

การเตรียมเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพรพิลีนด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

ภาควิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2557

การเตรียมเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพรพิลีนด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต  
ภาควิศวกรรมเคมี  
คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2557

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

PREPARATION OF POLYPROPYLENE MONO-FILAMENT FOAM  
USING SUPERCRITICAL CARBON DIOXIDE



THIS REPORT THESIS IS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIREMENTS FOR THE DEGREE OF BECHELOR  
OF ENGINEERING IN CHEMICAL ENGINEERING  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG  
ACADEMIC YEAR 2014

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง การเตรียมเส้นใยเชิงเตี่ยวโพนพอลิโพรพิลีนด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต  
โดย นายสันติภาพ ไทยเกิด  
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.สุรัตน์ อาริรัตน์  
ปริญญานิพนธ์ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาและอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา  
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์



ประธานกรรมการ  
(ผศ.ดร.สุรัตน์ อาริรัตน์)



กรรมการ  
(ผศ. รินฤติ เบญจางคประเสริฐ)



กรรมการ  
(ดร.ณัฐพล ฤกษ์เกษมสันต์)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อปริญญานิพนธ์	การเตรียมเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพอลิโพรพิลีนด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต
นักศึกษา	นายสันติภาพ ไทยเกิด
รหัสประจำตัว	54011353
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
พ.ศ.	2557
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.สุรัตน์ อารีรัตน์

### บทคัดย่อ

การศึกษานี้มีจุดประสงค์เพื่อศึกษาผลของปริมาณสารเกิดนิวเคลียสและอุณหภูมิต่อการเกิดเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพอลิโพรพิลีนโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นสารช่วยในการเกิดฟองและผลของระดับความเป็นผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวและโพรพอลิโพรพิลีน โดยทำการทดลองที่ความดันคงที่ 160 bar เวลาอิมตัว 20 min และเวลาการลดความดันอยู่ในช่วง 5-10 s ซึ่งปริมาณการเปลี่ยนแปลงของสารเกิดนิวเคลียสซิลิกอนไดออกไซด์ ( $\text{SiO}_2$ ) เป็น 0, 0.1, 0.5 phr และอุณหภูมิเกิดโพรช่วง 146 – 150°C วิเคราะห์ผลการทดลองในรูปลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพอลิโพรพิลีนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สมบัติเชิงความร้อน ระดับความเป็นผลึกโดยเครื่อง DSC และโครงสร้างผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพอลิโพรพิลีนด้วยเครื่อง WAXD ผลการทดลองแสดงให้เห็นถึงการเกิดเป็นโพรที่ดีจากการเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการขึ้นรูปโพรซึ่งวัดได้จากค่าการขยายตัวเชิงปริมาตรที่เพิ่มขึ้นคือ 1.03, 1.11 และ 15.28 และสารเกิดนิวเคลียสส่งผล 2 แบบในการสร้างนิวเคลียส โดยผลของสารเกิดนิวเคลียสแบบแรกคือการสร้างนิวเคลียสของผลึก ซึ่งจากผลของการวัดระดับความเป็นผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวและโพรพอลิโพรพิลีนที่อุณหภูมิ 148 °C พบว่ามีระดับความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นจาก 34% เป็น 52% เมื่อเพิ่มปริมาณสารเกิดนิวเคลียสจาก 0 เป็น 0.5 phr และผลแบบที่สองคือเพิ่มการสร้างนิวเคลียสของฟองแก๊สเมื่อเพิ่มปริมาณของสารเกิดนิวเคลียส ที่อุณหภูมิ 150 °C สารเกิดนิวเคลียสส่งผลต่อสัณฐานวิทยาของโพรจากการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นฟองแก๊ส ซึ่งในกรณีนี้ซิลิกอนไดออกไซด์ทำหน้าที่เป็นสารเกิดนิวเคลียสในกลไกของการเกิดนิวเคลียส เมื่อทำการวัดขนาดของฟองแก๊สพบว่ามีความหนาแน่นลดลงจาก 140 เป็น 80  $\mu\text{m}$  เมื่อเพิ่มปริมาณสารเกิดนิวเคลียส

Report Title	Preparation of Polypropylene Mono-filament Foam Using Supercritical Carbon Dioxide
Student	Mr. Santipab Thaigird
Student ID	54011353
Degree	Bachelor of Engineering
Program	Chemical Engineering
Year	2014
Advisor	Asst. Prof. Dr. Surat Areerat

### Abstract

In this research aimed to study effect of nucleating agent and foaming temperature of mono-filament polypropylene using supercritical carbon dioxide (scCO<sub>2</sub>) and effect to degree of crystallinity of mono-filament and foam polypropylene. The experiments condition were operated at constant pressure 160 bar, saturation time 20 min, depressurization rate 5-10 sec by vary amount of nucleating agent blending with polypropylene 0, 0.1 and 0.5 phr and foaming temperature 146, 148 and 150 °C. The results were analyzed morphology by SEM, thermal properties and degree of crystallinity by DSC and crystal structure of mono-filament foam polypropylene by WAXD. The analysis data shown the higher temperature was more foamability and the nucleating agent take effect in 2 type first is generate more crystallinity at lower foaming temperature and second effect was generate bubble gas nucleus affect to the high cell density and small cell size when increase the amount of nucleating agent. The type of crystal structure is  $\alpha$ -isotactic and scCO<sub>2</sub> unchanging the structure of mono-filament foam.

## กิตติกรรมประกาศ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้ด้วยความกรุณาจากอาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.สุรัตน์ อาริรัตน์ ที่ช่วยเหลือ แนะนำ และให้แนวทางในการทำงาน ตลอดจนให้คำปรึกษาและประสบการณ์ต่างๆ แก่ ข้าพเจ้า ชี้แนะและแก้ไขในการเขียนปริญญานิพนธ์เล่มนี้

ขอขอบคุณ Prof. Dr. Hiroshi ITO และนักศึกษาจาก Polymer Precision Processing Laboratory, Graduate School of Polymer Science and Engineering, Yamagata University, Japan ที่อนุเคราะห์สารเคมี เครื่องมือ และคำแนะนำในการทำงาน

ขอขอบคุณนักศึกษาในห้องปฏิบัติการวิจัยของไหลเหนือวิกฤต (Supercritical Fluid Laboratory) สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกคนที่แนะนำการใช้เครื่องมือ การเขียนปริญญานิพนธ์ และคำแนะนำ

ขอขอบคุณอาจารย์ภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่ช่วยเหลือแนะนำ ให้ความรู้ คำสั่งสอนและความห่วงใยต่อลูกศิษย์ รวมทั้งเพื่อนๆ วิศวกรรมเคมีรุ่น 18 ทุกคนที่ช่วยเหลือและให้กำลังใจตลอดเวลา 4 ปี

สุดท้ายนี้ข้าพเจ้า ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา ที่อบรมสั่งสอน ให้คำแนะนำและให้กำลังใจ รวมถึงทุนทรัพย์ในการศึกษาเล่าเรียนและการทำเล่มปริญญานิพนธ์ จนมีความรู้ความเข้าใจ สามารถประกอบวิชาชีพต่อไป ประโยชน์อันใดที่เกิดจากปริญญานิพนธ์นี้ ขอมอบให้แก่บิดามารดาผู้เป็นที่รักและเคารพยิ่ง ตลอดจนครูอาจารย์ที่เคารพทุกท่านที่สั่งสอน ถ่ายทอดวิชาความรู้

สันติภาพ ไทยเกิด

# 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.....	3
1.3 ขอบเขตการศึกษา.....	3
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 พลาสติก.....	4
2.2 พอลิโพรพิลีน.....	5
2.3 เส้นใยเชิงเดี่ยวและกระบวนการอัดรีดขึ้นรูป.....	6
2.4 โฟมและกระบวนการเกิดโฟมในพอลิเมอร์กึ่งผลึก.....	7
2.5 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของโฟม.....	8
2.5.1 สัดส่วนการขยายตัวเชิงปริมาตร.....	9
2.5.2 ความหนาแน่นของฟองแก๊ส.....	9
2.6 คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.....	10
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	12
บทที่ 3 สารเคมี อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง.....	13
3.1 สารเคมี.....	13
3.2 อุปกรณ์ทดลองและเครื่องมือวิเคราะห์.....	13
3.3 ขั้นตอนการทดลอง.....	15
3.3.1 กระบวนการขึ้นรูปเส้นใยพอลิโพรพิลีน.....	15
3.3.2 ขั้นตอนการเตรียมเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีน.....	15
3.3.3 การวิเคราะห์เส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีน.....	16

## สารบัญ (ต่อ)

บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง.....	18
4.1 ผลของอุณหภูมิในการขึ้นรูปโฟมและสารเกิดนิวเคลียสต่อสัณฐานวิทยา ของเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีน.....	20
4.1.1 ผลของอุณหภูมิในการขึ้นรูปโฟม.....	20
4.1.2 ผลของสารเกิดนิวเคลียส.....	21
4.2 ผลของสัณฐานวิทยาของเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีนต่อความเป็นผลึก.....	23
4.2.1 ผลของสารเกิดนิวเคลียสต่อปริมาณผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีน..	23
4.2.2 ผลของอุณหภูมิต่อปริมาณผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีน ที่ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0.5 phr.....	24
4.2.3 ผลของสารเกิดนิวเคลียสต่อปริมาณผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพร พิลีนที่อุณหภูมิ 150 °C.....	25
4.3 ผลของสัณฐานวิทยาของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนต่อโครงสร้างของผลึก..	26
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	28
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	27
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	28
เอกสารอ้างอิง.....	29
ภาคผนวก.....	31
ภาคผนวก ก การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของโพรพิลีนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด.....	32
ภาคผนวก ข การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของโพรพิลีนด้วยโปรแกรม ImageJ.....	34
ภาคผนวก ค การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนของเส้นใยเชิงเดี่ยว และโพรพิลีนพอลิโพรพิลีนด้วย DSC.....	40
ภาคผนวก ง ผลการทดลองการขึ้นรูปเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีน.....	43
ภาคผนวก จ ผลการวิเคราะห์พฤติกรรมการหลอมเหลวของเส้นใยเชิงเดี่ยว และโพรพิลีนพอลิโพรพิลีนด้วย DSC.....	44
ภาคผนวก ฉ ผลการวิเคราะห์ค่าการกระเจิงของรังสีเอกซ์ของเส้นใยเชิงเดี่ยว และโพรพิลีนพอลิโพรพิลีนด้วย WAXD.....	46

## สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	อุณหภูมิและความดันที่จุดวิกฤตของสารชนิดต่างๆ.....	10
2.2	คุณสมบัติทางเคมีฟิสิกส์ของคาร์บอนไดออกไซด์ที่สภาวะเหนือจุดวิกฤต เปรียบเทียบกับแก๊สและของเหลว.....	11
3.1	รหัสของชิ้นงานที่ใช้ในการอธิบาย.....	16
3.2	ตัวแปรและปริมาณของตัวแปรที่ศึกษา.....	17
4.1	สมบัติเชิงความร้อนของเม็ดพอลิโพรพิลีนที่ปริมาณสารเกิดนิวเคลียสต่างๆ.....	19
ง.1	ขนาดเซลล์ ความหนาแน่นเซลล์ และสัดส่วนการขยายตัวของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพอลิโพรพิลีนที่ความดัน 160 bar ใช้เวลาอิมิตัว 20 min เวลาการลดความดัน 5-10 s อุณหภูมิเกิดโพรพอลิโพรพิลีนและปริมาณสารเกิดนิวเคลียสต่างๆ.....	44



# สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
1.1	กระบวนการเกิดโฟม.....	2
2.1	แผนภูมิการแบ่งโครงสร้างโมเลกุลของพอลิเมอร์.....	4
2.2	โครงสร้างพอลิโพรพิลีนแบบต่างๆ.....	5
2.3	โครงสร้างภายในของโฟม.....	7
2.4	กระบวนการเกิดโฟมในเส้นใยของพอลิเมอร์กิ่งผลึกโดยใช้สารเกิดฟองทางกายภาพ	8
2.5	แผนผังวัฏภาคของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.....	11
3.1	อุปกรณ์เตรียมโฟมด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.....	13
3.2	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	14
3.3	เครื่อง Differential Scanning Calorimetry.....	14
3.4	เครื่อง Wild-angle X-ray Diffraction.....	15
4.1	เทอร์โมแกรมของเม็ดพอลิโพรพิลีนที่สัดส่วนสารเกิดนิวเคลียสต่างๆ.....	19
4.2	ฐานานวิทยาของเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีนที่สัดส่วนสารเกิดนิวเคลียส และอุณหภูมิต่างๆ.....	20
4.3	ผลของปริมาณสารเกิดนิวเคลียสต่อสัดส่วนการขยายตัวเชิงปริมาตร.....	21
4.4	ผลของปริมาณสารเกิดนิวเคลียสต่อขนาดฟองและความหนาแน่นฟองของเส้นใย เชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีน.....	22
4.5	ผลของปริมาณสารเกิดนิวเคลียสต่อเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีน ที่อุณหภูมิ 146 °C.....	22
4.6	ปริมาณผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวพอลิโพรพิลีนที่ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0 phr และ 0.5 phr.....	23
4.7	ปริมาณผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีนปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0.5 phr ที่อุณหภูมิ 148 °C (PPF0.5_148) และ 150 °C (PPF0.5_150).....	24
4.8	ระดับความเป็นผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีนที่อุณหภูมิ 150 °C ที่ ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0 phr (PPF0_150) และ 0.5 phr (PPF0.5_150).....	25
4.9	กราฟแสดงชนิดของผลึกเส้นใยเชิงเดี่ยวและโฟมพอลิโพรพิลีน.....	26
ก.1	ส่วนประกอบและการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	33
ข.1	การเปิดภาพไมโครกราฟด้วยโปรแกรม Image-J.....	34
ข.2	การกำหนดสเกลให้โปรแกรม Image-J.....	35
ข.3	การกำหนดค่าสเกลและหน่วย.....	36
ข.4	การวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของเซลล์หรือขนาดเซลล์.....	36

## สารบัญรูป (ต่อ)

ข.5	การอ่านค่าเส้นผ่านศูนย์กลางของเซลล์.....	37
ข.6	การวิเคราะห์ภาพไมโครกราฟ.....	37
ข.7	การกำหนดพื้นที่ที่ล้อมรอบเซลล์ที่สนใจ.....	38
ข.8	การวิเคราะห์พื้นที่ที่ล้อมรอบเซลล์ที่สนใจ.....	38
ค.1	ส่วนประกอบหลักของเครื่อง DTA.....	41
ค.2	ส่วนประกอบหลักของเครื่อง DSC.....	41
ค.3	ตัวอย่างเทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย DSC.....	42
ค.4	เทอร์โมแกรมของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพรพิลีน PPO.....	42
จ.1	พฤติกรรมการหลอมเหลวของ a) เส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพรพิลีนที่ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0 phr และ b) เส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพรพิลีนที่ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0.5 phr.....	44
จ.2	พฤติกรรมการหลอมเหลวของ a) PPF0.5_150 b) PPF0_150 และ c) PPF0.5_148.....	45
ฉ.1	กราฟการกระเจิงของรังสีเอกซ์จาก WAXD ของ a) PPO b) PPO.5 c) PPF0_148 d) PPF0.5_148 e) PPF0_150 และ f) PPF0.5_150.....	46

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ที่มาและความสำคัญ

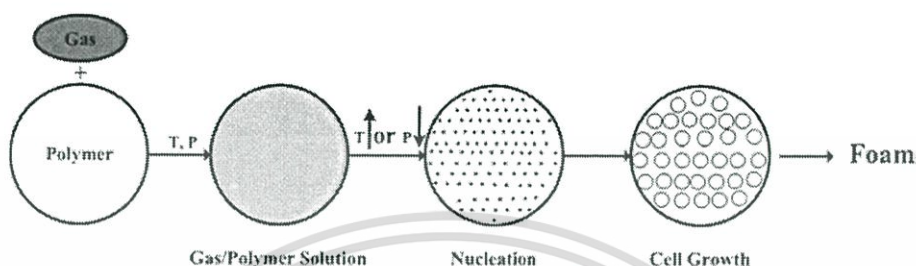
พอลิโพรพิลีน (Polypropylene, PP) เป็นพลาสติกในกลุ่มของ เทอร์โมพลาสติก (Thermoplastic) และเป็นพอลิเมอร์กึ่งผลึก (Semi-Crystalline Polymer) ซึ่งมีสมบัติหลากหลาย ทั้งด้านสมบัติทางความร้อนและสมบัติเชิงกล [1] ซึ่งสมบัติโดดเด่นของพอลิโพรพิลีนที่น่าสนใจและเป็นที่ยอมรับในอุตสาหกรรม ได้แก่ ทนแรงกระแทกได้ดี ทนการขีดข่วน ทนสารเคมี มีจุดอ่อนตัวสูง ความหนาแน่นต่ำ น้ำหนักเบา เป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดีแม้อุณหภูมิสูง มีจุดหลอมเหลวสูงและอุณหภูมิในการใช้งานที่กว้างกว่าเมื่อเทียบกับพอลิเอทิลีน เหมาะสำหรับการฆ่าเชื้อ เนื่องจากพอลิโพรพิลีนสามารถทนความร้อนได้สูงจึงสามารถผ่านกระบวนการที่ใช้ความร้อนได้ จึงนำมาผลิตเป็นผลิตภัณฑ์หลายชนิดเช่น กถ่อง ถุงปุ๋ย หมอนเทียม พรมและแผ่นรองพรม ผ้าใบกันน้ำ เชือก สายรัดบรรจุภัณฑ์ ถุงร้อน ท่อ ปลอกหุ้มสายไฟ อุปกรณ์ภายในรถยนต์ อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ ในการขึ้นรูปพลาสติกให้เป็นวัสดุที่มีโครงสร้างเป็นรูพรุนแบบโฟม (Foam) มีข้อดีคือทำให้น้ำหนักของพลาสติกเบาขึ้น และเป็นการช่วยลดปริมาณวัตถุดิบตั้งต้นอันเป็นการประหยัดต้นทุนทางหนึ่ง จึงเป็นที่ต้องการสำหรับงานในอุตสาหกรรม

การขึ้นรูปเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีนมีหลากหลายเทคนิค ซึ่งเทคโนโลยีที่ใช้ในการทดลองคือเทคโนโลยีการขึ้นรูปโฟมด้วยของไหลเหนือวิกฤต (Supercritical Fluid) เป็นสารช่วยให้เกิดฟองทางกายภาพ (Physical Blowing Agent) เนื่องจากสามารถนำมาใช้ทดลองตัวทำละลายหรือสารเกิดฟองทางเคมีเดิมคือ สารประกอบไฮโดรคาร์บอน สารฮาโลเจนเตคลอโรฟลูออโรคาร์บอน (HCFCs) และฟลูออโรคาร์บอน (CFCs) ซึ่งเป็นสารที่มีความเป็นพิษและสร้างภาวะเรือนกระจก ทำให้เทคโนโลยีของไหลเหนือวิกฤตเข้ามามีบทบาททั้งในกระบวนการสกัด การทำปฏิกิริยาที่หลากหลาย และการสร้างหรือสังเคราะห์วัสดุต่างๆ โดยของไหลเหนือวิกฤตคือสารที่มีความดันและอุณหภูมิอยู่เหนือจุดวิกฤตของสารและส่วนใหญ่จะใช้แก๊สที่มีความดันสูง ข้อดีของของไหลเหนือวิกฤตคือมีสมบัติผสมกันระหว่างของเหลวและแก๊ส ในห้องทดลองทั่วไปจะใช้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ในการทำเป็นของไหลเหนือวิกฤตเนื่องจากแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์มีอุณหภูมิวิกฤตค่อนข้างต่ำคือ 31 °C ไม่มีความเป็นพิษ ไม่ติดไฟ ราคาถูก หาซื้อง่าย และอีกหนึ่งเหตุผลที่มีการเลือกแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์มาเป็นของไหลเหนือวิกฤตคือ สมบัติที่เป็นได้ทั้งตัวทำละลายที่ดีเหมือนของเหลว และขณะเดียวกันก็มีความ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชนิดต่ำเหมือนแก๊สจึงนิยมใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตในกระบวนการสกัด และกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับพอลิเมอร์ [2]

กระบวนการขึ้นรูปเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพอลิพรพิลีนด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต แสดงได้ดังรูปที่ 1.1 ซึ่งสามารถอธิบายเป็นกระบวนการหลักๆได้ 4 ขั้นตอนดังนี้



รูปที่ 1.1 กระบวนการการเกิดโฟม [3]

1. การละลายของแก๊สลงในเนื้อพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิใกล้เคียงกับอุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิเมอร์จะทำให้โครงสร้างของพอลิเมอร์ที่ได้รับความร้อนอ่อนตัว เนื่องจากสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์ได้รับพลังงานมากขึ้น ส่งผลให้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์สามารถแพร่กระจายเข้าไปในเนื้อพอลิเมอร์ได้
2. การเกิดนิวเคลียสภายในเนื้อของพอลิเมอร์ด้วยการรบกวนสมดุลทางเทอร์โมไดนามิกส์จากการเพิ่มอุณหภูมิหรือลดความดัน
3. การเติบโตของฟองแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่แพร่ละลายเข้าไปอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์เข้าสู่ นิวเคลียสโดยความแตกต่างของความเข้มข้น
4. การคงสภาพของฟองแก๊สจากการที่สารเกิดฟองหรือคาร์บอนไดออกไซด์แพร่ออกสู่บรรยากาศ และในขณะเดียวกันก็มีอากาศภายนอกเข้ามาแทนที่สารเกิดฟองภายในโครงสร้างโฟม

จากงานวิจัยของ Zhi-Mei Xu และคณะ [3] ที่ศึกษาถึงผลของสภาวะต่างๆที่ใช้ในการขึ้นรูปโพรพอลิพรพิลีนด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต พบว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมโพรพอลิพรพิลีนด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตควรต่ำกว่าอุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิเมอร์ เนื่องจากพอลิเมอร์ได้รับความร้อนจนเนื้อพอลิเมอร์หลอมเหลวทำให้เนื้อพอลิเมอร์ไม่สามารถที่จะกักเก็บฟองของนิวเคลียสไว้ได้เมื่อโครงสร้างมีความอ่อนตัวสูง และไม่ควรรใช้อุณหภูมิต่ำเกินไปเพราะเนื้อของพอลิเมอร์ยังไม่อ่อนตัวพอที่จะทำให้นิวเคลียสสามารถเติบโตได้ และจากงานวิจัยของ Park C.B. และคณะ [4] ยังช่วยยืนยันได้ถึงความสามารถในการเป็นการเกิดฟองของคาร์บอนไดออกไซด์ที่ดีกว่าสารเกิดฟองไอโซเพนเทน (Iso-Pentane) นอกจากนี้งานวิจัยของ Park C.B. ยังได้มีการเติมแมกนีเซียมซิลิเกตไฮดรอกไซด์หรือ ทาลคัม (Talcum) ผสมกับโพรพอลิพรพิลีนโดยให้เป็นสารที่ส่งผลต่อการเกิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นิเวศลีสพบว่า สามารถเกิดนิเวศลีสได้อย่างมีนัยสำคัญเมื่อความเข้มข้นของคาร์บอนไดออกไซด์มีค่าน้อย แต่เมื่อเปรียบการใช้ทัลคัมกับไอโซเพนเทนแล้วความหนาแน่นของนิเวศลีสสูงสุดดีกว่าการใช้ทัลคัมและคาร์บอนไดออกไซด์

