

รายงานฉบับสมบูรณ์ทุนอุดหนุนการวิจัยประจำปี 2542

เรื่อง

โคพอลิเมอร์ซึ่งใช้เป็นตัวประสานพอลิเมอร์



ผศ.ดร. ชีรวัดน์ มงคลอัครรัตน์
ผศ.ดร. ตะวัน สุขน้อย
ดร. ชลลดา ฤตวิรุพห์

RCH
QD
382
85
ศบ.ร.ร.

เลขที่.....
เลขทะเบียน..... 43065
วัน, เดือน, ปี- 1 ก.ค. 2545

b.112&1689.....
i.....

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทคัดย่อ

โครงการงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการไฮโดรจีเนชันของไอโซพรีน ในสารละลายคลอโรฟอร์ม และแอซีโตน โดยมีสารเชิงซ้อนพัลลาเดียมแอซีเตท (Palladium (II) acetate) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ใน ภาวะสภาวะความดันสูง แล้วนำผลิตภัณฑ์ที่ได้และยางไอโซพรีนมาใช้เป็นตัวช่วยผสม ระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีนที่อัตราส่วนต่างๆกัน คือ 0% 0.5% 1.0% และ 1.5% โดย น้ำหนักของตัวช่วยผสมต่อน้ำหนักของพอลิเมอร์ระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีนด้วยเทคนิค สารละลาย (Solvent casting) จากนั้นนำมาขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดขึ้นรูปพลาสติก (Injection molding machine) แล้วนำไปตรวจสอบคุณสมบัติความร้อน พบว่าไฮโดรจีเนตไอโซพรีน ช่วยทำให้การ ผสมของพอลิเมอร์ผสมได้ดีขึ้น ตรวจพบได้จากการลดลงของอุณหภูมิการตกผลึก และจากการ ตรวจสอบสมบัติเชิงกล พบว่าพอลิเมอร์ผสมที่มีตัวช่วยผสมจะให้ค่าความทนต่อแรงดึง เบอร์เซนต์ การยืด ๓ จุดขาด ค่ามอดุลัส และค่าทนต่อแรงกระทำที่สูงกว่าพอลิเมอร์ผสมที่ไม่มีตัวช่วยผสม ซึ่งสารช่วยผสมจำนวน 1 % เป็นปริมาณที่ให้สมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสมดีที่สุด

Abstract

Hydrogenated polyisoprene was prepared by homogeneous hydrogenation of isoprene rubber in chloroform/acetone using palladium (II) acetate as catalyst. The hydrogenated polyisoprene and polyisoprene, which was supplied from industrial sources, were then used as compatibiliser in immiscible blends of polyethylene/polypropylene. The composites were prepared by solvent casting technique with various contents of compatibiliser from 0.5 wt% to 1.5 wt%. The effect of the addition of compatibiliser on thermal, optical and mechanical properties were investigated.

From thermal and optical tests, it was found that blends containing polyisoprene and hydrogenated polyisoprene have shown entanglements of compatibiliser with the polypropylene phase, resulting in shift of the transition temperature of polypropylene. Mechanical properties of the blends, namely tensile and impact tests, show improvement in modulus, tensile strength, elongation at break and impact strength, when compatibiliser were used, as compared to those with no compatibiliser.

กิตติกรรมประกาศ

รายงานฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความช่วยเหลือจากบุคลากรหลายฝ่ายที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่อความสำเร็จของงานวิจัยนี้ ทางผู้จัดทำขอขอบพระคุณผู้ให้ความช่วยเหลือ ดังมีรายนามต่อไปนี้

ขอขอบคุณ รศ.ดร. ศักดา ไตรศักดิ์ และ ดร. สุภารัตน์ จำปา อาจารย์คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษ ที่ให้ความอนุเคราะห์ตรวจทานและแก้ไขโครงการพิเศษฉบับนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

และท้ายสุดขอขอบคุณ นายชูเกียรติ กริธาดำรงเดช นางสาวพรพรรณ ปิ่นจันทร์ และ นายภักดี รัตนจันทร์ ที่ได้ให้ความช่วยเหลืออย่างดีในงานวิจัยนี้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาของงานวิจัย

ในปัจจุบันมีผู้นำพอลิเมอร์ผสมมาใช้กันมากขึ้น เพราะพอลิเมอร์แต่ละตัวมีคุณสมบัติด้านต่าง ๆ เช่น คุณสมบัติทางเคมี ทางเชิงกล และ ทางความร้อนไม่เหมือนกันทั้งหมด ซึ่งมีทั้งสมบัติเด่น และสมบัติด้อย การนำพอลิเมอร์มาผสมกันเพื่อที่จะเสริมคุณสมบัติที่ด้อยอยู่แล้ว และลดคุณสมบัติด้อยของพอลิเมอร์แต่ละตัวที่มีอยู่ จึงเป็นจุดสนใจจุดหนึ่งของผู้เกี่ยวข้องทางอุตสาหกรรมพอลิเมอร์ และก็เป็นจุดสนใจให้ทีมงานวิจัยนี้ขึ้นมาโดยทำการศึกษาพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนกับพอลิพรอพิลีน (PE/PP) เนื่องจากพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีนมีการใช้กันมาก ราคาถูก และ โครงสร้างคล้าย ๆ กัน ข้อดีของพอลิเอทิลีน คือ เป็นฉนวน สามารถทนความชื้นและสารเคมี ใช้บรรจุอาหารได้ดี และมีราคาถูก แต่มีข้อเสียคือ ขยายตัวมากเมื่อได้รับความร้อน และแตกหัก ยากที่จะเชื่อมต่อกัน ส่วนข้อดีของพอลิพรอพิลีน คือ สัมประสิทธิ์ความเสียดทานต่ำ ทนต่อแรงเค้นสูง และมีความโค้งงอดีเยี่ยม ข้อเสีย คือ สลายตัวต่อรังสี UV และไม่ทนต่อสภาพดินฟ้าอากาศ แต่พอลิเมอร์ทั้งสองไม่สามารถผสมเป็นเนื้อเดียวกันได้ เนื่องจากพอลิเมอร์ทั้งสองมีค่าการละลายต่างกัน ดังนั้นจึงต้องมีการเติมสารช่วยผสม ซึ่งสารช่วยผสมที่ดีต้องมีคุณสมบัติ คือ เป็นสารที่มีโครงสร้างคล้ายกับพอลิเมอร์ทั้งสอง ซึ่งสามารถช่วยให้การผสมของพอลิเมอร์ทั้งสองได้ดียิ่งขึ้น ดังนั้นจึงเลือกพอลิไอโซพรีนมาใช้เป็นตัวช่วยผสมเพราะมีโครงสร้างคล้ายกับเอทิลีนกับพรอพิลีนเชื่อมต่อกัน ต่างกันตรงที่ไอโซพรีนมีพันธะคู่ จึงต้องทำการกำจัดพันธะคู่โดยการไฮโดรจิเนชัน ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ส่วนใหญ่เป็นสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะทรานซิชัน ยกไอโซพรีนที่ผ่านการไฮโดรจิเนชันคาดว่าจะเป็นตัวช่วยผสมที่ดีในพอลิเมอร์ผสมของพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีน

1.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1. B. Susmita,R.Padmavathy,B.Anil,and A.Bhola ทำการศึกษาการไฮโดรจิเนชันโคพอลิเมอร์ชนิด triblock ของ styrene-isoprene-styrene (SIS) โดยใช้ Pd (II) acetate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเลือกไฮโดรจิเนชันที่พันธะคู่ ที่อุณหภูมิ 60°C ความดัน 1.4 MPa ในสารละลายคลอโรฟอร์มและเอซิโตน เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ใช้น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา 40 มิลลิกรัม และพอลิเมอร์หนัก 2 กรัม แล้วตรวจสอบผลที่ได้ด้วยเครื่องอินฟราเรดและนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์พบว่าที่ตำแหน่งไอโซพรีนถูกทำการไฮโดรจิเนชันซึ่งได้เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันเท่ากับ 99% [1]

1.3 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาการไฮโดรจีเนชันของไอโซพรีน
2. เพื่อศึกษาผลของไฮโดรจีเนตพอลิไอโซพรีนที่มีต่อพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีน
3. เพื่อปรับปรุงการผสมเข้ากันของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีน

1.4 ขอบเขตงานวิจัย

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาผลของการไฮโดรจีเนชันของไอโซพรีนและนำไปใช้เป็นตัวช่วยผสม ในพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีน เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกล

1.5 ขั้นตอนวิจัยและดำเนินงาน

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาผลของการไฮโดรจีเนชันของไอโซพรีนและใช้เป็นตัวช่วยผสม ในพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีน โดยการนำไอโซพรีนมาไฮโดรจีเนชัน และตรวจสอบผลที่ได้โดยใช้เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (Nuclear Magnetic Resonance) จากนั้นนำมาเป็นตัวช่วยผสมระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีนแล้วทำการฉีดขึ้นรูปโดยใช้เครื่องฉีดขึ้นรูป (Injection Molding Machine) ทำการทดสอบสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อน

1.6 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. ทราบผลการไฮโดรจีเนชันของไอโซพรีนและลักษณะของไอโซพรีนที่ผ่านการไฮโดรจีเนชัน
2. ทราบผลการใช้ไอโซพรีนเป็นตัวช่วยผสมระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีน
3. ทราบผลการใช้ไอโซพรีนที่ไฮโดรจีเนชันเป็นตัวช่วยผสมระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีน

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง

2.1 ไฮโดรจิเนชัน (Hydrogenation) [2]

ไฮโดรจิเนชันเป็นวิธีการที่มีประโยชน์มากในการเตรียมอัลเคน และเป็นวิธีทั่วไปที่ใช้ในการเปลี่ยนพันธะไม่อิ่มตัวของคาร์บอน-คาร์บอน เป็นพันธะอิ่มตัวของคาร์บอน-คาร์บอน ซึ่งใช้ได้กับสารประกอบเกือบทุกชนิดที่เราต้องการ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและสภาวะที่เหมือนกัน ซึ่งสามารถเปลี่ยนอัลคีนเป็นอัลเคน แอลกอฮอล์ไม่อิ่มตัวเป็นแอลกอฮอล์อิ่มตัว และเอสเทอร์ไม่อิ่มตัวเป็นเอสเทอร์อิ่มตัว การไฮโดรจิเนชันโอเลฟินมักต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาอาจจะเป็น Ni, Pt และ Pd โดยทั่วไปความดันที่ใช้ต้องไม่สูงมาก เว้นแต่การไฮโดรจิเนชันเกิดได้ช้า โอเลฟินที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำๆ เช่น เอทิลีน พรอพิลีน บิวทิลีน เพนเทน และเฮกเซน มักจะไฮโดรจิเนตได้อย่างรวดเร็วในสภาวะไอ โดยผ่านโอเลฟินและไฮโดรเจนบน Ni-containing catalyst ที่ความดันบรรยากาศและอุณหภูมิประมาณ 100-200°C และต้องควบคุมอุณหภูมิให้ต่ำที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ เพราะที่อุณหภูมิสูงๆ จะเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงที่เกี่ยวข้องกับการแตกพันธะของไฮโดรคาร์บอนได้ ส่วนโอเลฟินที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงกว่า จะไฮโดรจิเนตได้ในสภาวะของเหลว อุณหภูมิที่ใช้ 150-200°C เช่น พอลิบิวตะไดอิน (Polybutadiene) ไฮโดรจิเนตโดยใช้ Ni เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 260°C จะได้ hydrorubber (hydropol) ที่มีการปรับเปลี่ยนองศาความไม่อิ่มตัวได้ ซึ่งยังมีคุณสมบัติเด่นเหมือนเทอร์โมพลาสติก โดยเฉพาะคุณสมบัติที่อุณหภูมิต่ำ ความทนน้ำมัน และความแข็งแรงดี

สารพวกโอเลฟินส่วนใหญ่ไฮโดรจิเนตได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 150-200°C ถ้าใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ว่องไว (active) และความดันไฮโดรเจนในช่วง 100-200 atm

ตารางที่ 2.1 สภาวะการไฮโดรจิเนชันของสารประกอบโอเลฟินส์ [2]

Compound	Catalyst	Temperature (°C)	Pressure (Psi)	Product
Allyl alcohol	Nickel	130-170	15	Propyl alcohol
Dibenzalacetone	Platinum	25-80	30-50	Dibenzylacetone
Cinnamic alcohol	Platinum	25	15-50	Cyclohexylpropanol
Furan	Palladium	25	50-100	Tetrahydrofuran
Dihydropyran	Raney Nickel	25	40	Tetrahydropyran
Cinnamic acid	Copper chromium oxide	175	1500	Phenylpropionic acid
Cinnamic acid	Nickel	300	1500	Cyclohexylpropionic acid

เป็นที่น่าสังเกตว่าการไฮโดรจิเนชันกลุ่มโอเลฟินิกในอัลกอฮอล์ คาร์บอนิล เป็นต้น แตกต่างจากไฮโดรคาร์บอนตรงที่ต้องใช้ความระมัดระวังและควบคุมให้เกิดปฏิกิริยาที่ ethylenic linkage เท่านั้นไม่ให้เกิดที่หมู่อื่นๆ การรีดักชันหมู่ที่ไม่อิ่มตัวของอัลกอฮอล์ อัลดีไฮด์และคีโตนสามารถทำได้โดยผ่านไอของสารประกอบและไฮโดรเจนมากเกินพอบนตัวเร่งปฏิกิริยาในสภาวะไอ หรือทำการไฮโดรจิเนชันในสภาวะของเหลวโดยใช้ความดันไฮโดรเจน 3-100 atm หรือมากกว่านั้น

เราสามารถเลือกไฮโดรจิเนชันเฉพาะพันธะ (Selective hydrogenation) ที่ต้องการ โดยการปรับเปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยาและสภาวะได้ เช่น ไฮโดรจิเนชันที่พันธะคู่ของคาร์บอน-คาร์บอน แต่ไม่ไฮโดรจิเนชันที่พันธะคู่ของคาร์บอน-ออกซิเจน และไฮโดรจิเนชันที่พันธะสามของคาร์บอน-คาร์บอน แต่ไม่ไฮโดรจิเนชันที่พันธะคู่ของคาร์บอน-คาร์บอน ซึ่งการไฮโดรจิเนชันเฉพาะพันธะมีความสำคัญในอุตสาหกรรมมาก และต้องเลือกสภาวะที่เหมาะสมทั้งตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิ ความดัน และตัวทำละลาย

ปัจจัยที่มีผลต่อการไฮโดรจิเนชัน

1. อุณหภูมิ

เป็นส่วนที่สำคัญและมีผลต่อปฏิกิริยามากที่สุด อุณหภูมิที่ใช้ควรต่ำกว่า 400°C เพราะที่อุณหภูมิสูงกว่านี้อาจเกิดการสลายตัวได้ ปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันสามารถย้อนกลับได้โดยการเพิ่มอุณหภูมิ ดังนั้นควรทำที่อุณหภูมิที่ต่ำที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ เมื่อผลการทดลองยังเป็นที่น่าพอใจโดยทั่วไปตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นโลหะทรานซิชัน เช่น แพลทินัม และพัลลาเดียม ใช้ทำปฏิกิริยาที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อุณหภูมิห้องถึง 150°C นิกเกิลและทองแดง ใช้ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150-200°C และออกไซด์ของโลหะ ใช้ที่ 250-400°C

