตามลำดับ ทำการปริมาณสารทนไฟ ATH และ MH (20, 40, 60, 80, 100, 120 wt%) ในเครื่องผสมบราเวนเดอร์พลาสติกโตกราฟอิชีพลัสที่อุณหภูมิ 180°C จากนั้นนำ TPV ออกจากเครื่องผสมส่วนหนึ่งนำไปรีดเป็นแผ่นความหนาประมาณ 1.5 mm. เพื่อนำไปอัดเป็นชิ้นทดสอบด้วยเครื่องอัดเข้าแบบมีระบบหล่อเย็น อีกส่วนหนึ่งตั้งทิ้งไว้ให้เย็นตัวก่อนนำมาบดทำเป็นเม็ดขนาดเล็กด้วยเครื่องบดผสมพลาสติก แล้วฉีดขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดพลาสติก นำชิ้นทดสอบมาทดสอบสมบัติต่อไปนี้

- สมบัติเทนไซล์ตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000)
- สมบัติบ่มแรงตามมาตรฐาน ASTM D412-51T
- ความแข็ง (hardness) ตามมาตรฐาน ASTM D2240-86
- ความสามารถในการคืนตัว (Tension set) ตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000)
- สมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค TGA
- สมบัติการทนไฟด้วยเทคนิค LOI และ UL 94
- ตำแหน่งและการกระจายตัวของสารทนไฟด้วยเทคนิค SEM-EDX

คัดเลือกปริมาณสารทนไฟ ที่ให้อายุ TPV ที่มีสมบัติเชิงกล การทนต่อความร้อนและการจุดติดทนไฟที่เหมาะสม

3.3.6 การศึกษาการใช้นาโนเคลย์ (Na-MMT) และ ออร์กาโนเคลย์ (OMMT) ร่วมกับสารทนไฟปราศจากฮาโลเจน (อะลูมิเนียมไตรไฮดรอกไซด์และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์) ต่อสมบัติเชิงกล การทนความร้อนและการทนไฟของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากเบลดของ NR และ PP

เตรียม TPV โดยเลือกใช้วิธีการผสมที่เหมาะสมจากการคัดเลือกตามวิธีการศึกษาในขั้นตอนที่ 3.3.2 และเลือกใช้สภาวะการผสมสารทนไฟและปริมาณสารวัลคาไนซ์ฟีนอลิกที่ให้ TPV ที่มีสมบัติเชิงกลและทนไฟที่ดีจากขั้นตอน 3.3.3 และ 3.3.4 ตามลำดับ การศึกษาในขั้นตอนนี้จะกำหนดปริมาณสารตัวเติมทนไฟ (x) ที่ให้สมบัติเชิงกล การทนต่อความร้อนและการทนไฟที่เหมาะสมโดยคัดเลือกจากการศึกษาตามขั้นตอนที่ 3.3.5 จากนั้นทำการแปรปริมาณของนาโนเคลย์และออร์กาโนเคลย์ 1, 3, 5, 7 และ 10 wt% ร่วมกับการลดปริมาณสารทนไฟ ATH และ MH เป็น x-1, x-3, x-5, x-7 และ x-10 wt% ตามลำดับ นำ TPV ที่เตรียมได้มาขึ้นรูปขึ้นทดสอบตามวิธีการในขั้นตอนที่ 3.3.2 ขึ้นทดสอบที่เตรียมได้นำไปทดสอบสมบัติต่างๆ ดังนี้

- สมบัติเทนไซล์ตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000)
- สมบัติบ่มแรงตามมาตรฐาน ASTM D412-51T
- ความแข็ง (hardness) ตามมาตรฐาน ASTM D2240-86
- ความสามารถในการคืนตัว (Tension set) ตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000)
- สมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค TGA
- สมบัติการทนไฟด้วยเทคนิค LOI และ UL94 V
- สัณฐานวิทยาของ TPV ด้วยเทคนิค SEM
- ตำแหน่งและการกระจายตัวของสารทนไฟใน TPV ด้วยเทคนิค SEM-EDX
- การกระจายตัวของนาโนเคลย์ด้วยเทคนิค XRD