## 1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเกิดโฟมต่อสัณฐานวิทยาของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีน

1.2.2 เพื่อศึกษาผลของสารเกิดนิเวศลีสต่อสัณฐานวิทยาของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีน

1.2.3 เพื่อศึกษาผลของสารเกิดนิเวศลีสต่อความเป็นผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีน

1.2.4 เพื่อศึกษาผลของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตต่อโครงสร้างผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีน

## 1.3 ขอบเขตการศึกษา

1.3.1 ศึกษาการขึ้นรูปเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ในสถานะเหนือวิกฤตเป็นสารช่วยในการเกิดฟอง ที่ความดันอิ่มตัวคงที่ 160 bar เวลาอิ่มตัว 20 min เวลาในการลดความดันในภาชนะจนถึงความดันบรรยากาศประมาณ 5-10 s อุณหภูมิในการเกิดโฟม 146, 148 และ 150 °C และปริมาณสารช่วยในการเกิดนิเวศลีส 0.01 และ 0.5 phr

1.3.2 ศึกษาสัณฐานวิทยาของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

1.3.3 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนและโฟมด้วยเครื่อง DSC

1.3.4 วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวและโฟมโพรพิลีนด้วยเครื่อง WAXD

## 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.4.1 สามารถเตรียมเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนภายใต้สภาวะที่ต้องการศึกษาได้

1.4.2 สามารถวิเคราะห์กระบวนการการเกิดโฟมและสัณฐานวิทยาของโพรพิลีนได้

1.4.3 สามารถใช้สารเกิดฟองทางกายภาพแทนสารเกิดฟองทางเคมีเพื่อลดการใช้และการปลดปล่อยสารพิษสู่บรรยากาศได้

1.4.4 มีความรู้และความเข้าใจเกี่ยวกับการเตรียมและการขึ้นรูปโพรพิลีนเส้นใยเชิงเดี่ยวโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นสารช่วยในการเกิดฟองทางกายภาพได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

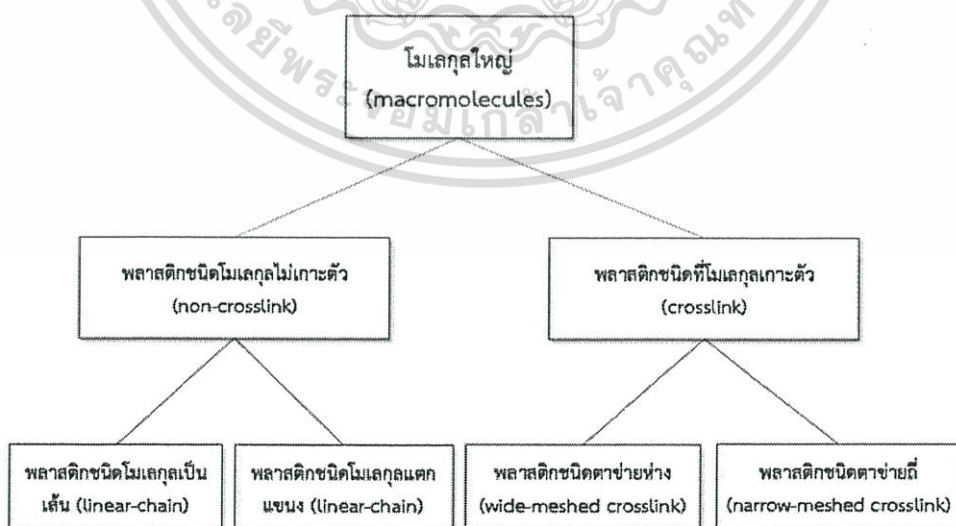
## บทที่ 2

# ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### 2.1 พลาสติก [5]

พลาสติกหรือพอลิเมอร์เป็นสารสังเคราะห์ที่ได้จากปฏิกิริยาเคมีของสารอินทรีย์ ซึ่งส่วนใหญ่จะประกอบด้วย คาร์บอน (C) และ ไฮโดรเจน (H) เป็นหลัก นอกจากนั้นยังมีส่วนประกอบของ ออกซิเจน (O) และไนโตรเจน (N) และมีพลาสติกบางชนิดที่มีส่วนประกอบของ กำมะถัน (S) คลอรีน (Cl) ฟลูออรีน (F) และ ซิลิกอน (Si) อยู่ด้วย โดยทั่วไปสารตั้งต้นที่นำมาใช้ในการสังเคราะห์พลาสติกหรือพอลิเมอร์เป็นสารโมเลกุลเดี่ยวหรือที่เรียกว่า มอนอเมอร์ (Monomer) ซึ่งส่วนใหญ่จะได้อาจมาจาก น้ำมันดิบ ก๊าซธรรมชาติ และถ่านหินตัวอย่างของสารตั้งต้นที่นำมาใช้กันมากได้แก่ เอทิลีน (Ethelene :  $C_2H_4$ ) ไวนิลคลอไรด์ (Vinylchloride :  $C_2H_3Cl$ ) และสไตรีน (Styrene :  $C_2H_3 - C_6H_5$ ) โดยการนำมอนอเมอร์เหล่านี้มาทำปฏิกิริยาเชิงซ้อนทำให้มอนอเมอร์รวมตัวกันเป็นโมเลกุลใหญ่ (Macromolecules) ได้เป็น พอลิเมอร์หรือพลาสติกนั่นเอง ซึ่งมีโครงสร้างโมเลกุลสองลักษณะ คือ การเกาะกันเป็นตาข่าย (Crosslink) และไม่มีการเกาะตัวระหว่างโมเลกุลใหญ่ (Non-crosslink)

พลาสติกที่มีโครงสร้างเป็นตาข่ายแยกออกเป็นสองลักษณะ คือ แบบตาข่ายแคบ (Narrow-meshed crosslink) กับแบบตาข่ายตาห่าง (Wide-meshed crosslink) ส่วนพลาสติกที่ไม่มีการเกาะตัวระหว่างโมเลกุลใหญ่ก็แบ่งแยกได้เป็นสองลักษณะเช่นเดียวกัน คือ แบบเส้น (Linear) และแบบแยกแขนง (Branching) ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 แผนภูมิการแบ่งโครงสร้างโมเลกุลของพอลิเมอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.2 พอลิโพรพิลีน [3, 6, 7]

พอลิโพรพิลีนเป็นพลาสติกที่อยู่ในกลุ่มของโมเลกุลไม่เกาะตัวชนิดพลาสติก โมเลกุลแตกแขนง โมเลกุลที่มีการแตกแขนงของสายโซ่พอลิเมอร์ทำให้พอลิโพรพิลีนมีคุณสมบัติเป็นพอลิเมอร์กิ่งผลึกซึ่งมีโครงสร้างของของโซ่โมเลกุลบางส่วนเป็นระเบียบ โดยการจัดเรียงโซ่กิ่งสามารถแบ่งได้เป็น 3 แบบโครงสร้างคือ ไอโซแทกติก (Isotactic) ซินดิโอแทกติก (Syndiotactic) และอะแทกติก (Atactic) ดังรูปที่ 2.2 ที่มีการเกาะตัวกันเป็นผลึกในบริเวณที่ยังเป็นอสัณฐานเหนือช่วงอุณหภูมิเริ่มอ่อนตัวเมื่อได้รับความร้อนจะเคลื่อนไหวได้อย่างอิสระทำให้อ่อนตัว แต่พลาสติกจะยังมีความเหนียวและยืดหยุ่นได้ เพราะยังมีส่วนที่เป็นผลึกเกาะตัวกันเหนียวแน่นและจะหลอมเหลวได้หลังจากพันธะที่เกาะตัวกันเป็นผลึกถูกทำลายหลังช่วงหลอมตัวของผลึก ซึ่งจากเหตุผลดังกล่าวทำให้พอลิโพรพิลีนมีสมบัติโดยทั่วไปคือ ทนต่อการแปรรูปด้วยความร้อน ทนต่อแรงดึง แรงกระแทก และทรงตัวดี ผิวแข็งไม่มีแนวโน้มของการสึกกร่อน สามารถฆ่าเชื้อโรคได้ด้วยอุณหภูมิ 120 °C ได้ ไม่ดูดซึมน้ำ เพราะที่อุณหภูมิต่ำกว่า 0 °C ทนต่อสารเคมีเช่น กรดอ่อน ด่างอ่อน แอลกอฮอล์ แต่ไม่ทนกรดแก่และด่างแก่ มีค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อน ( $\lambda$ ) 1.09 kJ/mh°C ค่าความจุความร้อนจำเพาะ ( $c$ ) 1.93 kJ/kg°C ความหนาแน่นประมาณ 0.890-0.905 g/cm<sup>3</sup> อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว ( $T_g$ ) ประมาณ -20 °C อุณหภูมิหลอมเหลวประมาณ 170 °C และดัชนีการไหล (Melt flow index, MFI) 2-50 g/10 min ปัจจุบันพอลิโพรพิลีนนิยมใช้ผลิตเป็นวัสดุหรือชิ้นส่วนต่างๆ เช่น ชิ้นส่วนภายในรถยนต์ได้แก่คอนโซล ผนังรถด้านข้าง หรือชิ้นส่วนเครื่องซักผ้า และนิยมผลิตเป็นฟิล์มพอลิโพรพิลีนซึ่งมีความโปร่งใสมากใช้ทำถุงพลาสติกที่ทนต่อความร้อนสำหรับการบรรจุอาหาร สำหรับพอลิโพรพิลีนรีไซเคิลสามารถใช้ทำแปรงทำความสะอาดและกรวมสำหรับใส่น้ำมัน

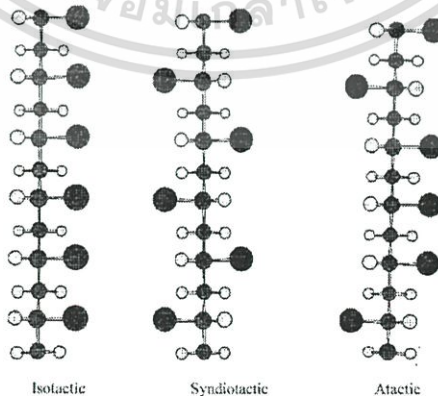


FIGURE 1.6 Isotactic, syndiotactic, and atactic polymer chains.