2. ความดัน

คล้ายกับอุณหภูมิ ซึ่งมีผลกระทบต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา อัตราการเกิดปฏิกิริยาจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความดัน เพราะในสถานะก๊าซและเพิ่มความดัน เป็นการเพิ่มความเข้มข้น

3. เวลา

โดยปกติเวลาที่ใช้ในการไฮโดรจิเนชัน คือประมาณ 2-5 ชั่วโมง ขึ้นกับปริมาณของสารตั้งต้นก่อนไฮโดรจิเนชัน ตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิ และความดัน

4. สถานะของการเกิดปฏิกิริยา

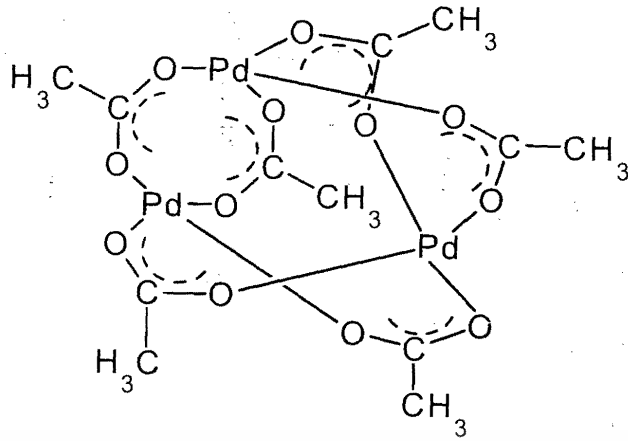
สถานะของเหลว (liquid phase) เหมาะสำหรับสารตั้งต้นที่จะไฮโดรจิเนชัน นอกจากนี้โอกาสของการสัมผัสโดยตรงของตัวเร่งปฏิกิริยาและไฮโดรเจน ทำให้โดยการเขย่าหรือใช้ก๊าซไฮโดรเจนผ่านลงในของเหลว การเพิ่มความดันจะช่วยให้ก๊าซไฮโดรเจนละลายได้มากขึ้นด้วย

การไฮโดรจิเนชันแบ่งได้ 2 ชนิด [3]

1. Heterogeneous hydrogenation เป็นวิธีดั้งเดิม ซึ่งในปัจจุบันใช้กันอย่างแพร่หลาย ตัวเร่งปฏิกิริยาส่วนใหญ่เป็นโลหะ เช่น พัลลาเดียม แพลททินัม นิกเกิล สารละลายของอัลคีนจะถูกเขย่าภายใต้ความดันของก๊าซไฮโดรเจนที่เบาบาง และมีตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่เล็กน้อย ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วและไม่รุนแรง เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยา ตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกกรองออกจากสารละลายได้ง่าย

2. Homogeneous hydrogenation เป็นวิธีการใหม่ที่ปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยา ทำให้สามารถเลือกตำแหน่งไฮโดรจิเนชันที่ต้องการได้ ซึ่ง Heterogeneous hydrogenation ทำไม่ได้ ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของสารอินทรีย์กับโลหะทรานซิชัน ซึ่งจะละลายในสารละลายอินทรีย์ ปฏิกิริยาจะเกิดในวัฏภาคเดียวกัน แต่มีข้อจำกัด คือ การแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากผลิตภัณฑ์ทำได้ยาก

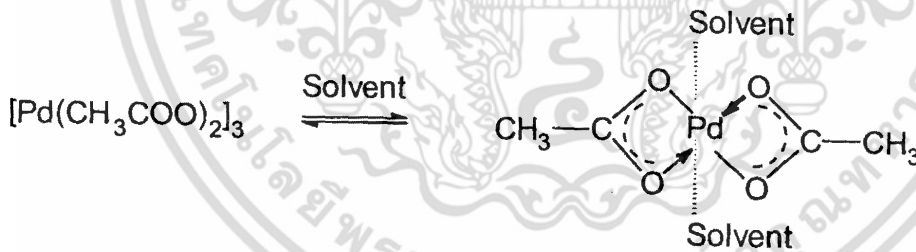
ในที่นี้ เราใช้ Homogeneous catalyst โดยใช้ Palladium (II) acetate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบด้วยโลหะ 3 อะตอมล้อมรอบด้วย 6 ลิแกนด์ (acetate group) ดังรูปที่ 2.1



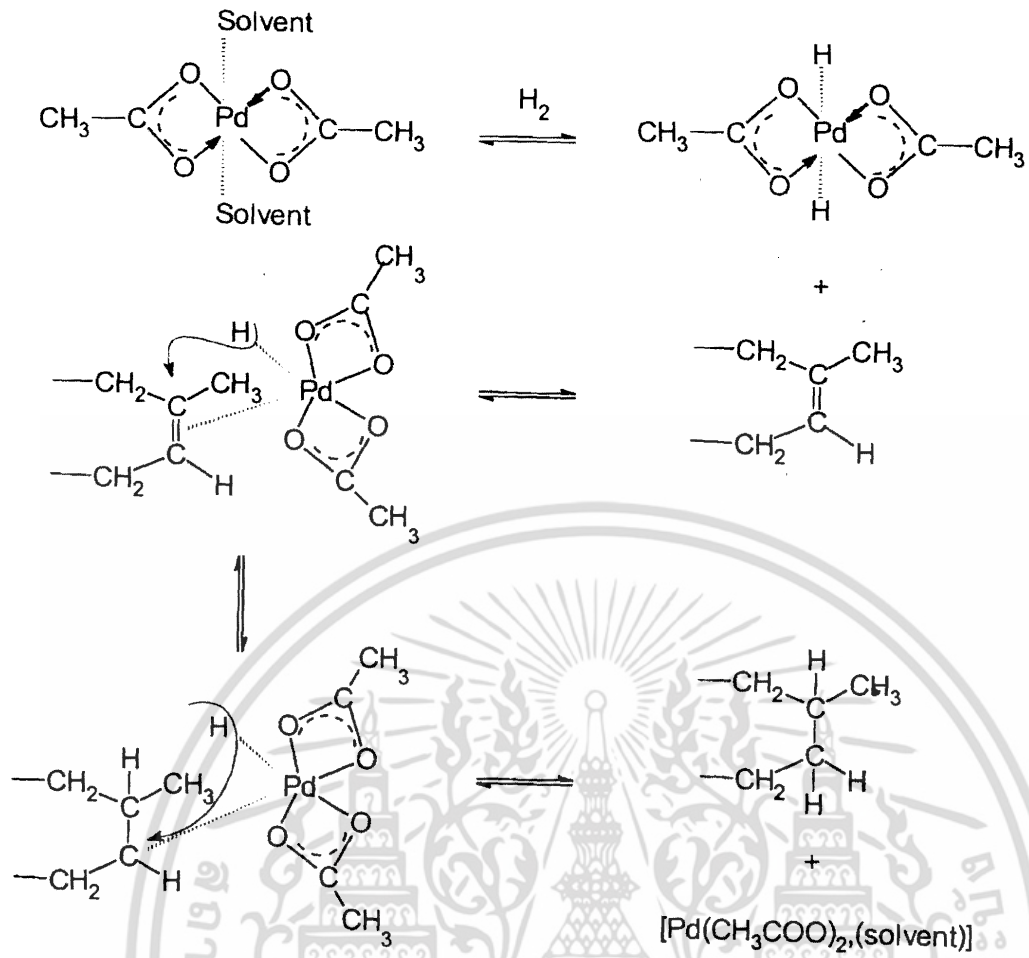
รูปที่ 2.1 แสดงโครงสร้างของ Palladium (II) acetate

กลไกการเกิดไฮโดรจิเนชันโดยใช้ Palladium (II) acetate [1]

เป็นที่ทราบกันดีอยู่แล้วว่า Palladium (II) acetate มีโครงสร้างที่ผิดปกติ ประกอบด้วยโลหะ 3 อะตอมอยู่เป็นสามเหลี่ยมที่มี 6 ลิแกนด์ (acetate group) เมื่อสารเชิงซ้อนละลายในตัวทำละลาย Palladium (II) acetate จะแยกตัวออกมาจัดตัวเป็น monomeric species การแยกตัวจะเกิดได้ง่ายขึ้น ในตัวทำละลายที่มี donor atom และสารละลายจะเข้าแทนที่ตำแหน่งว่างของอะตอมโลหะดังปฏิกิริยา



ตัวเร่งที่ว่องไวนี้จะเข้าทำปฏิกิริยากับไฮโดรเจนเพื่อจัดตัวเป็น metal hydride complex ตามลำดับ และเกิด olefinic bond กับโลหะ และ hydride transfer ไปที่พันธะคู่พร้อมกันเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่อิ่มตัว เมื่อ complex แยกตัวออกไปแล้ว ถือเป็นขั้นตอนที่สำคัญในกระบวนการ acetone เป็นตัวทำละลายที่ให้อิเล็กตรอนที่ดีกว่า ethyl acetate ดังนั้นองศาของการไฮโดรจิเนชันจึงสูงกว่าในสารละลาย acetone ดังปฏิกิริยา

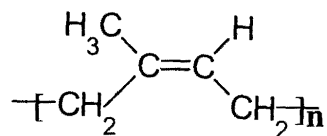


รูปที่ 2.2 แสดงกลไกปฏิกิริยาการเติมไฮโดรเจนของ Pallidium (II) acetate [4]

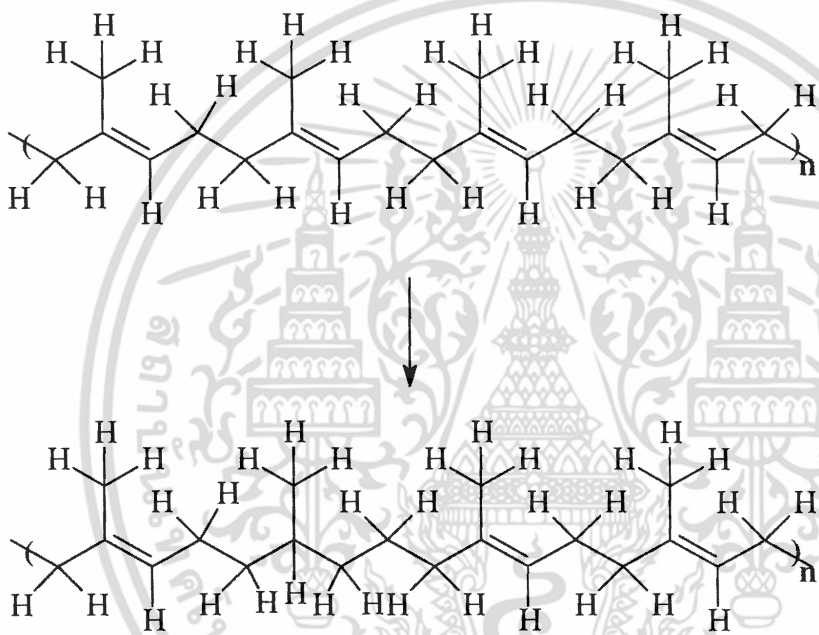
การหาเปอร์เซ็นต์ไฮโดรเจนชั้นของยางไอโซพรีน

เปอร์เซ็นต์ไฮโดรเจนชั้นหาได้จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดร-
 จินชั้นกับอัตราส่วนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัว (Saturated hydrogen) ต่อไฮโดรเจนของ
 ไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว (Unsaturated hydrogen)

ยางไอโซพรีนมีโครงสร้างคือ



จากรูปจะเห็นว่าในหนึ่งหน่วยของยางไอโซพรีนจะมีอัตราส่วนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวเท่ากับ 7:1 แสดงว่าเมื่อไม่มีการไฮโดรจิเนชัน ไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวเท่ากับ 7:1 ถ้าทำการไฮโดรจิเนชันไป 25% แสดงว่าทุกๆ 4 หน่วยของยางไอโซพรีนจะถูกทำการไฮโดรจิเนชัน 1 หน่วย ซึ่งจะเห็นว่าจำนวนของไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวจะลดลง 1 อะตอมและไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวจะเพิ่มขึ้น 3 อะตอมทำให้มีอัตราส่วนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวเท่ากับ 31:3



และในทำนองเดียวกันที่ไฮโดรจิเนชันไป 50% และ 75% จะมีอัตราส่วนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวเท่ากับ 17:1 และ 37:1 ตามลำดับ ส่วนที่ทำการไฮโดรจิเนชัน 100% นั้นจำนวนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวจะเท่ากับ 0 ทำให้อัตราส่วนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวมีค่าอนันต์ ดังนั้นจะได้ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชัน กับอัตราส่วนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวดังแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชัน กับอัตราส่วนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว

%การไฮโดรจิเนชัน	Saturated H/ Unsaturated H
0	7
25	31/3
50	17
75	37
100	∞

จากความสัมพันธ์ดังกล่าวสามารถแก้สมการเพื่อสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชัน กับอัตราส่วนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวโดยใช้สมการ 2.1

$$(y-100)(x-a) = b \quad \dots\dots(2.1)$$

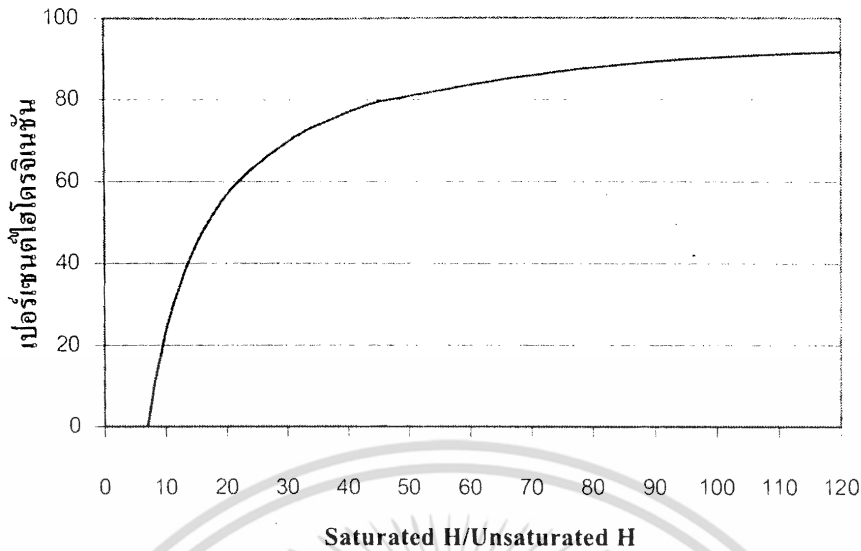
เมื่อ y คือเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชัน

x คืออัตราส่วนไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวต่อไฮโดรเจนของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว

เมื่อแทนค่า x และ y จะได้สมการ

$$y = 100 - 1000/x+3 \quad \dots\dots(2.2)$$

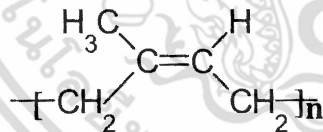
จากสมการนี้สามารถนำไปสร้างกราฟได้ดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 กราฟหาเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชัน

2.2 ยางไอโซพรีน (Isoprene Rubber, IR) [5]

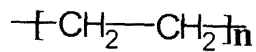
พอลิไอโซพรีนเป็นยางที่ใช้ในจุดประสงค์ทั่วไป มีโครงสร้างเป็นไฮโดรคาร์บอนโซ่ตรงที่ไม่อ้อมตัวคล้ายกับยางธรรมชาติ ดังนี้