### รูปที่ 2.2 โครงสร้างพอลิโพรพิลีนแบบต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.3 เส้นใยเชิงเดี่ยวและกระบวนการอัดรีดขึ้นรูป [8-10]

เส้นใย (Fiber or filament) หมายถึงวัสดุที่มีความยาวมากกว่าเส้นผ่านศูนย์กลางอย่างน้อย 100 เท่า สามารถแบ่งได้เป็นสองกลุ่มคือ เส้นใยอินทรีย์ เช่นเส้นใยจากพอลิเมอร์ และเส้นใยจากพืช อีกกลุ่มหนึ่งคือเส้นใยอนินทรีย์ เช่น เส้นใยแก้ว เส้นใยพอลิเมอร์ที่เกิดจากกระบวนการปั่น (Spinning process) โดยการดึงให้เป็นเส้นยาวที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็ก หรือการดึงด้วยอัตราส่วนการดึงสูง ผลของการดึงเส้นใยพอลิเมอร์ส่งผลให้เกิดผลึกในปริมาณที่สูง เส้นใยที่ได้มีความแข็งแรงต่อหน่วย (Strength per unit area) สูง เส้นใยเหล่านี้มักใช้ในงานทอเครื่องนุ่งห่มของใช้ต่างๆ และใช้เป็นวัสดุเสริมแรงในการผลิตพอลิเมอร์เชิงประกอบ (Composite polymer)

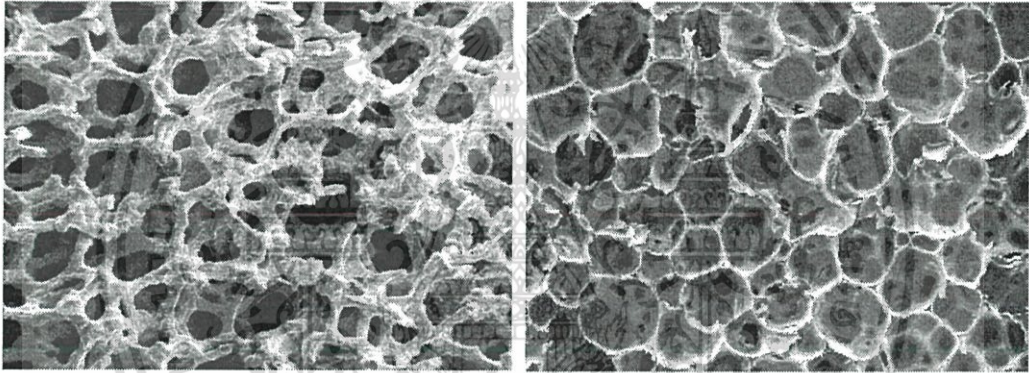
กระบวนการผลิตเส้นใยด้วยการอัดรีดขึ้นรูปเส้นใยจากพลาสติกหลอม โดยประยุกต์ลักษณะการไหลแบบยืด (Extensional flow) ซึ่งจะทำให้เส้นใยที่มีหน้าตัดค่อนข้างกลม กระบวนการอัดรีดขึ้นรูปเส้นใยจากพลาสติกหลอมมีรายละเอียดของการขึ้นรูปดังนี้

1. การหลอมพลาสติกในเครื่องอัดรีดที่อุณหภูมิสูงกว่าจุดหลอมเหลวของพลาสติก
2. การอัดรีดพลาสติกผ่านตัวกรองหลายชั้นเพื่อกำจัดสิ่งสกปรกออก ในกระบวนการนี้ต้องการพลาสติกหลอมที่มีความสะอาดมาก เนื่องจากเส้นใยที่ผลิตมีขนาดเล็กมากสิ่งสกปรกจะทำให้เส้นใยขาดได้ง่าย หลังจากผ่านตัวกรองจะอัดพลาสติกหลอมไหลผ่านสปินเนอร์เน็ตที่หัวอัดรีดมีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็ก
3. ดึงเส้นใยด้วยกระสวยปั่น บริเวณหัวอัดรีดจนถึงลูกกลิ้งรวบเส้นใยเรียกว่าบริเวณดึง ซึ่งบริเวณนี้จะทำการดึงและหล่อเย็นเส้นใย โดยทั่วไปมักใช้น้ำหรือลมเย็น การดึงจะทำให้เส้นใยเกิดการยืดตัวขึ้นหลายเท่าอัตราการยืดจะวัดจากเส้นผ่านศูนย์กลางของหัวอัดรีดกับเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่ได้ เมื่อได้เส้นใยที่มีอัตราการยืดที่ต้องการแล้วจะใช้กระสวยในการเก็บเส้นใย

นอกจากกระบวนการดึงยืดเส้นใยแล้วยังมีวิธีอื่นในการขึ้นรูปเส้นใย เช่น การปล่อยเส้นใยให้ตกอย่างอิสระที่อุณหภูมิห้องหรือ Free-fall method จะได้เส้นใยที่มีลักษณะกลมแต่จะมีอัตราการยืดต่ำกว่า ซึ่งกระบวนการดังกล่าวเป็นกระบวนการที่ใช้ในการผลิตเส้นใยในปริมาณน้อย

## 2.4 โฟมและกระบวนการเกิดโฟมในพอลิเมอร์กิ่งผลึก [3, 7, 11]

โฟมหรือพอลิเมอร์โฟม หมายถึงวัสดุที่มีฟองแก๊สขนาดเล็กๆ (Cellular materials) กระจาย ในเนื้อพอลิเมอร์ โดยทั่วไปวัสดุโฟมมีส่วนประกอบอย่างน้อย 2 วัฏภาค (Phase) ได้แก่ วัฏภาคที่เป็น ของแข็งหรือของเหลว และวัฏภาคแก๊ส ซึ่งวัฏภาคแก๊สจะแทรกตัวอยู่ในวัฏภาคของแข็งหรือของเหลว ทำให้คุณสมบัติต่างๆเปลี่ยนไป เช่น ความหนาแน่น ความแข็งแรงเชิงกล ความเป็นฉนวน สมบัติทาง ความร้อน เป็นต้น เมื่อวิเคราะห์โครงสร้างของโฟมโดยจำแนกประเภทโฟมตามโครงสร้างของฟอง หรือเซลล์พบว่าสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 แบบ คือ โฟมแบบเซลล์เปิด (Open cell) ซึ่งหมายถึงโฟม 2.3 (a) และโฟมแบบเซลล์ปิด (Close cell) หมายถึงโฟมที่มีโพรงของช่องว่างหรือเซลล์ที่ไม่ต่อถึงกัน ได้โดยมีผนังล้อมรอบเซลล์ที่เกิด ดังรูปที่ 2.3 (b)



(a) โฟมแบบเซลล์เปิด

(b) โฟมแบบเซลล์ปิด

รูปที่ 2.3 โครงสร้างภายในของโฟม

กระบวนการเกิดโฟมในเส้นใยเชิงเดี่ยวพอลิเมอร์กิ่งผลึกโดยใช้สารเกิดฟองทางกายภาพมี 4 ขั้นตอน แสดงดังรูปที่ 2.4 [21] ซึ่งสามารถอธิบายได้ดังนี้

1. การละลายของก๊าซที่ใกล้กับอุณหภูมิหลอมเหลวทำให้แก๊สละลายในพอลิเมอร์ และ ทำให้ผลึกส่วนหนึ่งของพอลิเมอร์กิ่งผลึกหลอมเหลวไป
2. การเกิดนิวเคลียสจากการรบกวนสมดุลทางเทอร์โมไดนามิกส์ด้วยการเพิ่มอุณหภูมิ หรือการลดความดันของระบบ โดยขั้นตอนนี้จะเกิดขึ้นเพียงระยะเวลาสั้นมาก หลังจากนั้นจะลดอุณหภูมิลงซึ่งระหว่างการลดอุณหภูมิลงนั้นจะทำให้พอลิเมอร์กิ่งผลึกเกิด

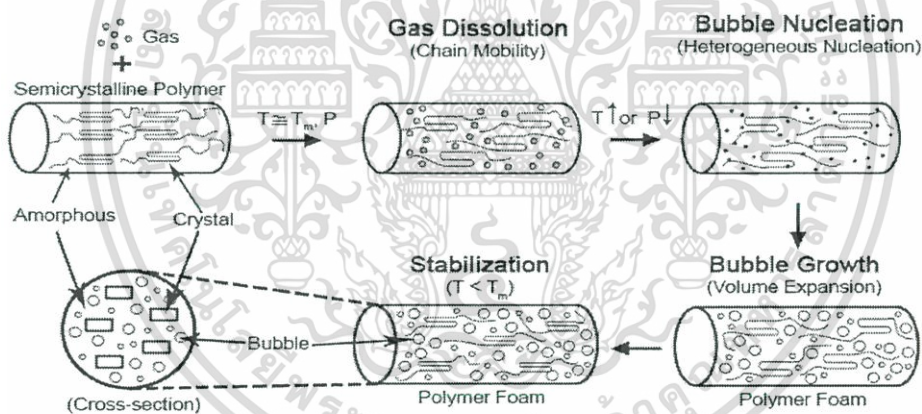
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กระบวนการตกผลึกร่วมด้วย โดยเมื่อลดอุณหภูมิลงถึงอุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิเมอร์ กึ่งผลึกจะเริ่มเกิดนิวเคลียสของผลึกก็ขึ้น

3. การเติบโตของฟองแก๊สจากการแพร่ของแก๊สที่ละลายอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์เข้าสู่ นิวเคลียสโดยความแตกต่างของความเข้มข้น โดยระหว่างนี้อุณหภูมิก็จะลดลงเรื่อยๆ สำหรับกระบวนการตกผลึกก็จะเข้าสู่ขั้นตอนการขยายตัวของผลึกและการขยายตัวจะ สมบูรณ์เมื่อส่วนที่เป็นผลึกเกิดและโตจนกระทั่งมีปริมาณตามอัตราส่วน ณ สมดุล

4. การคงสภาพของฟองแก๊สเกิดจากการที่สารเกิดฟองแพร่ออกสู่บรรยากาศและใน ขณะเดียวกันนั้น อากาศภายนอกก็เข้ามาแทนที่สารเกิดฟองภายในโครงสร้างโฟม

จากกระบวนการเกิดโฟมของพอลิเมอร์กึ่งผลึกในระหว่างการขยายตัวของฟองแก๊สพร้อมกัน กับการลดลงของอุณหภูมิจะทำให้เกิดการตกผลึกร่วมด้วยทำให้ฟองแก๊สไม่สามารถขยายตัวได้อย่าง อิสระ พอลิเมอร์กึ่งผลึกที่มีระดับความเป็นผลึกสูงฟองแก๊สจะเกิดการขยายตัวได้ยาก



รูปที่ 2.4 กระบวนการเกิดโฟมในเส้นใยของพอลิเมอร์กึ่งผลึกโดยใช้สารเกิดฟองทางกายภาพ [21]

## 2.5 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของโฟม [3, 7, 12]

สัณฐานวิทยาของโฟมเป็นตัวแปรที่สำคัญต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุ ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยสมบัติที่ศึกษามีดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.5.1 สัดส่วนการขยายตัวเชิงปริมาตร (Volume Expansion Ratio, $\Phi$ )

สัดส่วนการขยายตัวเชิงปริมาตร  $\Phi$  นิยามจากปริมาตรของโฟม ( $V_f$ ) ต่อปริมาตรของพอลิเมอร์ ( $V_p$ ) ดังสมการที่ (2.1)

$$\Phi = \frac{V_f}{V_p} \quad (2.1)$$

หรือ

$$\Phi = \frac{(m_p + m_g) / \rho_f}{m_p / \rho_p} \quad (2.2)$$

เมื่อ

$m_p$  คือ น้ำหนักของพอลิเมอร์ (g)

$m_g$  คือ น้ำหนักของแก๊ส (g)

$\rho_f$  คือ ความหนาแน่นของโฟม

$\rho_p$  คือ ความหนาแน่นของพอลิเมอร์

และถ้าให้น้ำหนักของแก๊สมีค่าน้อยมากเมื่อเทียบกับน้ำหนักของพอลิเมอร์จะได้

$$\Phi = \frac{\rho_p}{\rho_f} \quad (2.3)$$

### 2.5.2 ความหนาแน่นของฟองแก๊ส (Cell Density)

การวัดความหนาแน่นของฟองแก๊สจะต้องมีการกำหนดสมมติฐานเบื้องต้นก่อน คือ ให้เซลล์หรือฟองแก๊สมีขนาดเป็นรูปทรงกลม และมีการขยายตัวของเซลล์อย่างสม่ำเสมอในทุกทิศทาง ความหนาแน่นของฟองแก๊สมีสองประเภทคือ ความหนาแน่นเซลล์ ( $N_f$ ) คือจำนวนของเซลล์ต่อหนึ่งหน่วยปริมาตรของโฟม ( $V_f$ ) และความหนาแน่นนิวเคลียส (Nucleus density,  $N_0$ ) คือ จำนวนของเซลล์ต่อหนึ่งหน่วยปริมาตรของพอลิเมอร์ ( $V_p$ ) คำนวณได้จากสมการที่ (2.4) และ (2.5) ตามลำดับ

$$N_f = \frac{N}{V_f} \quad (2.4)$$

$$N_0 = \frac{N}{V_p} \quad (2.5)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หรือความหนาแน่นเซลล์สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$N_f = \left[ \frac{n}{A} \right]^{2/3} \quad (2.6)$$

เมื่อ

$n$  คือ จำนวนฟองหรือเซลล์ที่นับได้จากภาพไมโครกราฟ (cells)

$A$  คือ พื้นที่ในการนับจำนวนเซลล์ ( $\text{cm}^2$ )