เนื่องจากยางไอโซพรีนมีน้ำหนักโมเลกุลสูง ทำให้เกิดการพันกันของสายโซ่มาก และส่งผลให้มีการละลายต่ำ แต่จะสามารถละลายได้ในของเหลวที่มีค่าการละลายใกล้เคียงกัน และสามารถทำปฏิกิริยากับสารเคมีที่มีความว่องไวต่อพันธะคู่ได้ มีโซ่หลักที่ยืดหยุ่นได้มาก จึงทำให้อุณหภูมิสถานะคล้ายแก้ว (T_g) มีค่าต่ำประมาณ -73°C ซึ่งเป็นผลมาจาก stiffening ของกลุ่ม methyl ที่ต่ออยู่กับโซ่หลัก และมีค่าอุณหภูมิหลอมเหลว(T_m)ประมาณ 25°C

2.3 พอลิเอทิลีน (Polyethylene , PE)

สูตร โครงสร้าง



ลักษณะโดยทั่วไปคือเหนียว ouchซึมความชื้นได้น้อยมาก ทนทานต่อสารเคมีได้ดีมาก เป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดีเยี่ยม มีสัมประสิทธิ์ของความเสียดทานต่ำและขึ้นรูปด้วยกระบวนการต่าง ๆ ได้ง่าย พอลิเอทิลีนได้จากกระบวนการพอลิเมอไรเซชันเอทิลีน โดยพอลิเอทิลีนที่ผลิตขึ้นในทางการค้าครั้งแรกเป็นพอลิเอทิลีนแบบความหนาแน่นต่ำ ในปัจจุบันมีพอลิเอทิลีนเกรดต่าง ๆ ตามโครงสร้างโมเลกุลและลักษณะสมบัติตลอดจนการใช้งานได้เป็นกลุ่มต่าง ๆ ดังนี้ [6]

- พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE)
ความหนาแน่น 0.915 – 0.935 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
 - พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น (LLDPE)
ความหนาแน่น 0.910 – 0.925 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
 - พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE)
ความหนาแน่น 0.941 – 0.967 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
 - พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำมาก (VLDPE)
ความหนาแน่น 0.880 – 0.912 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
 - พอลิเอทิลีนน้ำหนักโมเลกุลสูง (HMWPE)
น้ำหนักโมเลกุล 200,000 – 500,000
 - พอลิเอทิลีนน้ำหนักโมเลกุลสูงมาก (UHMWPE)
น้ำหนักโมเลกุล 3,000,000
- นอกจากนี้ยังมีพอลิเอทิลีนชนิดเชื่อมโซ่ โพลีเอทิลีน และ โคออลิเมอร์ต่าง ๆ ของเอทิลีนด้วย

2.3.1. พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (Low Density Polyethylene , LDPE)

ในปี ค.ศ. 1930 เริ่มมีการผลิตพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ ครั้งแรกซึ่งเป็นเม็ดพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดแรกที่นำมาใช้ในทางการค้า กระบวนการผลิตและลักษณะโดยทั่วไปของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำมีดังนี้ [7]

- * ความดันที่ใช้ในกระบวนการผลิตจะสูงมาก 1,000 – 3,000 บรรยากาศ (15,000– 45,000 psi)
- * อุณหภูมิที่ใช้ในปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน 200 – 400 องศาเซลเซียส
- * พอลิเอทิลีนที่ได้มีความหนาแน่นอยู่ในช่วง 0.019 – 0.925 กรัม/ลบ.ซม. การกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลกว้างและมีกิ่งก้านสาขาภายในโมเลกุลมาก
- * ขบวนการที่ใช้ในการผลิตในปัจจุบันมีสองกระบวนการ
 1. Autoclave Process ของ ICI
 2. Tubular Process ของ UCC

ซึ่งทั้งสองกระบวนการจะให้โครงสร้างโมเลกุลที่แตกต่างกันแต่จะสามารถผลิต LDPE ที่มีช่วงความหนาแน่นและช่วงของดรรชนีการไหลเหมือนกันคือ

ความหนาแน่น 0.915 – 0.930 กรัม/ลบ.ซม.

ดรรชนีการไหล 0.1 – 50 กรัม/10 นาที

สมบัติทั่วไป

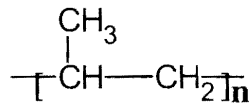
- * ยอมให้ก๊าซซึมผ่านได้เนื่องจากมีส่วนของอสัณฐานซึ่งมีปริมาตรอิสระยอมให้มีการเคลื่อนไหวของโมเลกุลได้ จึงมีช่องว่างพอที่จะให้โมเลกุลของก๊าซซึมผ่านได้
- * การไหลตัวดี
- * ช่วงอุณหภูมิในการใช้งานของผลิตภัณฑ์ที่แปรรูปมาจาก LDPE แคบ โดยมีอุณหภูมิในการหลอมตัวอยู่ในช่วง 98 - 120°C
- * มีค่าความต้านทานแรงกระแทกดีพอสมควร
- * เป็นตัวกันความชื้นได้ดี
- * ฟิล์มที่แปรรูปมาจาก LDPE จะมีความเป็นเงามันดีและมีฝ้าดำ
- * เป็นฉนวนไฟฟ้าที่ค่อนข้างดี

การนำไปใช้งาน

- * ฟิล์มและงานเคลือบหลาย ๆ ชั้น (lamination) เช่น ฟิล์มหดหุ้ม (shrinkwrap) หรือถุงที่ต้องการความใสมาก ๆ
- * งานฉีดแบบ (injection moulding)
- * งานเป่าแบบ (blow moulding)
- * อื่น ๆ เช่น ฟิล์มหลายชั้น (coextrusion) งานรีดท่อ (pipe extrusion) งานเคลือบสายไฟฟ้าและสายเคเบิล (wire and cable coating)

2.4 พอลิพรอพิลีน (Polypropylene, PP)

สูตรโครงสร้าง



สมบัติทั่วไป [8]

- มีลักษณะโครงสร้างเป็นเส้นตรง เป็นพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักเบา จุดหลอมเหลวปานกลาง อยู่ในช่วง 164 – 170 °C
- มีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง 60000 – 200000 ความหนาแน่น 0.9 กรัม/ลบ.ซม.
- ไม่ละลายในตัวทำละลายใด ๆ ที่อุณหภูมิห้อง
- เนื่องจากความเป็นผลึกสูงทำให้พอลิเมอร์มีสมบัติเชิงกลที่ดี
- สามารถทนต่อกรดและเบสเป็นอย่างดี เพื่อต่อปฏิกิริยาเคมีทั่วไปแต่ทนต่อความร้อนแสง และตัวออกซิไดส์น้อยกว่าพอลิเอทิลีน

การนำไปใช้งาน

- ชิ้นส่วนของรถยนต์
- อุปกรณ์เครื่องใช้ในบ้าน
- ใช้ในรูปเส้นใยและฟิล์ม
- พอลิพรอพิลีนที่ใช้ในทางการค้าผสมด้วยสารเติมแต่ง เช่น สี ผงคาร์บอนดำ ใยแก้ว และแอนติออกซิแดนท์ เป็นต้น เพื่อให้สมบัติดีขึ้นเหมาะกับการใช้งาน

ตารางที่ 2.3 แสดงสมบัติบางประการของพอลิเมอร์ที่ใช้ [9]

สมบัติ	LDPE	PP
Specific Gravity	0.91-0.93	0.90-0.91
Crystallinity %	50-70	82
Melt Temperature °C	98-120	165-171
Tensile Strength MPa	4.1-16	31-41
Tensile Modulus GPa	0.10-0.26	1.10-1.55
Elongation to break %	90-800	100-600
Impact Strength	no break	21-53
Heat Deflection Temperature °C	38-49	225-250

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 พอลิเมอร์ผสม (Polymer Blend)

พอลิเมอร์ผสมเป็นการนำพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างแตกต่างกันตั้งแต่สองชนิดขึ้นไปมาผสมเข้าด้วยกันโดยโครงสร้างของพอลิเมอร์หลักทั้งสองชนิดที่นำมาผสมกันอยู่ร่วมกันโดยไม่เกิดพันธะโคเวเลนต์ระหว่างกัน ซึ่งสมบัติของพอลิเมอร์ผสมที่ได้นี้จะแตกต่างจากสมบัติของพอลิเมอร์หลักที่นำมาผสมกัน

พอลิเมอร์ผสมจะแบ่งเป็น 2 ประเภท คือ พอลิเมอร์ที่สามารถรวมเข้ากันเป็นเนื้อเดียว (miscible blend) และ พอลิเมอร์ผสมที่ไม่สามารถรวมเป็นเนื้อเดียวกันได้ (immiscible blend) การผสมเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ผสมสามารถดูได้จากค่าความสามารถในการละลาย (Solubility parameter) ซึ่งเป็นตัวแปรทางเทอร์โมไดนามิกส์ มีหน่วยเป็น $J^{1/2}cm^{-3/2}$ อาจหาได้จากการคำนวณหรือจากการทดลองดังแสดงในตารางที่ 2.4

ถ้าค่า solubility parameter มีค่าใกล้เคียงกันหรือเท่ากัน จะทำให้ค่า $\Delta H_m = 0$ ดังสมการ (2.3)

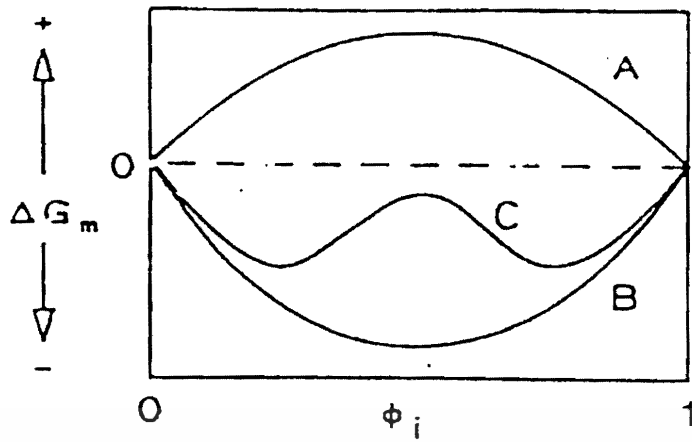
$$\Delta H_m = \phi_1 \phi_2 (\delta_1 - \delta_2)^2 \dots \dots \dots (2.3)$$

เมื่อ ΔH_m	คือ	เอนทาลปี
ϕ_1	คือ	สัดส่วนปริมาตรของพอลิเมอร์ชนิดที่ 1
ϕ_2	คือ	สัดส่วนปริมาตรของพอลิเมอร์ชนิดที่ 2
δ_1	คือ	ค่าความสามารถของการละลายของพอลิเมอร์ชนิดที่ 1
δ_2	คือ	ค่าความสามารถของการละลายของพอลิเมอร์ชนิดที่ 2

และจากสมการ (2.4)

$$\Delta G = \Delta H_m - T\Delta S_m \dots \dots \dots (2.4)$$

เมื่อ $\Delta H_m = 0$ จะทำให้ค่า ΔG เป็นลบ แสดงว่าพอลิเมอร์สามารถผสมเข้ากันได้ดี ในทางกลับกันถ้าค่า $\delta_1 - \delta_2$ แตกต่างกันมาก จะทำให้พอลิเมอร์ผสมเข้ากันไม่ได้ดังแสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 แสดงค่าพลังงานอิสระในการผสมสองส่วนประกอบเข้าด้วยกัน [10]

เมื่อ A แสดงถึงความเข้ากันไม่ได้ของพอลิเมอร์

B แสดงถึงความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์

C แสดงถึงความเข้ากันได้บางส่วนของพอลิเมอร์

ตารางที่ 2.4 แสดงค่าความสามารถในการละลายของพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีน (Solubility Parameter) [11]

พอลิเมอร์	$\delta_{\text{exp.}} (J^{1/2}/\text{cm}^{3/2})$	$\delta_{\text{calc.}} (J^{1/2}/\text{cm}^{3/2})$
พอลิเอทิลีน	15.8-17.1	16.0
พอลิพรอพิลีน	16.8-18.8	17.0

วัตถุประสงค์ของพอลิเมอร์ผสม

1. เพื่อปรับปรุงให้มีสมบัติดีขึ้นในราคาที่เหมาะสมโดยเป็นการขยายขีดความสามารถในการนำไปใช้ประโยชน์ของพอลิเมอร์ที่มีราคาแพง

2. เพื่อให้ได้พอลิเมอร์ผสมที่มีสมบัติเหมาะสมในการนำไปใช้งาน

2.6 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

2.6.1 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC)

เทคนิค DSC เป็นเทคนิคการวิเคราะห์สารด้วยความร้อนที่นิยมใช้อย่างกว้างขวาง เครื่อง DSC-50 ที่ใช้วิเคราะห์ในโครงการนี้เป็นชนิด Heat Flux DSC ที่มีหลักการทำงานเช่นเดียวกับ Differential Thermal Analysis (DTA) สารตัวอย่างและสารอ้างอิงจะอยู่บนเทอร์โมคัพเพิลที่ต่อกับเตาเผา เมื่อให้ความร้อนแก่สารตัวอย่างและสารอ้างอิงที่เฉื่อยหรือทำให้สารเย็นลง จะเกิดการเปลี่ยนแปลงในสารตัวอย่าง ทำให้อุณหภูมิของสารตัวอย่าง (Ts) และสารอ้างอิง (Tr) แตกต่างกัน เมื่อวัดความแตกต่างของอุณหภูมิ (Ts – Tr) แล้วพล็อตเทียบกับเวลาหรืออุณหภูมิ จะได้เส้นกราฟของ DSC ค่าความแตกต่างของอุณหภูมินี้จะเป็นสัดส่วน กับความแตกต่างของความร้อนที่ไหลสู่ตัวอย่างและสารอ้างอิง เมื่อพล็อตค่าความร้อนในหน่วย mW (mJ/sec; 1 mJ/sec = 0.21 mCal/sec) กับอุณหภูมิ พิกที่อยู่เหนือแกนแสดงถึงการคายความร้อน และพิกที่อยู่ใต้แกนแสดงถึงการดูดกลืนความร้อน โดยปริมาณความร้อนคำนวณได้จากพื้นที่ใต้พิก

2.6.2 เครื่อง Polarised Light Microscope

เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาพอลิเมอร์ที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน ง่าย รวดเร็วและไม่ทำลายคุณสมบัติของชิ้นงาน สามารถแยกวัตถุที่มีขนาด 1 μm ออกจากกันได้ เมื่อชิ้นงานมีขนาดเท่ากับชิ้นงานที่นำมาตรวจสอบควรมีความบาง แต่เนื่องจากยากที่จะเตรียมความหนาที่ใช้จะอยู่ในช่วง 5 – 10 μm ชิ้นงานจะถูกปิดทับด้วยตัวกลางที่แสงผ่านได้ซึ่งใช้แก้ว ลักษณะของชิ้นงานควรจัดให้มีความสมดุลระหว่างความคมชัดของภาพและความแตกต่างของสี

เทคนิคที่ใช้ในการแยกวัตถุภาค

1.Polarise light contrast สามารถใช้แยกวัตถุที่มีการจัดเรียงตัวต่างกัน เช่น ออสซิลอน หรือ ความเป็นผลึก แต่ไม่เหมาะกับระบบที่มีการจัดเรียงตัวมากกว่า 1 วัตถุภาค ใช้ได้ดีกับพวก เส้นใย และใช้ร่วมกับเทคนิคอื่น ๆ ได้

2.Phase contrast เหมาะกับชิ้นงานที่มีความบาง (< 10 nm) และ การเปรียบเทียบค่า โดยความแตกต่างของสีปรากฏที่บริเวณขอบ

3.Differential interference contrast ใช้การเปรียบเทียบระหว่างวัตถุภาค มีความสามารถในการแยกได้ดี เหมาะกับวัตถุที่เป็น birefringent

4.Fluorescence เป็นเทคนิคที่มีความไวใช้ตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมีได้ เช่นการเกิดการเปลี่ยนสภาพ ทำให้เกิดโครงสร้างที่เป็นพันธะคู่สลับพันธะเดี่ยว ซึ่งทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่

2.6.3 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโคปี (NMR) [12]

นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโคปี เป็นเทคนิคที่วัดระดับพลังงานที่แตกต่างกันของนิวเคลียสที่อยู่ภายใต้อิทธิพลของสนามแม่เหล็ก

นิวคลีโอ (nuclei) ของธาตุบางชนิดมีสมบัติของแม่เหล็ก เนื่องจากตัวมันมีประจุและประพจน์ตัวเหมือนกับหมุนอยู่ตลอดเวลา เราสามารถศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางแม่เหล็กของนิวคลีโอเหล่านี้ได้เมื่อนำนิวคลีโอไปวางในสนามแม่เหล็ก ตัวอย่างของนิวคลีโอที่มีสมบัติแม่เหล็กได้แก่ ^1H , ^{13}C , ^{14}N , ^{15}N , ^{17}O , ^{19}F , ^{31}P เป็นต้น

ตัวอย่างที่เห็นชัดที่สุด คือ นิวคลีโอ ^1H และ ^{13}C ซึ่งนิวคลีโอเหล่านี้จะประพจน์ตัวเหมือนกับเป็นแม่เหล็กอันเล็กๆในสนามแม่เหล็ก และจะจัดเรียงตัวอยู่ในแนวของเส้นแรงแม่เหล็ก แต่เนื่องจากข้อจำกัดทางด้านควอนตัมของนิวคลีโอทำให้การจัดตัวนิวคลีโอ ^1H และ ^{13}C อยู่ในลักษณะที่เป็นไปได้ 2 แบบ คือ จัดตัวตามทิศทางเดียวกับสนามแม่เหล็ก (พวกที่มีพลังงานต่ำ) หรือจัดตัวทิศทางตรงข้ามกับสนามแม่เหล็ก (พวกที่มีพลังงานสูง)

เนื่องจากนิวคลีโอของ ^1H แต่ละตัวในสารตัวอย่างอยู่ในสภาวะแวดล้อมที่ต่างกัน จึงทำให้มีความหนาแน่นของอิเล็กตรอนแตกต่างกัน ดังนั้น ^1H เหล่านี้จะไม่เกิดเรโซแนนซ์ที่ 100MHz เท่ากันทุกตัวแต่ละจะเกิดเรโซแนนซ์ที่ความถี่คลื่นวิทยุแตกต่างจาก 100 MHz เล็กน้อย ซึ่งเราเรียกปรากฏการณ์นี้ว่า chemical shift โดยทั่วไปการบอก chemical shift ใน NMR นั้นมักบอกโดยการเทียบกับความถี่ของสารมาตรฐาน เช่น เททระเมทิลซิลเลน (tetramethyl silane, Me_4Si) ใช้ตัวย่อว่า TMS หรือเกลือโซเดียมของ 4,4-ไดเมทิล-4-ซิลาเพนเทนซัลโฟนิค แอซิด (4,4-dimethyl-4-silapentane sulphonic acid) ใช้ตัวย่อว่า DDS

TMS นิยมใช้ในตัวอย่างละลายที่ไม่ใช่ น้ำ และสามารถใช้ได้เป็นสารมาตรฐานได้ทั้ง ^1H และ ^{13}C หมู่เมทิลทั้งหมดจะเกิดเรโซแนนซ์ที่เดียวกัน แม้จะใช้ในปริมาณที่น้อยก็ยังสามารถเห็นสัญญาณได้อย่างชัดเจนแล้ว นอกจากนี้ฟีกของ TMS ยังอยู่ห่างจากฟีกของโปรตอนส่วนใหญ่ และเกิดเรโซแนนซ์ที่สนามแม่เหล็กมีค่าสูงกว่าโปรตอนในสารประกอบอินทรีย์ส่วนมาก นอกจากนี้ TMS ยังเป็นสารเฉื่อยไม่ทำปฏิกิริยาเคมีกับสารอินทรีย์ส่วนอื่นๆ และ TMS มีจุดเดือดต่ำ สามารถกำจัดออกจากสารละลายได้ง่าย จึงทำให้ TMS เป็นที่นิยมใช้กันโดยทั่วไป และกำหนดให้ฟีกของ TMS เป็น 0 ppm

การหาค่า δ

$$\delta = \frac{\text{chemical shift in Hz from TMS}}{\text{Spectrometer Frequency in Hz}} \times 10^6$$

สำหรับโปรตอนส่วนใหญ่ ค่า δ จะอยู่ในช่วงจาก 0 ถึงประมาณ 20 ppm

นิวคลีโอไอที่เกิดปรากฏการณ์ทาง NMR ได้ต้องเป็นนิวคลีโอไอที่มีสปินควอนตัมเต็มจำนวนมากกว่า 0 ซึ่งสปินควอนตัมเต็มจำนวน I นี้มีความสัมพันธ์กับเลขมวล (mass number) และเลขอะตอม (atomic number) ของนิวคลีโอไอดังต่อไปนี้

เลขมวล	เลขอะตอม	สปินควอนตัมเต็มจำนวน
เลขคี่	เลขคี่หรือเลขคู่	$1/2, 3/2, 5/2, \dots$
เลขคู่	เลขคู่	0
เลขคู่	เลขคี่	$1, 2, 3, \dots$

2.6.4 เครื่องฉีดขึ้นรูป (Injection molding)

การฉีดขึ้นรูปเป็นเทคโนโลยีการแปรรูปที่สำคัญ และใช้กันอย่างกว้างขวาง มีความสะดวกในการผลิตผลิตภัณฑ์พลาสติก ข้อดีของการฉีดขึ้นรูป เมื่อเปรียบเทียบกับเทคโนโลยีการแปรรูปชนิดอื่นๆ ก็คือความสามารถในการผลิตชิ้นงานพลาสติกที่มีขนาดต่างๆ ไม่ว่าจะมีความเล็กหรือใหญ่ โดยใช้เครื่องฉีดพลาสติกที่สามารถทำงานได้อย่างอัตโนมัติ และมีความสะดวกในการป้อนวัตถุดิบ จึงทำให้กระบวนการฉีดขึ้นรูปสามารถทำการผลิตได้ในอัตราสูง

การฉีดขึ้นรูปเป็นกระบวนการที่ทำให้เกิดพลาสติกหลอมในปริมาณที่กำหนด จากนั้นจะทำการฉีดพลาสติกหลอมเข้าไปในแม่พิมพ์ เพื่อทำให้เกิดเป็นรูปร่างของชิ้นงานตามที่ต้องการ หลังจากหล่อเย็นชิ้นงานแล้ว แม่พิมพ์จะเปิดออก และชิ้นงานจะถูกกระทุ้งออกมา จากนั้นแม่พิมพ์จะปิดอีกครั้งหนึ่ง เพื่อเตรียมเริ่มวัฏจักรใหม่ของการฉีดขึ้นรูปต่อไป

เครื่องฉีดพลาสติกจะใช้เกลียวหนอนในการควบคุมการหลอมพลาสติกก่อนที่จะทำการฉีดเข้าไปยังช่องว่างของแม่พิมพ์ เกลียวหนอนจะหมุนเพื่อลำเลียงและหลอมพลาสติกที่ถูกส่งมาจากกรวยป้อนเม็ดพลาสติก พลาสติกหลอมจะถูกสะสมอยู่ด้านหน้าของกระบอกฉีด จากนั้นเกลียวหนอนจะเคลื่อนที่ถอยหลังจนกระทั่งได้น้ำหนักของการฉีดพลาสติกหลอมตามต้องการ และการฉีดพลาสติกหลอมจะเริ่มขึ้นในขณะที่เกลียวหนอนเคลื่อนที่ไปข้างหน้า

พลาสติกหลอมจะถูกฉีดผ่านหัวฉีดที่ประกอบติดกับตอนปลายของกระบอกฉีดผ่านเข้าไปยังช่องทางเข้าของแม่พิมพ์ แม่พิมพ์จะยึดติดอยู่บนแท่นยึดแม่พิมพ์ซึ่งด้านหนึ่งจะถูกยึดติดอยู่กับที่

ในขณะที่อีกด้านหนึ่งสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างอิสระตามเพลลา ทำให้แม่พิมพ์สามารถปิดและเปิดออกได้

การหล่อเย็นแม่พิมพ์จะเกิดจากการถ่ายเทความร้อนจากพอลิเมอร์หลอมผ่านผนังของแม่พิมพ์ที่เย็น ซึ่งจะทำให้พลาสติกเย็นตัวลง และแข็งตัวถึงจุดที่จะสามารถกระทุ้งออกจากแม่พิมพ์ได้ การเย็นตัวของพลาสติกที่แตกต่างกัน จะทำให้เกิดการจัดเรียงโครงสร้างในโมเลกุลแตกต่างกัน



บทที่ 3

การทดลอง

3.1 แผนงานการศึกษา

โครงการพิเศษนี้เป็นการศึกษาและวิจัยผลของการไฮโดรจิเนชันยางไอโซพรีนซึ่งนำไปใช้เป็นตัวช่วยผสมในพอลิผสมระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีน โดยมีขอบเขตดังนี้

ตอนที่ 1 การไฮโดรจิเนชันยางไอโซพรีน

1. ศึกษาการไฮโดรจิเนชันยางไอโซพรีน
2. ศึกษาสัณฐานวิทยาและโครงสร้างของยางไอโซพรีนก่อนและหลังการทำไฮโดรจิเนชัน

ตอนที่ 2 พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนและพอลิพรอพิลีน

1. เพื่อศึกษาปริมาณตัวช่วยผสมที่เหมาะสม
2. ศึกษาสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสม
3. ศึกษาสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสม

3.2 สารเคมี

1. ยางไอโซพรีน (Isoprene rubber)
2. พอลิเอทิลีน (Polyethylene) ชนิดความหนาแน่นต่ำ
3. พอลิพรอพิลีน (Polypropylene)
4. พัลลาเดียม (II) แอซิเตต (Pd (II) acetate)
5. คลอโรฟอร์ม (Chloroform)
6. แอซิโตน (Acetone)
7. ไซลีน (Xylene)
8. เมทานอล (Methanol)
9. แคลเซียมคลอไรด์ที่ปราศจากน้ำ (Anhydrous CaCl_2)
10. ไนโตรเจนเหลว (Liquid nitrogen)
11. ก๊าซไฮโดรเจน (Hydrogen gas)

3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ภาชนะสังเคราะห์ความดันสูง
2. ตู้อบ
3. ตู้อบสุญญากาศ
4. บีกเกอร์
5. เครื่องชั่ง
6. ช้อนตักสาร
7. ชุดกรองลดความดัน
8. กระจกนาฬิกา
9. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกวาด (Scanning Electron Microscope)
10. เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer)
11. เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter)
12. เครื่องฉีดขึ้นรูป (Injection Molding Machine)
13. เครื่องทดสอบแรงดึง (Tensile tester)
14. เครื่องวัดแรงกระแทก (Izod Impact tester)
15. ขวดรูปชมพู
16. เทอร์โมมิเตอร์
17. เครื่องเขย่า
18. เครื่องปั่นกวนและแท่งแม่เหล็ก
19. เครื่อง Polarised Light Microscope

3.4 วิธีการทดลอง

1. การไฮโดรจีเนชัน

1.1 การเตรียมตัวทำละลาย

แอซิโตนและคลอโรฟอร์มที่ใช้ในการทดลอง ต้องทำให้ปราศจากน้ำโดยการเติม Anhydrous CaCl_2 ที่มากเกินไปแล้วกรอง CaCl_2 ออก

1.2 การทำยางให้บริสุทธิ์

ยางไอโซพรีนที่ใช้ในการทดลองจะต้องนำมาทำให้บริสุทธิ์ โดยละลายในคลอโรฟอร์ม แล้วตกตะกอนในเมทานอล นำไปอบในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

1.3 การทำปฏิกิริยา

ละลายยางที่ทำให้บริสุทธิ์แล้ว (2 กรัม) ในแอซิโตนและคลอโรฟอร์ม (50+50 มิลลิลิตร) จากนั้นเติมพัลลาเดียม (II) แอซิเตด (40 มิลลิกรัม) นำสารละลายผสมที่ได้ใส่ในภาชนะสังเคราะห์ ความดันสูง(autoclave) ดูดอากาศภายในออกโดยปั๊มสุญญากาศ แล้วอัดก๊าซไฮโดรเจน นำไปเขย่า ด้วยเครื่องเขย่าที่ความเร็ว 60 รอบต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที โดยอุณหภูมิและความดันที่ใช้ใน ปฏิกิริยากำหนดดังตาราง 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงสภาวะและสารเคมีที่ใช้ในการไฮโดรจีเนชันยางไอโซพรีน

ตัวอย่างที่	น้ำหนัก ยาง(g)	น้ำหนักCat. (mg)	เวลา (min)	อุณหภูมิ (°C)	ความดัน (bar)	Solvent
1	2	40	60	60	14	Chloroform
2	2	40	60	60	14	Chloroform
3	2	40	60	60	7	Chloroform +Acetone
4	2	40	60	40	14	Chloroform +Acetone
5	2	40	60	60	14	Chloroform +Acetone
6	2	40	60	60	7	Chloroform +Acetone

จากนั้นทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ค่อยๆปล่อยก๊าซไฮโดรเจนออก กรองตัวเร่งปฏิกิริยาออก จากสารละลาย แล้วนำสารละลายที่ได้ตกตะกอนด้วยเมทานอล นำตะกอนไปอบในตู้อบ สุญญากาศที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

2. การเตรียมพอลิเมอร์ผสม

ซึ่งพอลิเมอร์และยางตามปริมาณที่แสดงดังตารางที่ 3.2 ใส่ในถังปฏิกรณ์ขนาด 2 ลิตร เติม ไซลีน 1 ลิตร ทำการปั่นกวน และให้ความร้อน 100 °C จนละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นระเหย ตัวทำละลายออก นำไปอบในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ซึ่งพอลิเมอร์ที่ ได้จะนำไปฉีดขึ้นรูปเพื่อทดสอบสมบัติเชิงกลต่อไป

ตารางที่ 3.2 แสดงการเตรียมพอลิเมอร์ผสม

สูตรที่	PP (g)	LDPE (g)	Isoprene (g)	Hydrogenated isoprene (g)
1	100	100	0	0
2	99.5	99.5	1	0
3	99.0	99.0	2	0
4	98.5	98.5	3	0
5	97.5	97.5	5	0
6	95.0	95.0	10	0
7	99.5	99.5	0	1
8	99.0	99.0	0	2
9	98.5	98.5	0	3

3. การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบสมบัติต่างๆ

3.1 NMR

นำตัวอย่างยางไปวิเคราะห์ด้วย NMR โดยใช้ Deterated chloroform ($CDCl_3$) เป็นตัวทำละลาย

3.2 ทดสอบด้วยเครื่อง DSC

ชั่งพลาสติกใน pan สำหรับทดสอบด้วยเครื่อง DSC จำนวน 5 – 10 mg ให้ทราบปริมาณสารที่แน่นอน แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 20 องศาเซลเซียส / นาที อุณหภูมิสูงสุด 200 องศาเซลเซียส และอัตราให้ความเย็น 20 องศาเซลเซียส / นาที