## 2.6 คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต [13]

ของไหลที่สภาวะเหนือวิกฤต หมายถึงสารใดๆที่มีอุณหภูมิและความดันมากกว่าจุดวิกฤต สารจะอยู่ในสภาวะที่ไม่สามารถจำแนกได้ว่าเป็นสถานะของเหลวหรือแก๊สซึ่งถ้าเพิ่มอุณหภูมิและความดันให้สูงกว่าบริเวณจุดวิกฤตนี้ จะไม่มีการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของของไหล ตารางที่ 2.1 แสดงตัวอย่างของอุณหภูมิและความดันวิกฤตของสารชนิดต่างๆ

ตารางที่ 2.1 อุณหภูมิและความดันที่จุดวิกฤตของสารชนิดต่างๆ [13]

สาร	อุณหภูมิวิกฤต (K)	ความดันวิกฤต (MPa)
คาร์บอนไดออกไซด์	304.2	7.38
อะซีโตน	508.1	4.7
เมทานอล	512.6	8.09
น้ำ	647.3	22
เอทิลีน	282.4	5.04

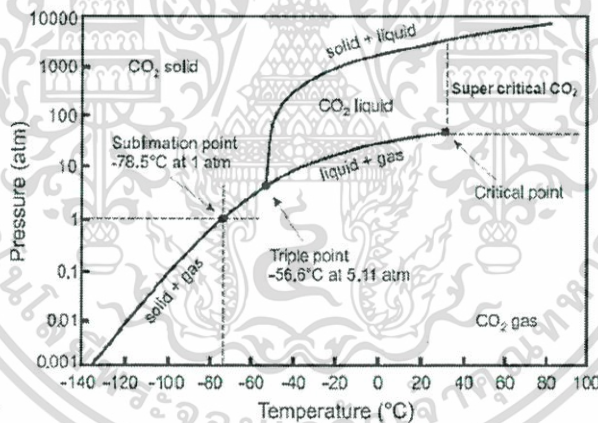
ของไหลที่สภาวะเหนือวิกฤตสามารถนำมาใช้เป็นตัวทำละลายซึ่งมีข้อจำกัดที่ดีกว่าตัวทำละลายที่เป็นของเหลว คือมีอัตราการถ่ายเทมวล (Mass transfer) เร็วกว่าและมีความสามารถในการทำละลาย (Solvating power) สูงกว่าเนื่องจากของไหลที่สภาวะเหนือจุดวิกฤตมีคุณสมบัติทางเคมีฟิสิกส์ (Physicochemical properties) อยู่ระหว่างแก๊สกับของเหลว มีความหนาแน่นใกล้เคียงกับของเหลว มีความหนืด (Viscosity) ใกล้เคียงกับแก๊ส และมีอัตราการแพร่ (Diffusivity) สูงกว่าของเหลวทำให้สามารถแพร่เข้าไปในโครงสร้างของตัวถูกละลาย (Solute matrix) ได้ดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในอุตสาหกรรมบางชนิดคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากคุณสมบัติทางกายภาพและคุณสมบัติทางเคมีเป็นที่ต้องการ เช่น ใช้เป็นตัวทำละลายในอุตสาหกรรมพอลิเมอร์ โดยจะละลายได้ดีในมอนอเมอร์แต่เป็นตัวทำละลายที่ไม่ดีในเนื้อพอลิเมอร์ สามารถแยกออกจากกระบวนการได้ง่าย นอกจากนี้ยังสามารถใช้เป็นสารเกิดฟองทางกายภาพในกระบวนการเกิดโฟม เนื่องจากมีค่าการละลายในเนื้อพอลิเมอร์สูง เป็นต้น

#### สมบัติของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

รูปที่ 2.5 แสดงวิภูภาคของคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิและความดันวิกฤตที่ไม่สูงมาก สามารถเปลี่ยนสมบัติต่างๆได้โดยการปรับความดัน หรืออุณหภูมิ นอกจากนี้จากที่กล่าวไปข้างต้นคือสามารถแยกตัวออกจากกระบวนการได้ง่าย สามารถนำมาประยุกต์ใช้ได้หลายกระบวนการ เช่น การสกัดคาเฟอีนออกจากใบชาและกาแฟ ใช้เป็นสารเกิดฟองทางกายภาพในกระบวนการเกิดโฟม เป็นต้น สมบัติของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตที่แสดงได้ดังตารางที่ 2.2 มีสมบัติของสารในสถานะเหนือวิกฤตแต่มีความหนาแน่นต่ำและมีความไม่เป็นระเบียบของโมเลกุลคล้ายกับสถานะแก๊ส



รูปที่ 2.5 แผนผังวิภูภาคของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติทางเคมีฟิสิกส์ของคาร์บอนไดออกไซด์ที่สภาวะเหนือจุดวิกฤตเปรียบเทียบกับแก๊สและของเหลว [13]

สมบัติ	แก๊ส	ของไหลเหนือวิกฤต	ของเหลว
ความหนาแน่น ( $\text{kg/m}^3$ )	1	100-800	1000
ความหนืด ( $\mu\text{Pa}\cdot\text{s}$ )	0.001	0.005-0.001	0.05-1
การแพร่ ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )	$1 \times 10^{-5}$	$1 \times 10^{-7}$	$1 \times 10^{-9}$

## 2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Zhi-Mei Xu และคณะ [3] ได้ทำการศึกษาพฤติกรรมในการเป็นโพลีเมอร์ของพอลิโพรพิลีนด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นสารเกิดฟองทางกายภาพ โดยศึกษาถึงผลของของเวลาอิมัลชัน อุณหภูมิที่ในการขึ้นรูปโพลี ความดันอิมัลชัน และอัตราการลดความดันต่อโครงสร้างของโพลีและอัตราการขยายตัวเชิงปริมาตร และศึกษาช่วงของการเกิดโพลีโดยการคำนวณจากขีดจำกัดบนและล่างของช่วงอุณหภูมิและความดันอิมัลชัน ซึ่งขีดจำกัดบนของอุณหภูมิสามารถคำนวณได้จากอุณหภูมิที่ทำให้พอลิโพรพิลีนหลอมละลายและขีดจำกัดล่างสำหรับอุณหภูมิคืออุณหภูมิที่ทำให้พอลิโพรพิลีนเริ่มเสีรูปร่าง อุณหภูมิสูงที่สุดที่เป็นไปได้ต่างจากอุณหภูมิลดลงเพียง 4 °C ซึ่งให้ผลพอลิโพรพิลีนอ่อนเกินกว่าจะเก็บฟองแก๊สไว้ภายในพอลิเมอร์ได้ แต่ช่วงที่อุณหภูมิต่ำกว่านั้นสามารถเกิดเป็นโพลีและมีฟองแก๊สสม่ำเสมอภายในเนื้อพอลิเมอร์มากกว่าที่ความดันอิมัลชันต่ำ และการเพิ่มอัตราการลดความดันส่งผลต่อการเพิ่มความหนาแน่นของเซลล์ จากผลการทดลองจึงสามารถสรุปได้ว่าขนาดของฟองแก๊สและอัตราการขยายตัวเชิงปริมาตรเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราการลดความดันและสูงสุดที่จุดๆหนึ่งหลัง จากนั้นจะค่อยๆลดลงเมื่อเพิ่มอัตราการลดความดัน

Xiu-Lei Jiang และคณะ [15] ศึกษาผลของโครงสร้างผลึกต่อการเกิดโพลีของไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนด้วยกระบวนการเกิดโพลีแบบกะ โดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นสารเกิดฟองทางกายภาพ พบว่าโครงสร้างผลึกแบบสเฟียรูไลต์ส่งผลต่อสัณฐานวิทยาของโพลีไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนที่ความดันอิมัลชันต่ำจะเกิดฟองแก๊สขนาดไมโครเมตร (Microcells) ที่กลางโครงสร้างผลึกแบบสเฟียรูไลต์ และเกิดฟองแก๊สขนาดใหญ่ในส่วนที่เป็นอสัณฐานของไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีน นอกจากนี้ยังพบว่ากระบวนการเกิดโพลีที่ความดันอิมัลชันของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์สูงทำให้เกิดโครงสร้างผลึกแบบ  $\gamma$  ของไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีน

### บทที่ 3

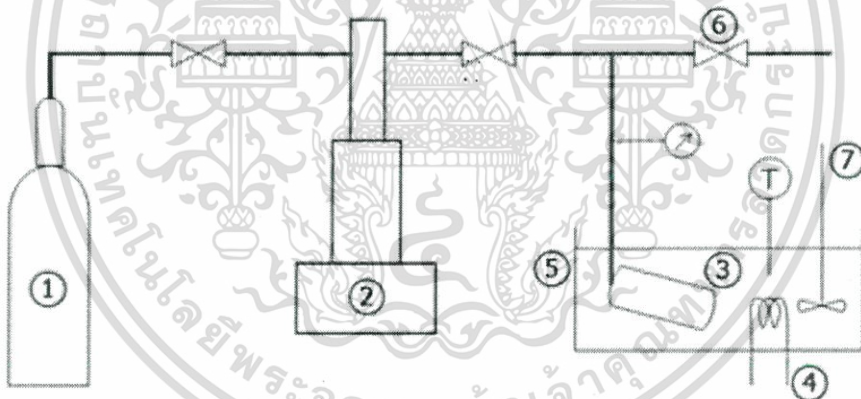
## สารเคมี อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

### 3.1 สารเคมี

1. ไอโซแทคติก-พอลิโพรพิลีน มีค่าดัชนีการไหล (MFI) 11 g/10 min และความหนาแน่น 0.9 g/cm<sup>3</sup> จากบริษัท Japan Polypropylene Corporation
2. แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ 99.95 % จากบริษัท United Industrial
3. สารเกิดนิวเคลียสคือ ซิลิกอนไดออกไซด์ (Silicon dioxide, SiO<sub>2</sub>) จากบริษัท Sigma Aldrich

### 3.2 อุปกรณ์การทดลองและเครื่องมือวิเคราะห์

1. ชุดอุปกรณ์การขึ้นรูปโพลีเอทิลีน

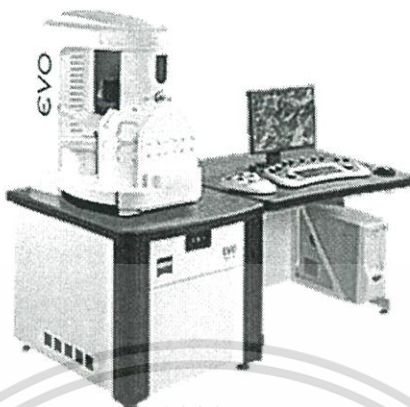


1. ถังแก๊ส CO<sub>2</sub>
2. ปั๊มอัดแรงดัน (รุ่น Syringe Pump Isco Model 260D)
3. ภาชนะทนแรงดันสูง
4. ขดลวดให้ความร้อน
5. อ่างน้ำมันซิลิโคน
6. วาล์วไล่อากาศ
7. เครื่องปั่นกวาน

รูปที่ 3.1 อุปกรณ์เตรียมโพลีเอทิลีนด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) จากบริษัท ZEISS รุ่น MA10



รูปที่ 3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

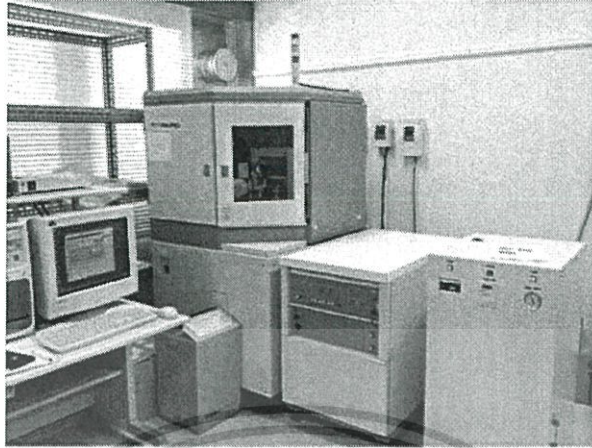
3. เครื่อง Differential Scanning Calorimetry (DSC) จากบริษัท TA Instrument รุ่น Q200 วิเคราะห์ตัวอย่างในช่วงอุณหภูมิ 50-200 °C ด้วยอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 10 °C/min ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.3 เครื่อง Differential Scanning Calorimetry