จากนั้นทำการศึกษาอุณหภูมิการตกผลึก (T_c) อุณหภูมิการหลอมเหลว (T_m) และพื้นที่ใต้กราฟ การคำนวณหาความร้อนของการตกผลึก (H_c) และ ความร้อนของการหลอมเหลว (H_f) ต่อน้ำหนักสารตัวอย่าง ดังนี้

$$H = \frac{\text{พื้นที่ใต้กราฟ (mJ)}}{\text{น.น.สารตัวอย่าง (mg)}}$$

และเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึก (% Crystallinity) สามารถคำนวณได้จาก

$$\% \text{ Crystallinity} = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^\circ} \times 100$$

โดย ΔH_f คือ ความร้อนในการหลอมผลึกตัวอย่าง

ΔH_f° คือ ความร้อนในการหลอมผลึกพอลิเมอร์บริสุทธิ์

เมื่อพอลิเอทิลีนที่มีความเป็นผลึก 100% ซึ่งมีค่า 293 J/g [13]

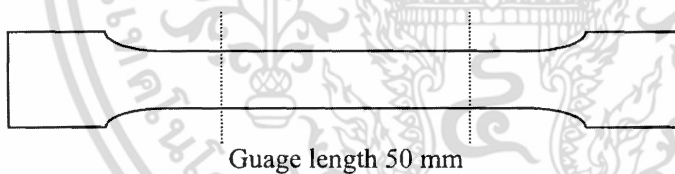
และพอลิพรอพิลีนที่มีความเป็นผลึก 100% ซึ่งมีค่า 163 J/g

3.3 ทดสอบด้วยเครื่อง Polarised Light Microscope

เป็นเทคนิคที่ใช้ในการตรวจวิเคราะห์รูปร่างและขนาดของ สเฟียรูไลท์ของพอลิเมอร์ โดยตั้งอุณหภูมิของ Hot Plate 180 องศาเซลเซียส นำแผ่นพอลิเมอร์บาง ๆ ที่ตัดไว้ วางบนแผ่น สไลด์และปิดทับด้วย Cover slip รอนจนกระทั่งพอลิเมอร์หลอมตัว ใช้ปลายนิ้วแตะบน Cover slip ทิ้งไว้ให้เกิดการเย็นตัว เพื่อให้เกิดแผ่นฟิล์มที่บางที่สุด แล้วนำมาถ่ายภาพโดยปรับเปลี่ยนระยะเพื่อให้ภาพคมชัดที่สุด ตามมาตรฐานการทดสอบ ASTM D2117-82

3.4 สมบัติความทนต่อแรงดึง (Tensile Strength)

นำพอลิเมอร์ผสมที่ได้ไปฉีดขึ้นรูป dumbell ดังรูป 3.1



รูปที่ 3.1 แสดงลักษณะชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึง



รูปที่ 3.2 แสดงลักษณะชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงกระแทก

ด้วยเครื่องฉีดขึ้นรูป (Injection molding machine, Cosmo รุ่น TTI 220/80 HITEC; Welltec Industrial Equipment) โดยนำพอลิเมอร์ผสมที่ได้นำมาบดด้วยเครื่องบด จากนั้นนำมาใส่ในเครื่องฉีดขึ้นรูป เครื่องฉีดขึ้นรูปจะทำการหลอมพอลิเมอร์และฉีดเป็นชิ้นงาน สภาวะที่ใช้ดูในภาคผนวก ในการทดสอบด้วยเครื่องทดสอบแรงดึง (Tensile tester ,LLOYD รุ่น LR 30 K;LLOYD Instrument) ใช้ความเร็วในการดึง 300 mm./min ระยะของการจับชิ้นงาน(Gauge length) 50 มิลลิเมตร ที่อุณหภูมิห้องตามมาตรฐานการทดสอบ ASTM D638-87b เพื่อหาค่า Yield Strength Young's Modulus at 1% Elongation

3.5 สมบัติความทนต่อแรงกระแทก (Impact Strength)

นำชิ้นงานที่เตรียมเป็นรูป notch izod ดังรูปที่ 3.2 มาทดสอบด้วยเครื่องวัดแรงกระแทก (Izod impact tester, Yasuda รุ่น 7697 ; Yasuda Seiki Seisakusho) จะได้ค่าความทนต่อแรงกระแทกในหน่วย kJ/m^2 ที่อุณหภูมิห้องตามมาตรฐานทดสอบ ASTM D256-87

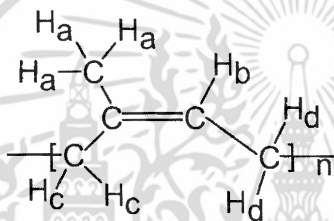
บทที่ 4

ผลการทดลอง

เนื่องจากพอลิเมอร์ผสมเป็นการนำเอาพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างแตกต่างกันมาผสมกัน โดยไม่เกิดพันธะเคมีต่อกัน ซึ่งความสามารถในการเข้ากันได้นั้น สามารถพิจารณาได้จากค่า solubility parameter ซึ่งพบว่าพอลิเมอร์ผสมยังเข้ากันได้ไม่ตีพอ ดังนั้นจึงมีการปรับปรุงการเข้ากันของพอลิเมอร์ผสม โดยเติมสารช่วยผสม จากการทดลองสามารถแบ่งผลการทดลองได้ดังนี้

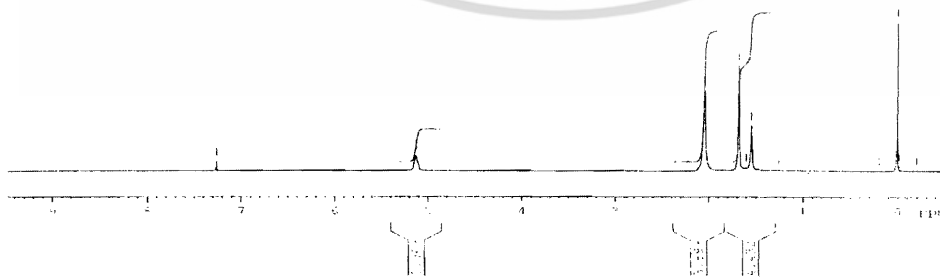
4.1 การศึกษาโครงสร้างของยางไอโซพรีน

จากสูตรโครงสร้างของไอโซพรีน



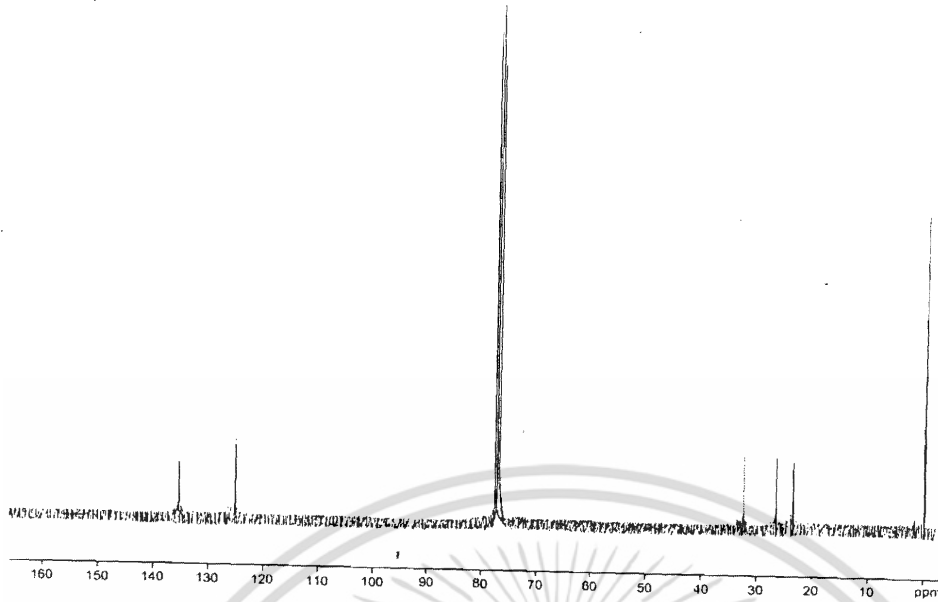
เมื่อนำไปทดสอบด้วย NMR จะพบ chemical shift ที่ 5.1 ppm ซึ่งเป็นของโปรตอนที่อยู่กับพันธะคู่ (H_b) และที่ 1.6-2.0 ppm (H_a, H_c, H_d) เป็นของโปรตอนที่อยู่กับคาร์บอนที่อิ่มตัวรูปที่ 4.1

isoprene



รูปที่ 4.1 แสดงผล 1H NMR ของยางไอโซพรีน

isoprene



รูปที่ 4.2 แสดงผล ¹³C NMR ของยางไอโซพรีน

DU=u. USER=service. NAME=isoprene. EXPNO=2. PROCNO=1
F1=11.000ppm, F2=-1.000ppm. MI=0.00cm, MAXI=10000.00cm, PC=1.000

#	ADDRESS	FREQUENCY [Hz]	[PPM]	INTENSITY	HISTOGRAM
1	7265.5	2178.417	7.2582	1.12	*
2	14260.9	1538.485	5.1261	2.97	**
3	24384.6	612.369	2.0403	9.50	*****
4	24895.0	565.678	1.8848	0.15	
5	25572.2	503.734	1.6784	12.50	*****
6	25824.0	480.693	1.6016	0.42	
7	26012.2	463.480	1.5443	1.12	*
8	26943.0	378.333	1.2606	0.12	
9	30435.1	58.879	0.1962	0.06	
10	31030.4	4.413	0.0147	2.48	**
11	31078.7	0.000	0.0000	18.06	*****
12	31115.0	-3.317	-0.0111	0.62	*
13	31728.3	-59.426	-0.1980	0.09	

รูปที่ 4.3 แสดงผลความถี่ของ ¹H ของยางไอโซพรีน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และสามารถคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันได้จากสมการ (2.2) คือ

$$y = 100 - \frac{1000}{x+3}$$

เมื่อ $y = \% \text{ Hydrogenation}$

$x =$ จำนวนโปรตอนของพันธะอิมิตัวต่อจำนวนโปรตอนของพันธะคู่

จากรูปที่ 4.3 จำนวนโปรตอนของพันธะอิมิตัวต่อจำนวนโปรตอนของพันธะคู่เท่ากับ $22.57 : 2.97 \cong 7$ เมื่อนำไปแทนในสมการ 2.2 จะได้ค่า y เท่ากับ 0 ซึ่งถือว่าไม่มีการไฮโดรจิเนชัน แสดงว่าเป็นยางไอโซพรีน ผลการไฮโดรจิเนชันคำนวณได้ดังตาราง 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงผลการไฮโดรจิเนชัน

ตัวอย่าง	กรอง	สี	%ไฮโดรจิเนชัน
1	ไม่ได้	ดำ	29.7
2	ไม่ได้	ดำ	26.5
3	ไม่ได้	ดำ	28.0
4	ไม่ได้	ดำ	20.4
5	ได้	ขาว	24.8
6	ได้	ขาว	26.0

จากผลการทดลองพบว่า ตัวอย่างที่ 1-4 ไม่สามารถนำมาใช้ได้ เพราะไม่สามารถแยก Pd ออกมาได้ เมื่อนำไปใช้เป็นตัวช่วยผสมอาจทำให้เกิดผลข้างเคียงได้ ซึ่งตัวอย่างที่เราสามารถใช้ได้ก็คือ ตัวอย่างที่ 5 และ 6 ซึ่งตัวอย่างที่ 6 ให้เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันมากกว่าคือ 26 % จึงนำไปใช้เป็นตัวช่วยผสมในพอลิเมอร์

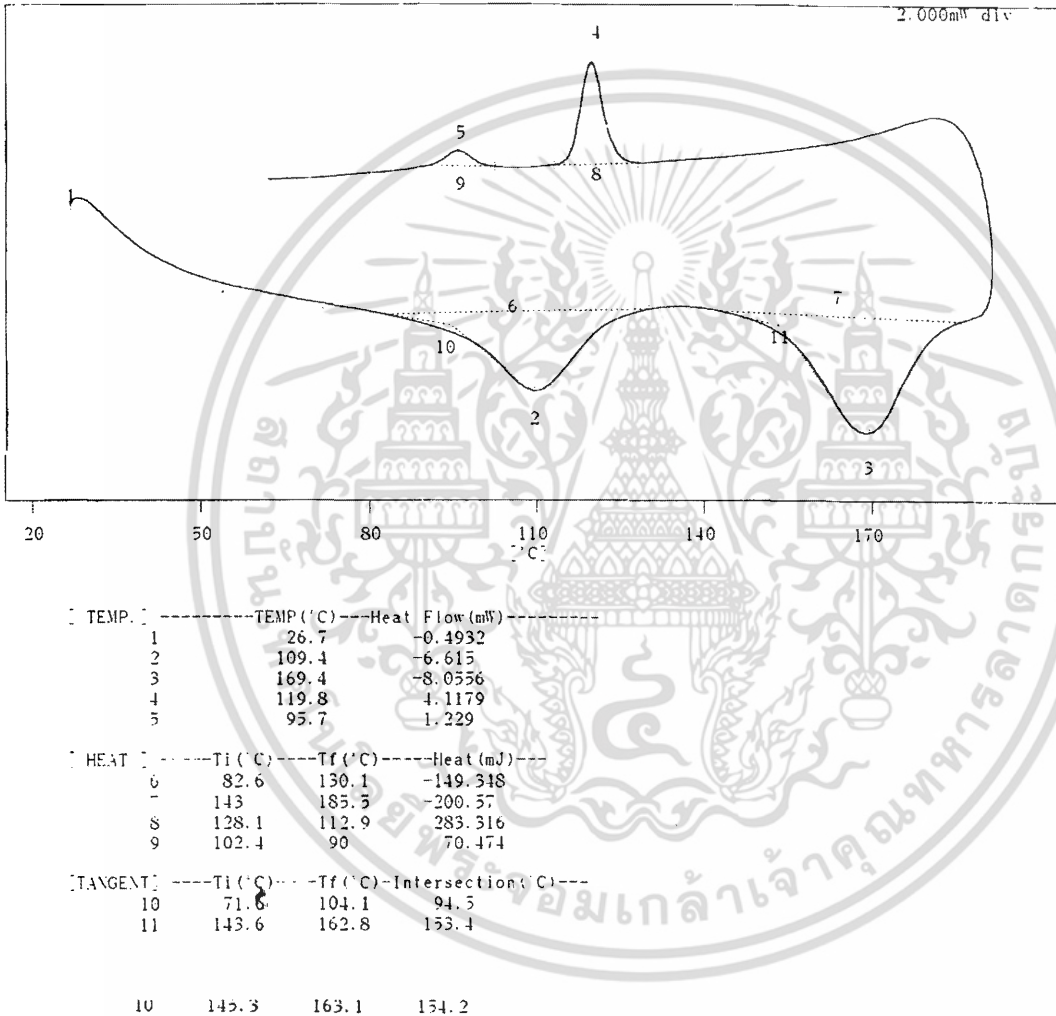
4.2 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสม

จากการทดลองด้วย DSC จะได้สัญญาณดังรูปที่ 4.4

DATE (y m d) : 99/02/18
 SAMPLE NAME : 0'sIR
 COMMENT :
 SAMPLE QUANTITY : 7.2 mg
 MODULE TYPE : DSC
 SAMPLING INT. : 1 sec

● TEMPERATURE PROGRAM ●

	dT	dt	T(hold)	τ(hold)	ΔT(add)	n(repeat)
1:	20		200	0	0	0
2:	-20		40	0	0	0
3:	0		0	0	0	0
4:	0		0	0	0	0
5:	0		0	0	0	0



รูปที่ 4.4 แสดงผลของ DSC

จาก DSC Thermogram สามารถหาเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึก ได้จากสมการ 4.1

$$\% \text{ Crystallinity} = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4.1)$$

ซึ่ง ΔH_f ของ PE = 293 J/g

ΔH_f ของ PP = 163 J/g

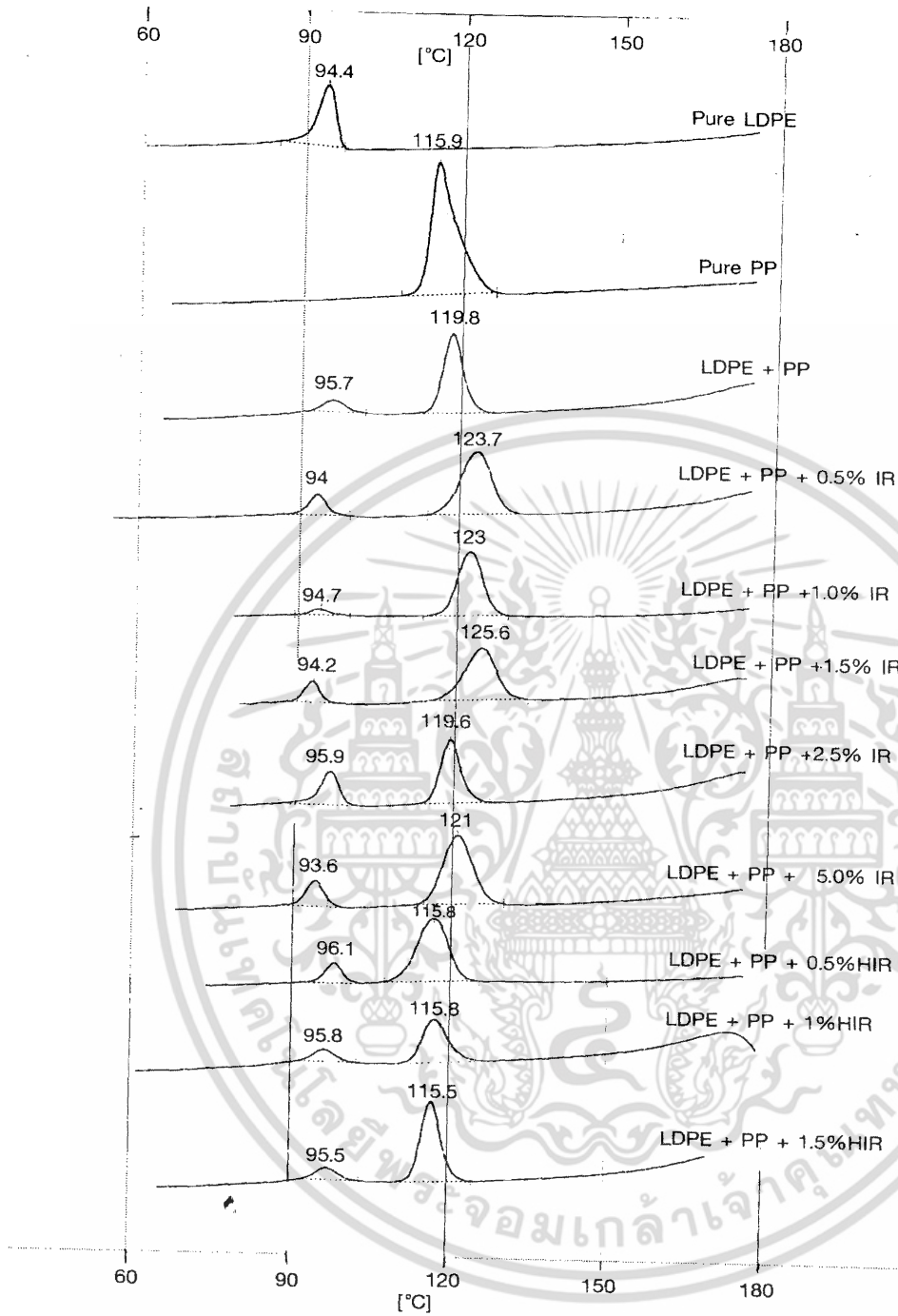
คำนวณได้ดังนี้จากตาราง 4.2 ตัวอย่าง LDPE

$$\begin{aligned} \% \text{ crystallinity} &= 387.97 \times 100/293 \\ &= 17 \% \end{aligned}$$



ตารางที่ 4.2 แสดงผลการทดลอง DSC

Sample	T _m (°C)		Weight (mg)		Heat f (mJ)		H _f (J/g)		T _c (°C)		Heat c (mJ)		H _c (J/g)		%Crys. Of LDPE		%Crys. Of PP	
	LDPE	PP	LDPE	PP	LDPE	PP	LDPE	PP	LDPE	PP	LDPE	PP	LDPE	PP	Melt	Recrys.	Melt	Recrys.
LDPE	108	0	7.8	0	-387.97	0	-49.74	0	94.4	0	301.25	0	38.622	0	17	13	0	0
PP	0	172.7	0	7.8	0	-540.6	0	-69.31	0	115.9	0	643.91	0	82.552	0	0	42.5	50.6
LD+PP	109.4	169.4	3.6	3.6	-149.3	-200.4	-41.49	-55.66	95.7	119.8	70.474	283.32	19.576	78.699	14.16	6.68	34.1	48.3
0.50%	107.2	168.9	3.73	3.73	-112.6	-226.9	-30.18	-60.82	94	123.7	96.743	312.15	25.936	83.685	10.3	8.85	37.3	51.3
1%	107.7	168.4	3.663	3.663	-37.02	-174.6	-10.11	-47.67	94.7	123	28.108	253.04	7.6735	69.079	3.45	2.62	29.24	42.39
1.50%	108.5	168.4	3.69	3.69	-127.5	-166.2	-34.54	-45.04	94.2	125.6	90.93	261.48	24.642	70.861	11.8	9.36	27.6	43.47
2.50%	111.5	169.7	3.6	3.6	-190.3	-173.5	-52.86	-48.2	95.9	119.6	183.16	232.39	50.878	64.554	18	17.36	29.57	39.6
5%	108.1	167.8	3.96	3.96	-134.5	-198.3	-33.97	-50.07	93.6	121	104.71	280.74	26.442	70.893	11.59	9.02	30.67	43.49
H 0.5%	107.7	168.7	3.88	3.88	-145.8	-167.1	-37.59	-43.08	96.1	115.8	94.176	324.16	24.272	83.546	12.8	8.28	26.4	51.25
H 1%	107.8	167.9	3.61	3.61	-147.4	-181.9	-40.83	-50.38	95.8	115.8	107	273.26	29.639	75.696	13.93	10.11	30.9	46.43
H 1.5%	108.2	168.5	4.18	4.18	-191.6	-256.1	-45.83	-61.28	95.5	115.5	126.46	305.71	30.253	73.137	15.64	10.32	37.6	44.87



รูปที่ 4.5 แสดงอุณหภูมิการตกผลึกของพอลิเมอร์บริสุทธิ์กับพอลิเมอร์ผสม

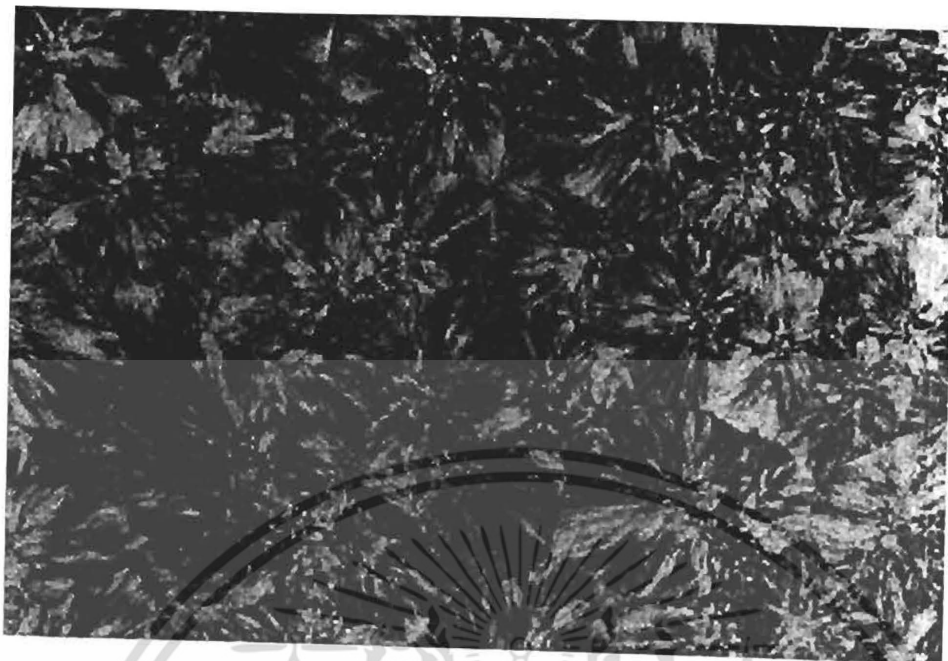
จากรูปที่ 4.5 จากการทดสอบพบว่า การใส่ยางไอโซพรีนเป็นสารช่วยผสมยังทำให้ค่า T_g ของ PP มากขึ้น เนื่องจากเมื่อใส่ยางไอโซพรีนลงไปในพอลิเมอร์ผสมเหมือนเป็นการเติมสิ่งแปลกปลอมลงไป ซึ่งไปทำหน้าที่เป็น nucleating agent ทำให้ตกผลึกได้ง่ายขึ้น แต่เมื่อใส่ยางไอโซพรีนที่ผ่านการไฮโดรจีเนชันเป็นตัวช่วยผสมพบว่าค่า T_g ของ PP มีค่าลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเมอร์ผสมที่ไม่มีตัวช่วยผสม ซึ่งแสดงว่ายางไอโซพรีนที่ผ่านการไฮโดรจีเนชันจะมีโครงสร้างที่เหมือนกับ PE ต่อกับ PP ทำให้มีการเกี่ยวพันกันของสายโซ่ระหว่างตัวช่วยผสมกับพอลิเมอร์ผสม จึงทำให้วัสดุภาค PP มีการตกผลึกได้ช้าลง

4.3 การศึกษาสมบัติทางแสง

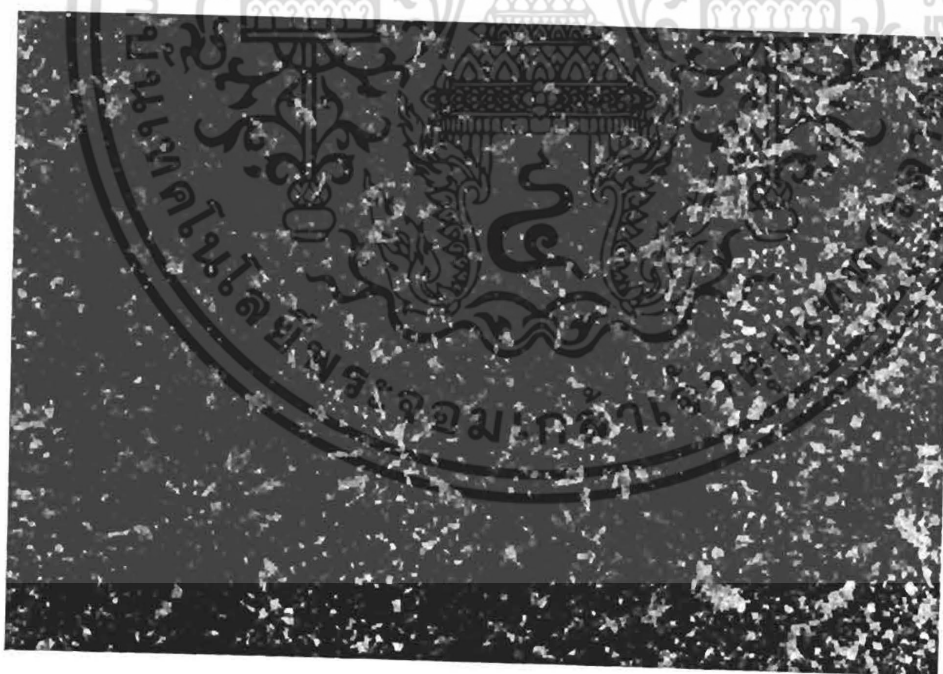
เมื่อทำการศึกษาด้วยเครื่อง Polarised Light Microscope จะได้ผลดังนี้