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4. เครื่อง Wild-angle X-ray Diffraction (WAXD) จากบริษัท Rigaku รุ่น RINT-RAPID/S



รูปที่ 3.4 เครื่อง Wild-angle X-ray Diffraction

### 3.3 ขั้นตอนการทดลอง

#### 3.3.1 กระบวนการขึ้นรูปเส้นใยพอลิโพรพิลีน

1. ผสมพอลิโพรพิลีนกับสารเกิดนิวเคลียสคือ ซิลิกอนไดออกไซด์ ในอัตราส่วน 0.01 และ 0.5 phr ด้วยเครื่องอัดรีด (Extruder) ยี่ห้อ TOYOSEIKI รุ่น Labo plastomill 4C150 แล้วนำไปตัดเป็นเม็ด และนำไปวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วยเครื่อง DSC เพื่อนำไปหาอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองการเตรียมโฟม

2. ขึ้นรูปเส้นใยพอลิโพรพิลีนจากเม็ดที่ได้จากการตัดหลังผ่านเครื่องอัดรีดโดยเครื่องวัดค่าความหนืดแบบเฉือนยี่ห้อ TOYOSEIKI รุ่น Capilograph-1D ที่อุณหภูมิ 190 °C ความเร็วลูกสูบ 10 mm/min โดยปล่อยให้ตกลงแบบอิสระ

#### 3.3.2 ขั้นตอนการเตรียมเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีน

ชุดอุปกรณ์การเตรียมเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีนแสดงได้ดังรูปที่ 3.1 โดยเริ่มจากนำเส้นใยบรรจุไว้ในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ เพื่อเตรียมโฟมด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตที่อุณหภูมิ 146 148 และ 150 °C ที่ความดันอิ่มตัวคงที่ที่ 160 bar เวลาอิ่มตัว 20 min จากนั้นลดความดันลงด้วยเวลา 5-10 s จนลดลงเหลือความดันบรรยากาศ ซึ่งสรุปสภาวะที่ทำการทดลองดังตารางที่ 3.2 โดยมีขั้นตอนการทดลองอย่างละเอียดดังนี้

1. บรรจุเส้นใยเชิงเดี่ยวพอลิโพรพิลีนลงในภาชนะทนแรงดันสูงหมายเลข 3
2. ไล่อากาศภายในภาชนะแรงดันสูงออกโดยอัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เข้าไป แล้วปล่อยออก จากนั้นจึงอัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เข้าภาชนะทนแรงดันสูงตามสภาวะความดันที่ต้องการจะทดลองด้วยปั๊มอัดแรงดันสูงหมายเลข 2
3. ไล่ภาชนะทนแรงดันสูงลงในอ่างน้ำมันซิลิโคนหมายเลข 5 ตามสภาวะของอุณหภูมิการเกิดโฟมที่ต้องการ และทิ้งไว้จนครบเวลาอ้อมตัว 20 นาที
4. ลดความดันโดยการปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่อยู่ภายในภาชนะทนแรงดันสูงออกสู่ความดันบรรยากาศด้วยเวลา 5-10 วินาที เมื่อนำตัวอย่างออกมาได้เส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีนที่ต้องการ

เมื่อได้ตัวอย่างเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีนจากขั้นตอนการขึ้นรูปโฟมแล้ว จึงนำไปวิเคราะห์สัณฐานวิทยา วิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนและปริมาณของผลึก และ วิเคราะห์โครงสร้างของผลึกต่อไป โดยกำหนดสัญลักษณ์ของเส้นใยเชิงเดี่ยวและโฟมพอลิโพรพิลีนเพื่อใช้ในการอธิบายผลการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 3.1 โดยที่ PP แทนเส้นใยเชิงเดี่ยว และ PPF แทน เส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมตามด้วยปริมาณสารเกิดนิวเคลียสและเครื่องหมาย ( \_ ) จากนั้นตามด้วยอุณหภูมิในการเกิดโฟม เช่น PPF0.5\_148

ตารางที่ 4.2 สัญลักษณ์ของชิ้นงานที่ใช้ในการอธิบายผลการวิเคราะห์

รหัส	ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส (p/hr)	อุณหภูมิในการเกิดโฟม (°C)	
PP	0	-	-
	0.5	-	-
PPF	0	148	150
	0.5	148	150

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.3 การวิเคราะห์เส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพอลิโพรพิลีน

1. การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาโดยนำเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพอลิโพรพิลีนที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) จากนั้นนำไปคำนวณค่าสัดส่วนการขยายตัวเชิงปริมาตร ขนาดของเซลล์ และความหนาแน่นเซลล์
2. วิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนและปริมาณผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวและโพรพอลิโพรพิลีนด้วยเครื่อง DSC ที่ช่วงอุณหภูมิ 50-200 °C ด้วยอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 10 °C/min ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน 2 ครั้ง
3. วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวและโพรพอลิโพรพิลีนด้วยด้วยเครื่อง WAXD โดยมีแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์เป็น Cu K $\alpha$  ด้วยกำลังไฟฟ้า 30 mV กระแสไฟ 40 mA สแกนมุม 2 $\theta$  ตั้งแต่ 10°-30° ในเวลา 600 s

ตารางที่ 3.2 ตัวแปรและปริมาณของตัวแปรที่ศึกษา

การทดลองที่	ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส (p/hr)	อุณหภูมิในการเกิดโพร (°C)
1	0	146
2		148
3		150
4	0.1	146
5		148
6		150
7	0.5	146
8		148
9		150

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

ปริญญาพนธ์นี้ได้ศึกษาการเกิดเป็นโพลีเมอร์เส้นใยเชิงเดี่ยวพอลิโพรพิลีนผสมกับสารเกิดนิวเคลียสที่อุณหภูมิในการเกิดโพลีเมอร์ต่างกัน โดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นสารช่วยในการเกิดฟองทางกายภาพ วิเคราะห์ผลที่เกิดขึ้นได้จากสภาวะที่ใช้ในการเกิดโพลีเมอร์ ปริมาณของสารเกิดนิวเคลียส ระดับความเป็นผลึก และการใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นสารช่วยในการเกิดฟอง ที่มีผลต่อโครงสร้างสัณฐานและสมบัติทางความร้อนของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพรพิลีนเพื่อใช้ในการปรับปรุงกระบวนการเตรียมโพลีเมอร์เส้นใยหรือผลิตภัณฑ์อื่นที่เกี่ยวข้องกับพอลิโพรพิลีนที่ต้องการความเป็นผลึกในผลิตภัณฑ์โพลีเมอร์ประโยชน์ในการใช้งานด้านต่างๆ

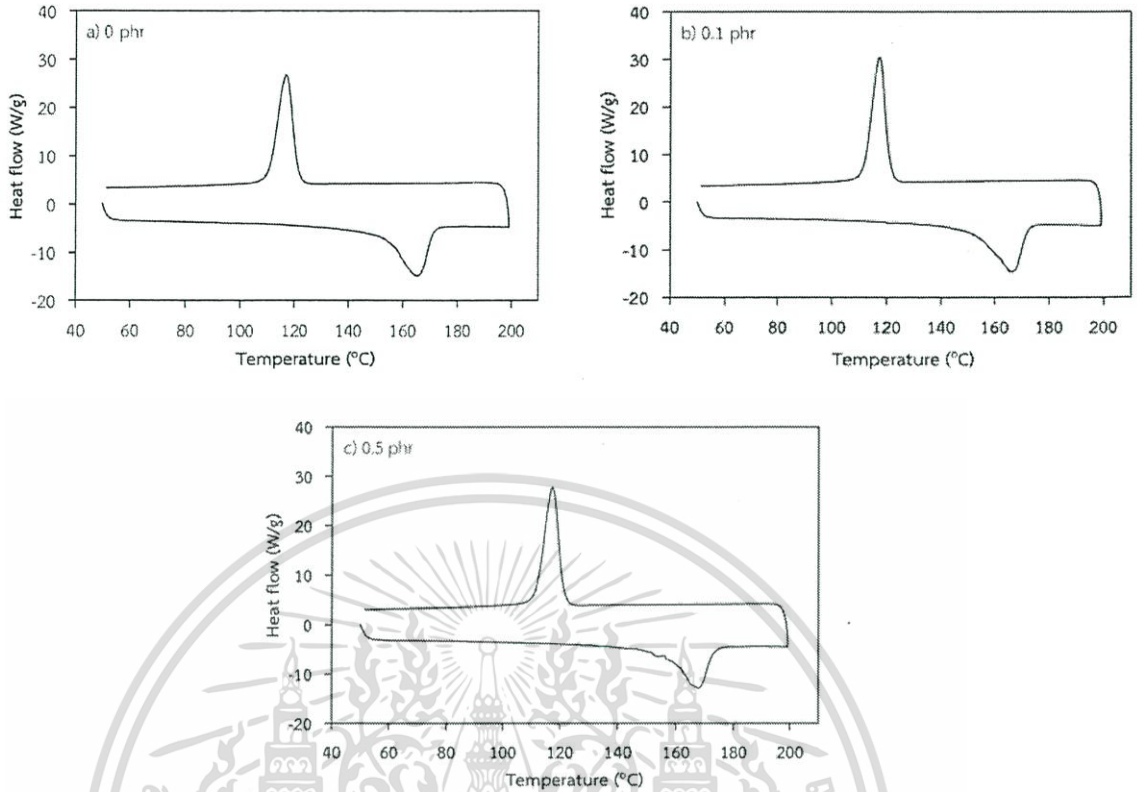
#### การกำหนดอุณหภูมิในการขึ้นรูปโพลีเมอร์

เมื่อนำเม็ดพอลิโพรพิลีนที่ผสมกับสารเกิดนิวเคลียสด้วยอัตราส่วนต่างๆ มาวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วย DSC สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 4.1(a) – 4.1(c) พบว่าเม็ดพอลิโพรพิลีน ทั้งสามอัตราส่วนให้สมบัติเชิงความร้อนที่ใกล้เคียงกัน เมื่อนำผลที่ได้มาวิเคราะห์ต่อซึ่งแสดงได้ดังตารางที่ 4.1 พบว่าปริมาณของสารเกิดนิวเคลียสไม่ส่งผลต่ออุณหภูมิการหลอมเหลวของพอลิโพรพิลีน (Melting temperature) และระดับความเป็นผลึก (Degree of crystallinity) ซึ่งคำนวณได้จากสมการ [5]

$$X_c = \frac{\Delta H_f(T_m)}{\Delta H_f^0(T_m^0)} \times 100 \quad (3.1)$$

เมื่อ  $\Delta H_f(T_m)$  และ  $\Delta H_f^0(T_m^0)$  คือ พลังงานความร้อนที่อุณหภูมิหลอมเหลวและอุณหภูมิหลอมเหลวสมดุล ( $T_m^0$ ) ตามลำดับ ซึ่งมีค่าเท่ากับ 207.1 J/g [6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.1 เทอร์โมแกรมของเม็ดพอลิโพรพิลีนที่สัดส่วนสารเกิดนิวเคลียสต่างๆ

ตารางที่ 4.1 สมบัติเชิงความร้อนของเม็ดพอลิโพรพิลีนที่ปริมาณสารเกิดนิวเคลียสต่างๆ

Nucleating content (phr)	Melting temperature (°C)	Degree of crystallinity
0.0	163.1	41.5
0.1	161.8	42.1
0.5	162.1	40.4

จากผลการวัดอุณหภูมิการหลอมเหลวของพอลิโพรพิลีนทำให้สามารถกำหนดอุณหภูมิที่ใช้ในการขึ้นรูปโฟมได้เป็น 146 – 150 °C โดยลดอุณหภูมิลงมาประมาณ 10-12 °C เพื่อลดผลของการหลอมเหลวของพอลิเมอร์ เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิที่สูงใกล้เคียงกับอุณหภูมิการหลอมเหลวจะทำให้เส้นใยแข็งตัวของพอลิโพรพิลีนหลังจากผ่านกระบวนการขึ้นรูปไม่สามารถคงรูปความเป็นเส้นใยอยู่ได้ (พอลิเมอร์เกิดการหลอมเหลวจนไม่สามารถคงสภาพของรูปร่างเดิม กลายเป็น

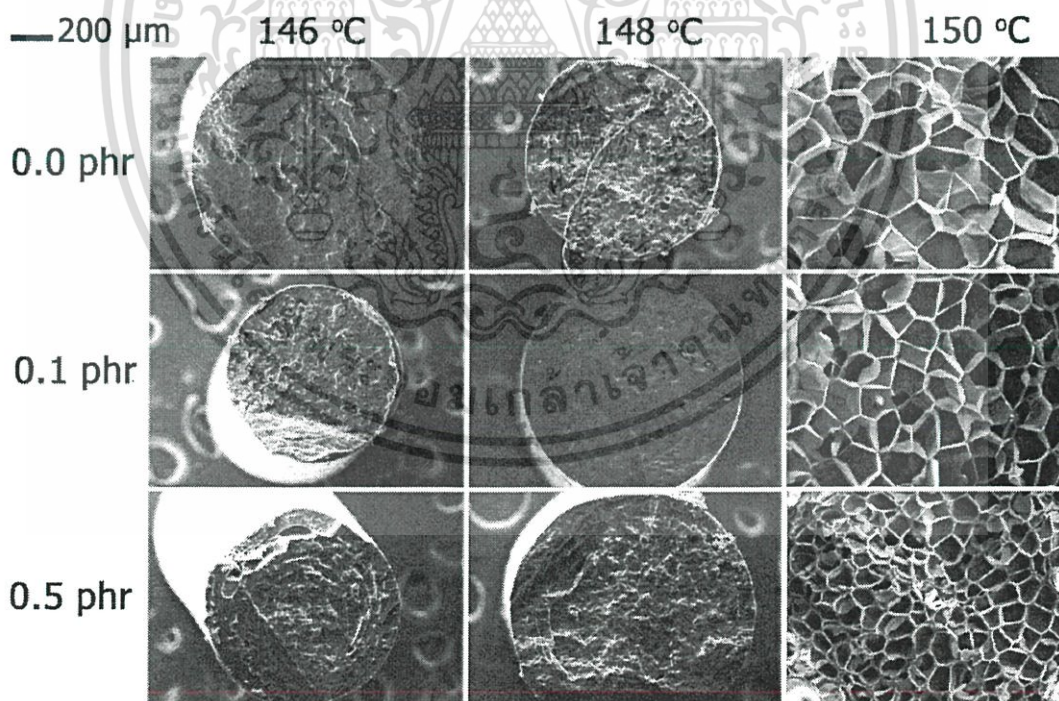
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของเหลวหนืด) จึงไม่สามารถศึกษาผลของสารเกิดนิวเคลียสที่เกิดขึ้นหลังจากผ่านกระบวนการสร้างโฟมได้

#### 4.1 ผลของอุณหภูมิในการขึ้นรูปโฟมและสารเกิดนิวเคลียสต่อสัณฐานวิทยา

##### 4.1.1 ผลของอุณหภูมิในการขึ้นรูปโฟม

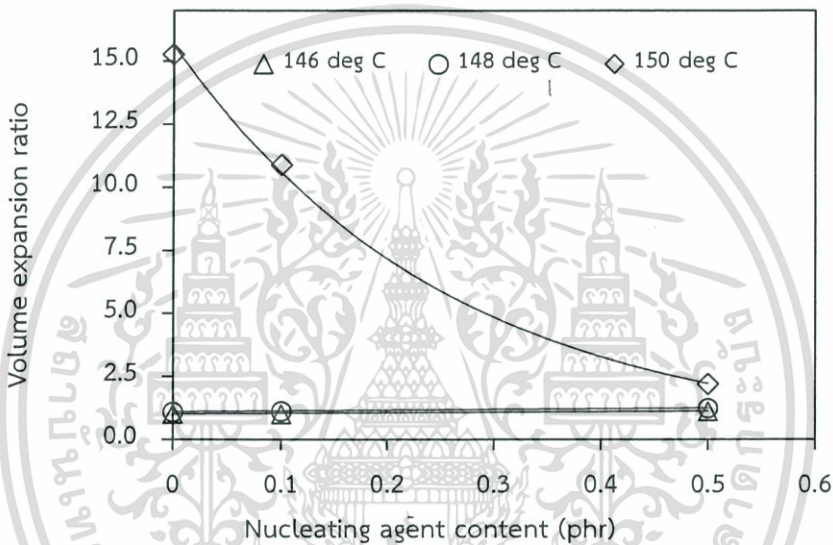
จากผล DSC เบื้องต้นจึงสามารถนำมากำหนดอุณหภูมิเกิดโฟมที่ 146 148 และ 150 °C ซึ่งต่ำกว่าอุณหภูมิหลอมเหลวเพื่อคงสภาพความเป็นผลึกของเส้นใยพอลิโพรพิลีน เมื่อทำการวิเคราะห์ภาพสัณฐานวิทยาพบว่าที่อุณหภูมิ 146 °C เส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีนมีการเกิดฟองแก๊สน้อยมาก เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 148 °C พบว่ามีฟองเกิดขึ้นเพียงบางส่วน แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงถึง 150 °C พบว่าอุณหภูมิสูงอาจส่งผลให้ผลึกเกิดความเสียหายหรือถูกทำลายจนเป็นอสัณฐาน (Amorphous) ความแข็งแรงเชิงหลอมเหลว (Melt strength) เพียงพอและเหมาะสมสำหรับในขั้นตอนการเกิดนิวเคลียสและการเติบโตของฟอง ซึ่งทำให้เกิดโฟมได้ดีขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 สัณฐานวิทยาของเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีนที่สัดส่วนสารเกิดนิวเคลียสและอุณหภูมิต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

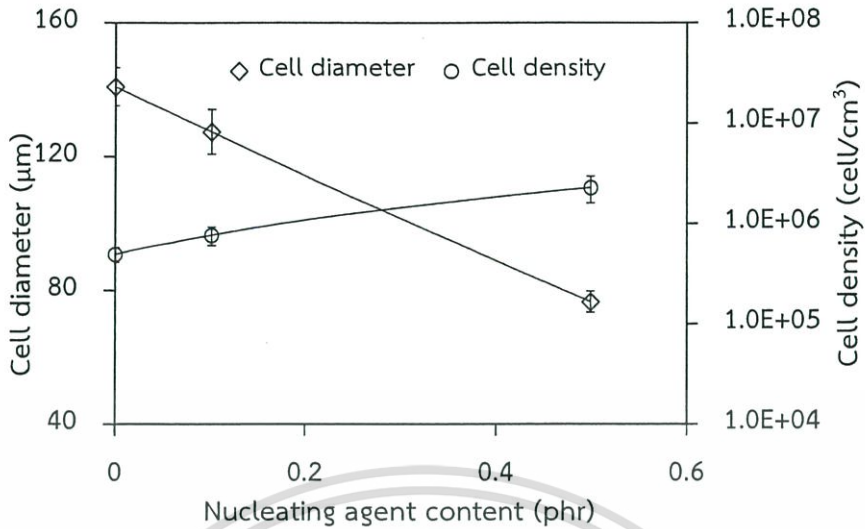
เมื่อพิจารณาที่สัดส่วนการขยายตัวเชิงปริมาตรซึ่งคำนวณจากปริมาตรก่อนและหลังทำโฟมบนสมมติฐานที่ว่าเส้นใยเชิงเดี่ยวพอลิโพรพิลีนเป็นทรงกระบอก ผลการคำนวณพบว่าเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีนมีสัดส่วนการขยายตัวเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเมื่อเพิ่มปริมาณสารเกิดนิวเคลียส แต่เมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิเกิดโฟม 148 °C พบว่ามีสัดส่วนการขยายตัวที่มากกว่าอุณหภูมิเกิดโฟมที่ 146 °C แต่ผลของปริมาณสารเกิดนิวเคลียสให้ผลที่ใกล้เคียงกันดังรูปที่ 4.3 อย่างไรก็ตามที่อุณหภูมิเกิดโฟม 150 °C โฟมที่ได้มาการขยายตัวมากจึงส่งผลให้ค่าสัดส่วนการขยายตัวเชิงปริมาตรนั้นมีค่าสูงกว่าอุณหภูมิ 146 และ 148 °C ได้อย่างชัดเจน



รูปที่ 4.3 ผลของปริมาณสารเกิดนิวเคลียสต่อสัดส่วนการขยายตัวเชิงปริมาตร

#### 4.1.2 ผลของสารเกิดนิวเคลียส

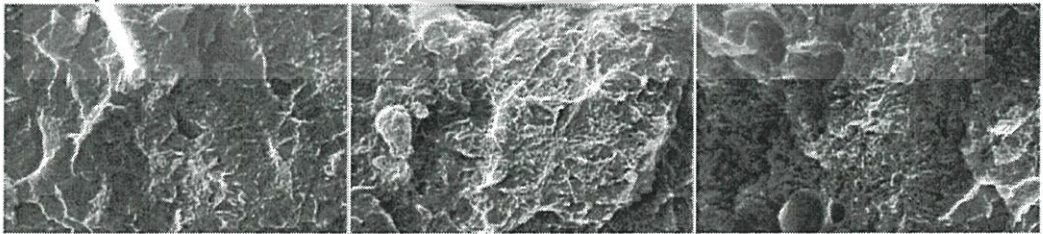
จากการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยโปรแกรม ImageJ ที่อุณหภูมิ 150 °C เพื่อศึกษาผลของสารเกิดนิวเคลียส พบว่าเส้นใยเชิงเดี่ยวโฟมพอลิโพรพิลีนมีขนาดฟองที่เล็กลงจากประมาณ 140  $\mu\text{m}$  เป็น 80  $\mu\text{m}$  ตามปริมาณสารเกิดนิวเคลียสที่เพิ่มขึ้น แต่ในขณะที่ความหนาแน่นฟองมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเพียง 1 order จาก  $10^5$  เป็น  $10^6$  cell/cm<sup>3</sup> ดังรูปที่ 4.4 ซึ่งการทดลองนี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Ioannis Tsvintzelis และคณะ [14]



รูปที่ 4.4 ผลของปริมาณสารเกิดนิวเคลียสต่อขนาดฟองและความหนาแน่นฟองของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพรพิลีน

การเพิ่มสารเกิดนิวเคลียสอาจส่งผลต่อการเกิดโฟมและการเกิดผลึก ซึ่งวิเคราะห์เบื้องต้นได้จากภาพสัณฐานวิทยา รูปที่ 4.2 ที่อุณหภูมิเกิดโฟม 150 °C การเพิ่มปริมาณสารเกิดนิวเคลียสส่งผลให้ฟองที่ได้มีขนาดเล็กลงและมีแนวโน้มของปริมาณฟองเพิ่มมากขึ้น อาจเป็นผลอันเนื่องมาจากสารเกิดนิวเคลียสกระตุ้นให้มีการเกิดนิวเคลียสมากขึ้นในขั้นตอนการเกิดนิวเคลียสของขั้นตอนการเกิดโฟม เมื่อพิจารณาที่กำลังขยายมากขึ้นดังรูปที่ 4.5 พบว่าปริมาณนิวเคลียสที่เพิ่มขึ้นมีโอกาสพบปริมาณฟองแก๊สได้มากขึ้นซึ่งในขณะเดียวกันอาจส่งผลให้เกิดผลึกได้อีกเช่นกัน จึงทำให้ฟองเกิดขึ้นได้ยาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งพบว่าฟองที่เกิดขึ้นนั้นเกิดในบริเวณระหว่างชั้นของผลึก (Interlamellae) ซึ่งเป็นบริเวณของอสังฐานจึงทำให้เกิดโฟมได้ง่ายกว่าส่วนที่เป็นผลึก [3]