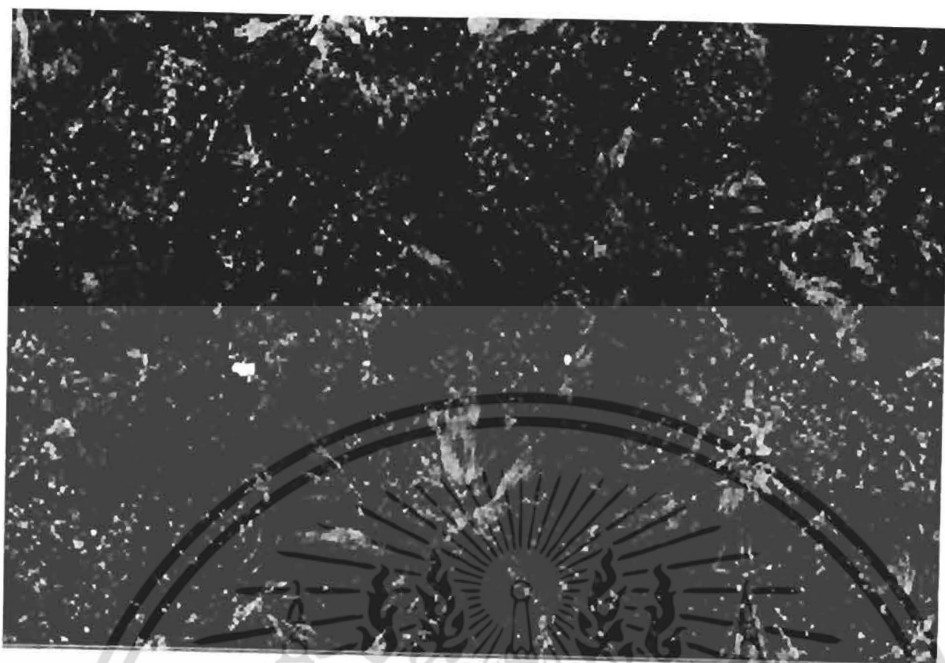
รูปที่ 4.6 แสดงสเฟียรูไลต์ของ LDPE



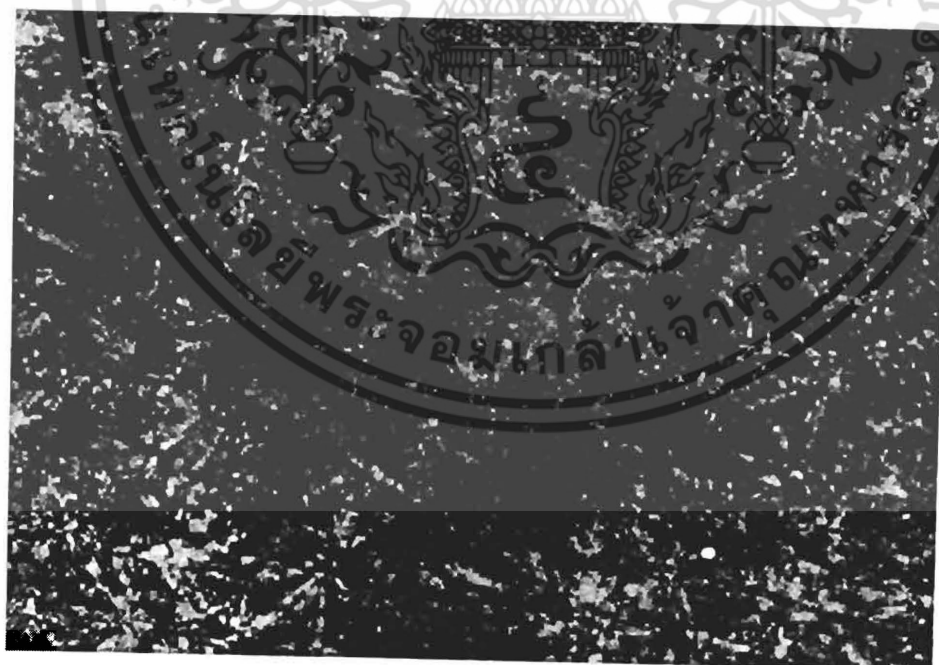
รูปที่ 4.7 แสดงสเฟียรูไลต์ของ PP



รูปที่ 4.8 แสดงสเฟียรูไลต์ของ LDPE+ PP



รูปที่ 4.9 แสดงสเฟียรูไลท์ของ LDPE+ PP+ 0.5% Isoprene

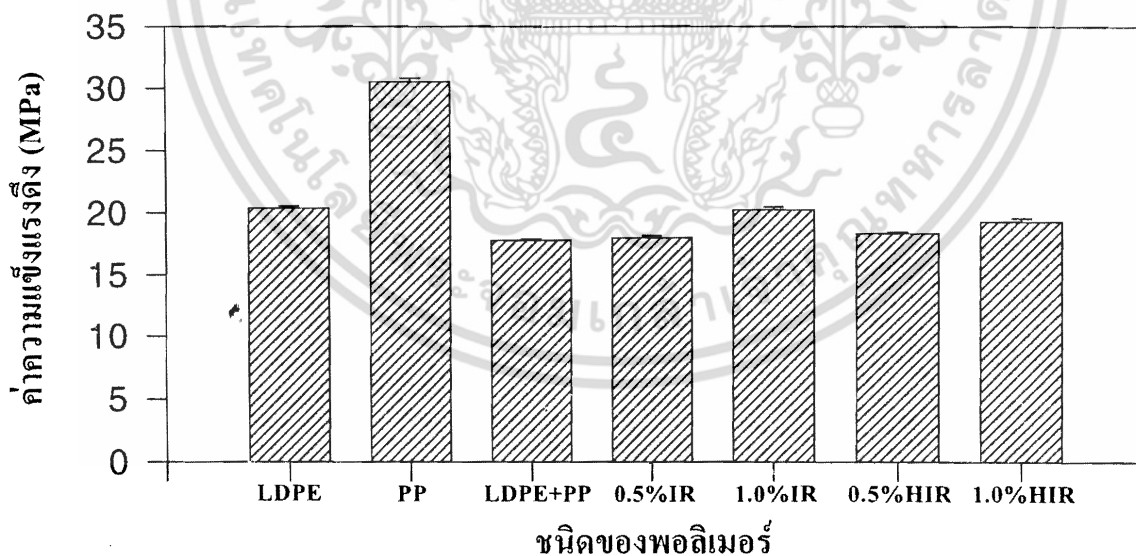


รูปที่ 4.10 แสดงสเฟียรูไลท์ของ LDPE+ PP+ 0.5% Hydrogenated isoprene

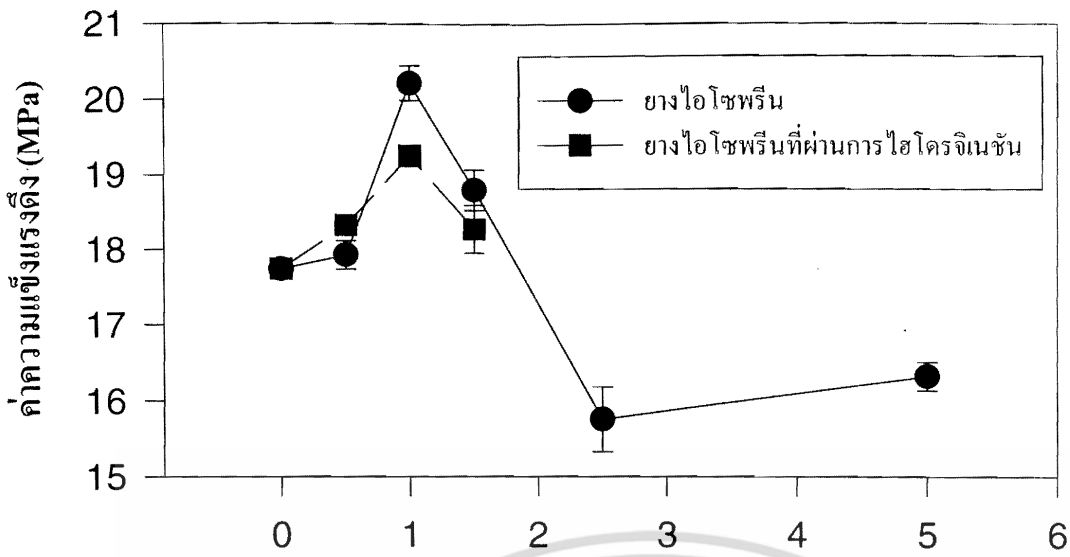
จากรูปจะเห็นลักษณะสเฟียรูไลท์ของ LDPE เป็นริ้วๆส่วนของ PP จะมีลักษณะเป็นทรงกลมมีขนาดใหญ่กว่าของ LDPE เมื่อทำการผสมระหว่าง LDPE กับ PP จะพบว่ามีกระจายตัวของ LDPE กับ PP โดยจะมีลักษณะการจับตัวเป็นกลุ่มของตัวเอง และพบว่าขนาดของผลึก LDPE กับ PP ที่ทำการผสมจะมีขนาดเล็กกว่า LDPE กับ PP ที่บริสุทธิ์ เมื่อทำการผสมระหว่าง LDPE กับ PP โดยใส่ยางไอโซพรีน 0.5% พบว่ามีการเกิดผลึกเล็กๆอยู่ทั่วไปซึ่งสอดคล้องกับผล DSC และที่มีการเพิ่มขึ้นของ T_c ซึ่งแสดงถึงการตกผลึกที่เร็วขึ้น เมื่อทำการผสมระหว่าง LDPE กับ PP โดยใส่ยางไอโซพรีนที่ผ่านการไฮโดรจิเนชันแล้ว 0.5% พบว่ามีการกระจายตัวกันของวัฏภาค LDPE และ PP เนื่องจากยางไอโซพรีนที่ผ่านการไฮโดรจิเนชันช่วยในการผสมของ LDPE และ PP ได้ดียิ่งขึ้น

4.4 การศึกษาสมบัติเชิงกล

จากการทดสอบสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสม พบว่ามีแนวโน้มไปในทางเดียวกัน กล่าวคือพอลิเมอร์ผสมที่มีสารช่วยผสมจะให้สมบัติเชิงกล (ความแข็งแรงดึง เบียร์เซนต์การยืด ณ จุดขาด มอดุลัส และความทนต่อแรงกระแทก) ที่สูงกว่า ดังแสดงในรูป 4.11-4.18

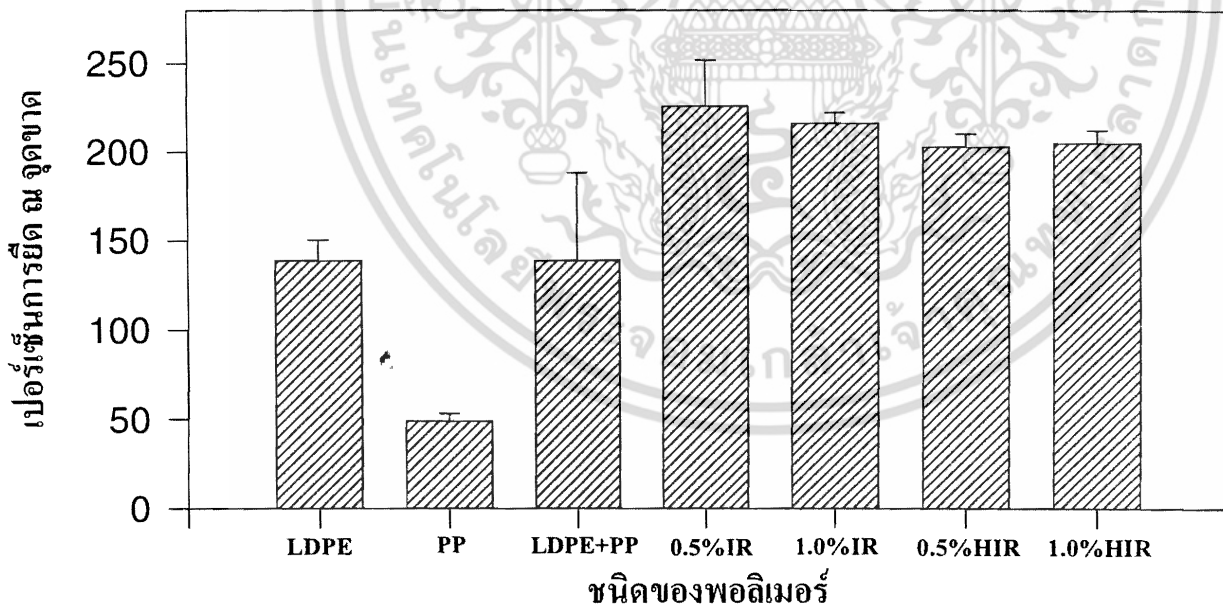


รูปที่ 4.11 เปรียบเทียบค่าความแข็งแรงดึงระหว่างพอลิเมอร์ผสมกับพอลิเมอร์บริสุทธิ์

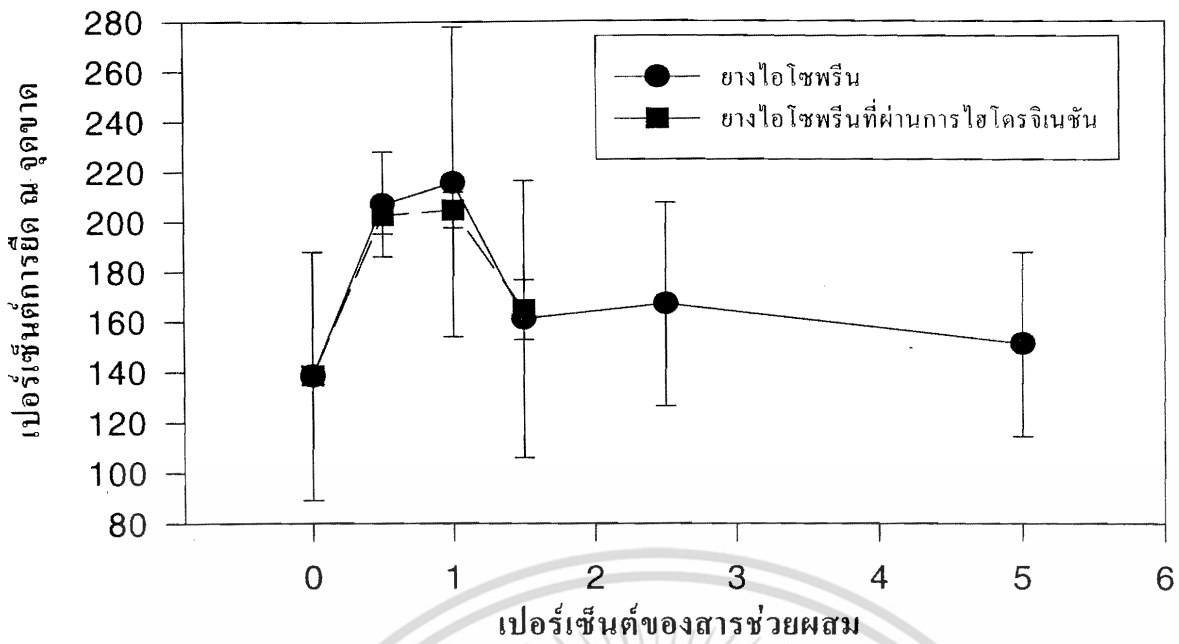


เปอร์เซ็นต์ของสารช่วยผสม

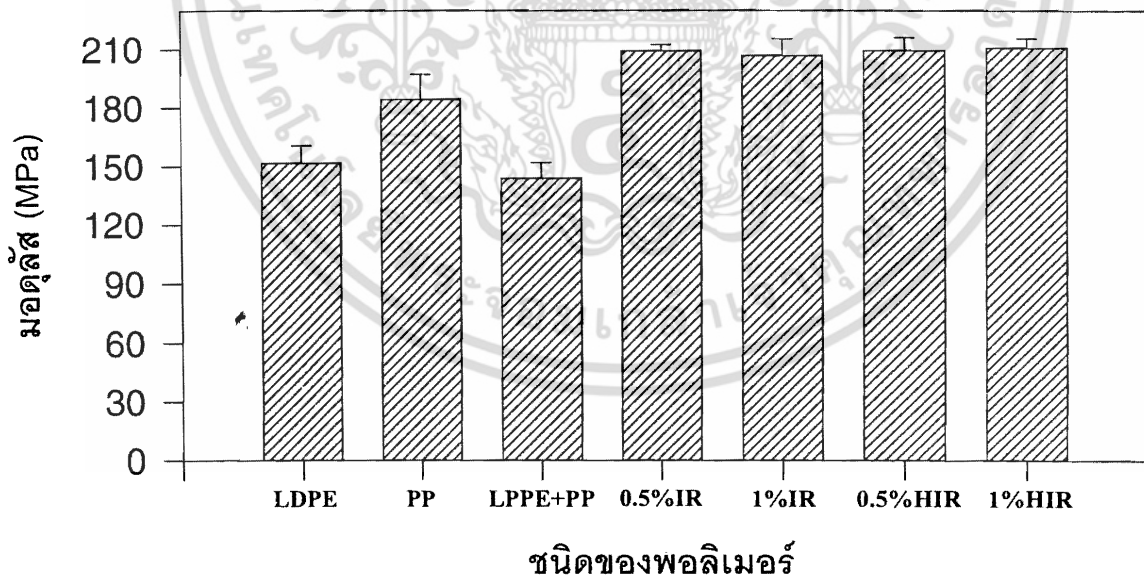
รูปที่ 4.12 แสดงค่าความแข็งแรงดึงของพอลิเมอร์ผสม



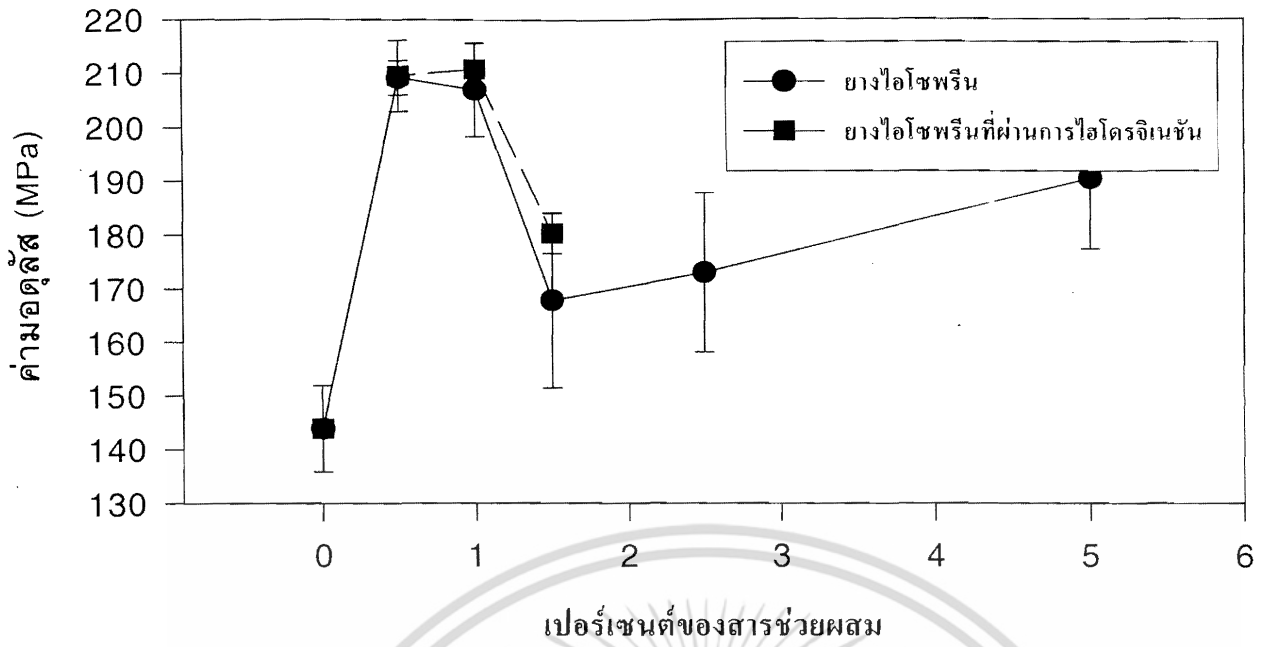
รูปที่ 4.13 เปรียบเทียบค่าเปอร์เซ็นต์การยืด ณ จุดขาด ระหว่างพอลิเมอร์ผสมกับพอลิเมอร์บริสุทธิ์



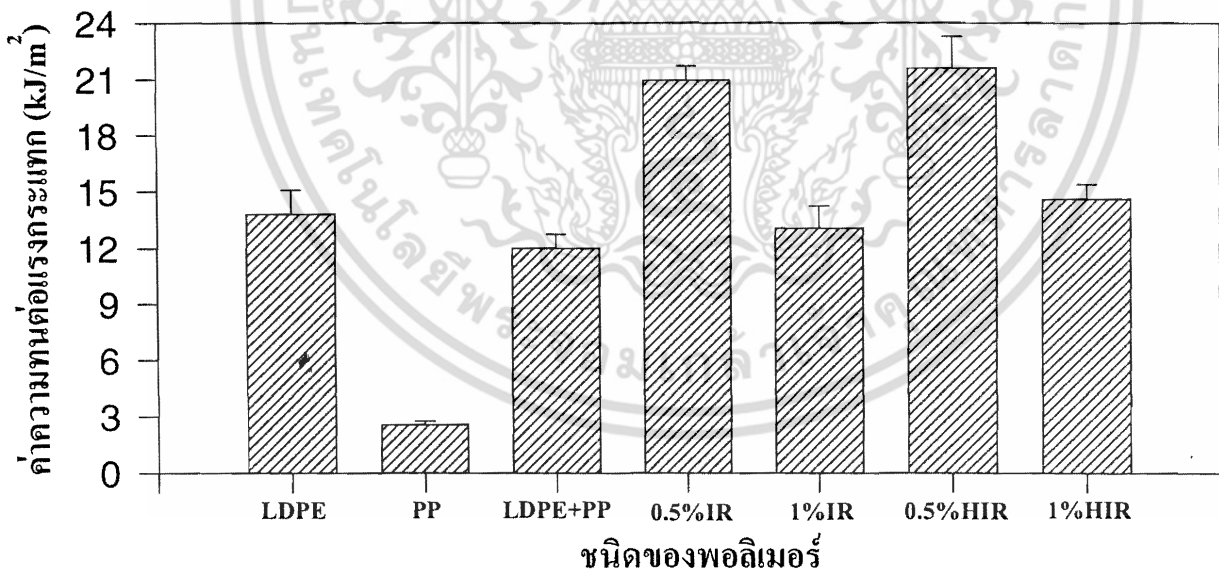
รูปที่ 4.14 แสดงค่าเปอร์เซ็นต์การยืด ณ จุดขาด ของพอลิเมอร์ผสม



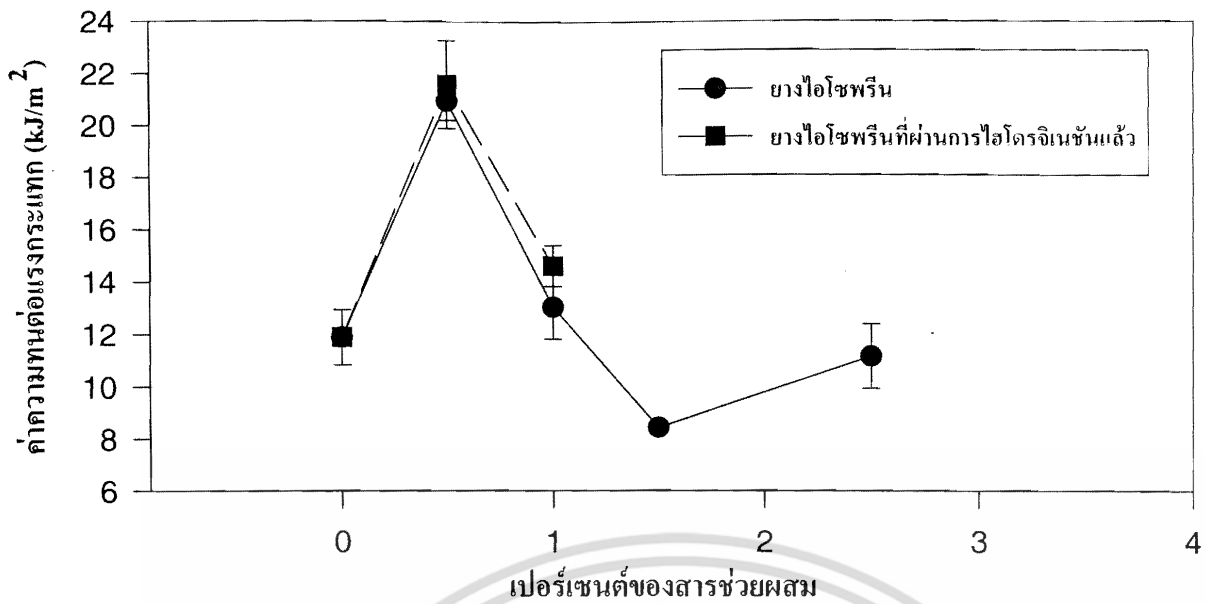
รูปที่ 4.15 เปรียบเทียบค่ามอดุลัส ระหว่างพอลิเมอร์ผสมกับพอลิเมอร์บริสุทธิ์



รูปที่ 4.16 แสดงค่ามอดุลัสของพอลิเมอร์ผสม



รูปที่ 4.17 เปรียบเทียบความทนต่อแรงกระแทกระหว่างพอลิเมอร์ผสมกับพอลิเมอร์บริสุทธิ์



รูปที่ 4.18 แสดงค่าความทนต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์ผสม

ตารางที่ 4.3 แสดงสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสม

ตัวอย่าง	ค่าความแข็งแรงดึง (MPa)	เปอร์เซ็นต์การยืด ณ จุดขาด	มอดุลัส (MPa)	ค่าความทนต่อแรงกระแทก (kJ/m ²)
LDPE	20.3	138.7	151.56	2.55
PP	30.5	48.7	184.30	13.81
LDPE+PP	17.7	203.1	143.88	11.99
LDPE+PP+0.5%IR	17.9	225.8	209.14	20.95
LDPE+PP+1.0%IR	20.2	216.1	206.94	13.04
LDPE+PP+1.5%IR	18.8	161.4	167.70	N/A
LDPE+PP+2.5%IR	15.7	167.3	172.92	8.43
LDPE+PP+5.0%IR	16.3	151.3	190.44	11.18
LDPE+PP+0.5%HIR	18.3	202.8	209.52	21.58
LDPE+PP+1.0%HIR	19.2	205.0	210.74	14.61
LDPE+PP+1.5%HIR	18.3	164.9	180.22	N/A

จากรูปที่ 4.11 – 4.18 พบว่า ค่าความแข็งแรงดึงของพอลิเมอร์ผสมที่ไม่ได้เติมสารช่วยผสมมีค่าน้อยกว่าของ PP และ PE บริสุทธิ์ เนื่องจากการผสมกันของพอลิเมอร์เข้ากันได้ไม่ดี แต่เมื่อใส่สารช่วยผสมในอัตราส่วน 0.5% และ 1.0% จะช่วยปรับปรุงให้ค่าความแข็งแรงดึงมีค่าสูงกว่าพอลิเมอร์ผสมที่ไม่ได้เติมสารช่วยผสม เนื่องจากสารช่วยผสมจะเข้าไปแทรกตัวอยู่ระหว่างวัฏภาคและเพิ่มการเกี่ยวพันของสายโซ่ระหว่าง PP กับ PE ซึ่งเป็นการเพิ่มความแข็งแรงระหว่างวัฏภาคและช่วยในการดกผลึกของ PP แต่เมื่อใส่สารช่วยผสมในปริมาณที่เพิ่มขึ้นคือ อัตราส่วน 1.5% 2.5% และ 5% กลับทำให้ค่าความแข็งแรงดึงมีแนวโน้มลดลง ทั้งนี้เนื่องจากสารช่วยผสมเข้าไปแทรกตัวอยู่ระหว่างวัฏภาคจนเต็มแล้ว เมื่อเพิ่มปริมาณของสารช่วยผสมเข้าไปอีก จะรบกวนการผสมกันของ PP กับ PE หรืออาจแยกตัวออกไปอีกวัฏภาคหนึ่ง ซึ่งในการทดลองปริมาณสารช่วยผสม 1% จะให้ค่าความแข็งแรงดึงสูงที่สุด และ ยางไอโซพรีนที่ผ่านการไฮโดรจิเนชันจะให้ผลที่ใกล้เคียงกับยางไอโซพรีน

ค่าเปอร์เซ็นต์การยืด ณ จุดขาด ค่ามอดุลัส และค่าความทนต่อแรงกระแทกให้ผลที่เป็นแนวโน้มเดียวกับค่าความแข็งแรงดึง ซึ่งค่าเปอร์เซ็นต์การยืด ณ จุดขาด และค่ามอดุลัส จะให้ค่าสูงสุดที่มีสารช่วยผสม 1% ส่วนค่าความทนต่อแรงกระแทกจะให้ค่าสูงสุดที่มีสารช่วยผสม 0.5% และพอลิเมอร์ผสมที่ใส่สารช่วยผสมจะให้ค่าเปอร์เซ็นต์การยืด ณ จุดขาด ค่ามอดุลัส และค่าความทนต่อแรงกระแทกสูงกว่าพอลิเมอร์บริสุทธิ์ เนื่องจากสารช่วยผสมเป็นยางซึ่งมีสมบัติยืดหยุ่น และทนต่อแรงกระแทกที่ดี

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

การไฮโดรจิเนชันยางไอโซพรีนทำได้โดยใช้ Palladium (II) acetate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 60°C ความดัน 14 บาร์ เวลา 60 นาที และใช้ตัวทำละลายคือ คลอโรฟอร์ม และแอซิโตน ในอัตราส่วน 50 : 50 จะได้เปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันประมาณ 20-30 % และสามารถแยกพอลิเมอร์ออกมาได้ แล้วนำไปใช้เป็นสารช่วยผสมในพอลิเมอร์ผสมระหว่าง LDPE กับ PP แล้วทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC พบว่าสารช่วยผสมมีผลต่อการเปลี่ยนแปลง T_c โดยยางไอโซพรีนจะเพิ่มค่า T_c ของ PP ทำให้ตกผลึกได้เร็วขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลจากสมบัติทางแสงด้วยเครื่อง Polarised Light Microscope ที่พบว่ามีผลึกเล็กๆเกิดขึ้นมาก ส่วนยางไอโซพรีนที่ผ่านการไฮโดรจิเนชันจะทำให้พอลิเมอร์ผสมเข้ากันได้ดีขึ้นจากผลของสมบัติทางแสง และ DSC ซึ่งแสดงถึงค่า T_c ของ PP ที่ลดลง

จากการทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่าสารช่วยผสมยางไอโซพรีนและยางไอโซพรีนที่ผ่านการไฮโดรจิเนชันให้ผลใกล้เคียงกัน อาจเนื่องมาจากเปอร์เซ็นต์การไฮโดรจิเนชันมีค่าต่ำทำให้ประสิทธิภาพไม่แตกต่างจากยางไอโซพรีนมากนัก แต่อย่างไรก็ตามพบว่า เมื่อใส่ยางไอโซพรีนและยางไอโซพรีนที่ผ่านการไฮโดรจิเนชันจะช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกล (ค่าความแข็งแรงดึง ค่าเปอร์เซ็นต์การยืด ณ จุดขาด ค่ามอดูลัส และค่าความทนต่อแรงกระแทก) ให้เพิ่มขึ้นมากกว่าพอลิเมอร์ผสมที่ไม่ได้เติมสารช่วยผสม

ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาตัวอื่นๆ ที่สามารถใช้ในปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันได้ดียิ่งขึ้น
2. ศึกษาสถานะที่ใช้อื่นๆ โดยการปรับเปลี่ยนอุณหภูมิ ความดัน และเวลาให้เหมาะสมกับปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชัน
3. ควรมีการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของพอลิเมอร์ผสม เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกล
4. ศึกษาถึงสารตัวเติมชนิดอื่นๆ เพื่อปรับปรุงการเข้ากันของพอลิเมอร์ผสม
5. ศึกษาถึงสมบัติอื่นๆ ร่วมด้วย เช่น สมบัติการไหล สัมฐานวิทยา

เอกสารอ้างอิง

1. Bhattacharjee S., Rajagopalan P., Bhowmick A. and Avasthi B., *J.Appl.Polym.Sci.*, **1993**, 49, 1971-1977.
2. Groggin P.H., "Unit Process in Organic Synthesis", 5th ed., **1987**, 574-600.
3. Morrison R., Boyd R., "Organic chemistry" 5th ed., New York, **1987**, 303-305.
4. Shaw D., *J.Appl.Polym.Sci.*, **1990**, 57, 203.
5. Weinstein A.H., *Rubb.Chem.Technol.*, **1984**, 57,203.
6. นิกร โปณะทอง และพรพงษ์ โสววัฒนกุล "การศึกษา Impact modifier ที่มีผลต่อ Amorphous polymer และ Semi-crystalline polymer" โครงการพิเศษหลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาคเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ปีการศึกษา 2540
7. อมรรัตน์ สวัสดิ์ทัต "รายงานสัมมนา LLDPE พลาสติกใหม่ที่น่าจับตามอง" ศูนย์การบรรจุกีบห่อไทย สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย 2532
8. ปรีชา พหลเทพ "โพลีเมอร์" พิมพ์ครั้งที่ 2 สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยรามคำแหง 2536
9. มาลินี ชัยสุภกิจสินธ์ "เคมีพอลิเมอร์" โรงพิมพ์สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง กรุงเทพมหานคร 2540
10. Ulrish E., "Introduction to Polymer Physics", **1990**, 158.
11. Krevelew, Van D.W., "properties of Polymers", 3rd ed., **1990**.
12. แม้น อมรสิทธิ์ และอมร เพชรสม "หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ" กรุงเทพมหานคร 2539
13. Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, John Wiley & Sons Inc., New York, **1996**.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้