— 10 μm



(a) 0 phr

(b) 0.1 phr

(c) 0.5 phr

รูปที่ 4.5 ผลของปริมาณสารเกิดนิวเคลียสต่อเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพรพิลีนที่อุณหภูมิ 146 °C

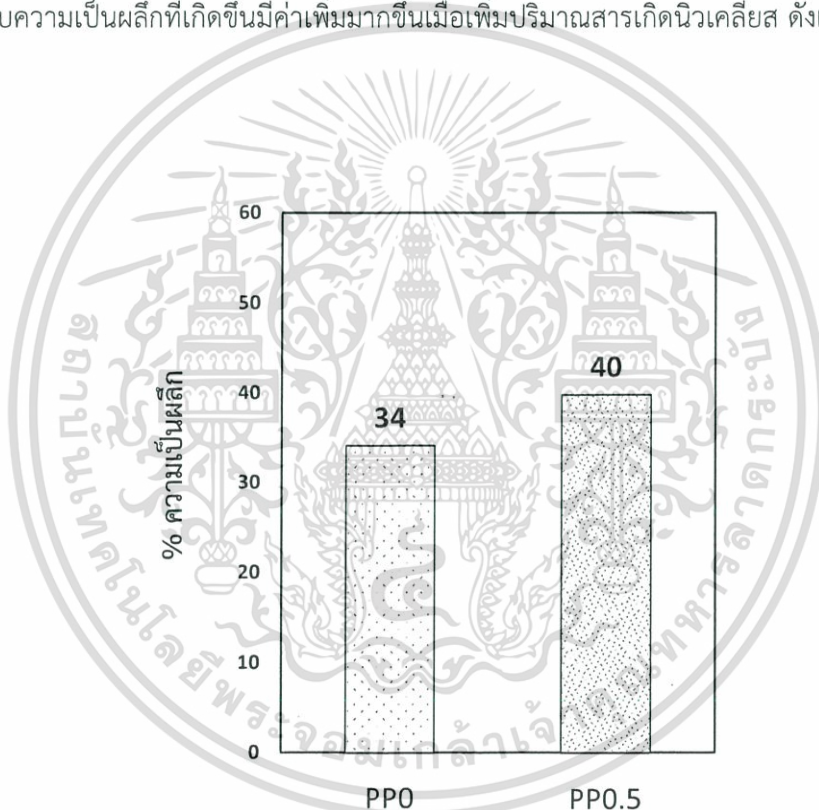
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 4.2 ผลของสัณฐานวิทยาของเส้นใยเชิงเดี่ยวพอลิโพรพิลีนต่อความเป็นผลึก

### 4.2.1 ผลของสารเกิดนิวเคลียสต่อปริมาณผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวพอลิโพรพิลีน

เมื่อพิจารณาถึงระดับความเป็นผลึกที่เกิดขึ้นในเส้นใยเชิงเดี่ยวพอลิโพรพิลีนก่อนที่จะผ่านกระบวนการทำโม่พบว่าปริมาณผลึกของมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณของสารเกิดนิวเคลียสซึ่งในกระบวนการขึ้นรูปเม็ดพอลิโพรพิลีนให้เป็นเส้นใยเชิงเดี่ยวพอลิโพรพิลีนต้องผ่านการขึ้นรูปด้วยความร้อน ผ่านรูขนาดเล็ก ทำให้โมเลกุลของพอลิเมอร์ถูกบีบอัดให้ชิดกันมากโมเลกุลที่ถูกจัดเรียงให้ชิดกันด้วยแรงอัดจึงเกิดส่วนที่เป็นผลึกขึ้น และสารเกิดนิวเคลียสก็ทำหน้าที่สร้างผลึกให้เพิ่มขึ้น ส่งผลทำให้ระดับความเป็นผลึกที่เกิดขึ้นมีค่าเพิ่มมากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณสารเกิดนิวเคลียส ดังแสดงได้ในรูป

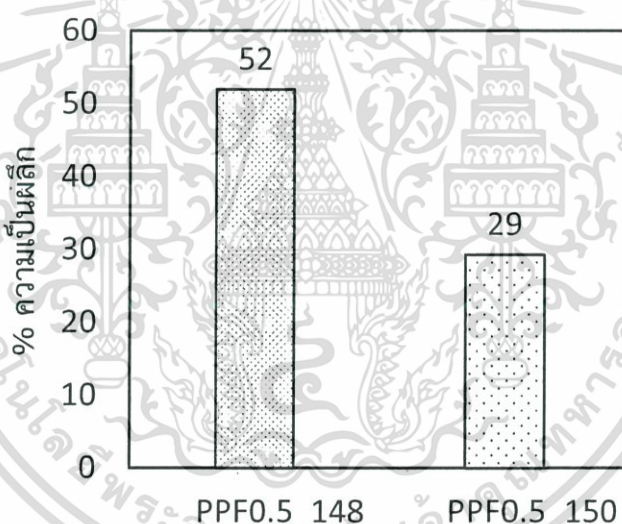
4.6



รูปที่ 4.6 ระดับความเป็นผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวพอลิโพรพิลีนที่ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0 phr และ 0.5 phr

#### 4.2.2 ผลของอุณหภูมิต่อปริมาณผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนที่ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0.5 phr

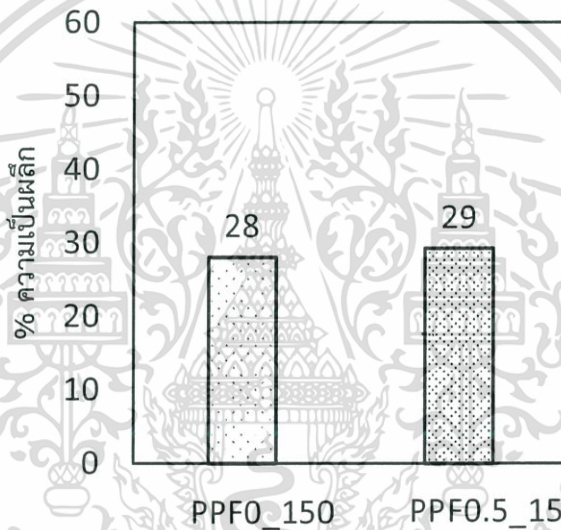
เมื่อเปรียบเทียบผลของอุณหภูมิต่อปริมาณผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนโดยพิจารณาที่ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0.5 phr ที่อุณหภูมิ 148 และ 150 °C ดังแสดงได้ในรูปที่ 4.7 พบว่าระดับความเป็นผลึกที่วัดได้นั้นมีความแตกต่างกันอย่างเห็นได้ชัดเนื่องจากที่อุณหภูมิในการเกิดโพรต่างกัน ที่อุณหภูมิ 148 °C มีความร้อนไม่เพียงพอที่จะหลอมละลายพอลิเมอร์และทำลายโครงสร้างผลึกทำให้ฟองแก๊สไม่สามารถขยายตัวได้มากนัก อีกทั้งผลของสารเกิดนิวเคลียสที่ทำหน้าที่สร้างนิวเคลียสเพิ่มมากขึ้นส่งผลให้เกิดผลึกมากขึ้นจึงทำให้ปริมาณผลึกมีค่าสูงขึ้นกว่าตอนที่ยังไม่ได้ผ่านกระบวนการเกิดโพร และที่อุณหภูมิ 150 °C นั้นผลึกของพอลิเมอร์ได้หลอมเหลวไปเกิดเป็นส่วนที่เป็นฟองแก๊ส และส่วนผลึกที่เหลือนั้นคือการบีบอัดของฟองที่ขยายตัวกลายเป็นผนังของฟองแก๊ส



รูปที่ 4.7 ระดับความเป็นผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0.5 phr ที่อุณหภูมิ 148 °C (PPF0.5\_148) และ 150 °C (PPF0.5\_150)

#### 4.2.3 ผลของสารเกิดนิวเคลียสต่อปริมาณผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนที่อุณหภูมิ 150 °C

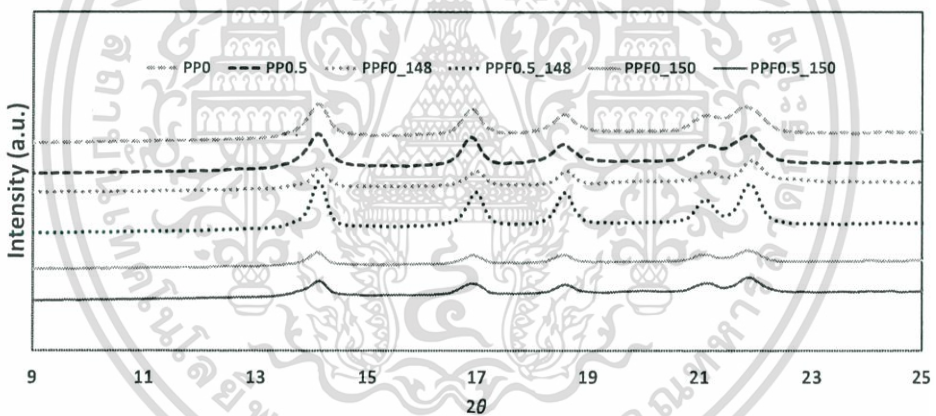
เมื่อทำการเปรียบเทียบผลของปริมาณสารเกิดนิวเคลียสต่อปริมาณผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนที่อุณหภูมิเท่ากันคือ 150 °C ผลของปริมาณผลึกในรูปที่ 4.8 นั้นพบว่าที่อุณหภูมิการเกิดโพรพิลีนปริมาณของสารเกิดนิวเคลียสไม่ส่งผลต่อระดับความเป็นผลึกในเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีน เนื่องจากความร้อนจากอุณหภูมิทำลายส่วนที่เป็นผลึกและเปลี่ยนเป็นพื้นที่ในการเกิดฟองแก๊ส ซึ่งผลของสารเกิดนิวเคลียสจะส่งผลต่อการเพิ่มขึ้นของจำนวนนิวเคลียสหรือฟองแก๊สมากกว่าการสร้างผลึกภายในโพลีเมอร์ดังการวิเคราะห์ไว้ในผลการทดลองที่ 4.2.2



รูปที่ 4.8 ระดับความเป็นผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนที่อุณหภูมิ 150 °C ที่ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0 phr (PPF0\_150) และ 0.5 phr (PPF0.5\_150)

#### 4.3 ผลของสัณฐานวิทยาของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพลิโพรพิลีนต่อโครงสร้างของผลึก

ชนิดของผลึกเส้นใยเชิงเดี่ยวและโพลีโพลิโพรพิลีนวิเคราะห์ด้วยเครื่อง WAXD จากกราฟจะเห็นได้ว่าการใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นสารเกิดฟองทางกายภาพในการทำโพนั้น ไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงชนิดของผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพลิโพรพิลีนที่ได้ โดยที่กราฟของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพลิโพรพิลีนมีพีค ณ ตำแหน่งเดียวกับพีคของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพลิโพรพิลีน ดังแสดงในรูปที่ 4.8 ซึ่งตำแหน่งพีคดังกล่าวเมื่อเปรียบเทียบกับกราฟ WAXD จากงานวิจัยของ Xiu-Li Jiang และคณะ [15] พบว่าเป็นผลึกชนิด  $\alpha$ -isotactic จากความสูงของพีคที่วัดได้สามารถสังเกตเห็นความสูงของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพลิโพรพิลีน PPF0.5\_148 มีขนาดที่สูงกว่าเส้นใยเชิงเดี่ยวก่อนขึ้นรูปเป็นโพน PPO และ PPO.5 และเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพลิโพรพิลีน PPF0.5\_150 มีขนาดของพีคที่ลดลงจากเส้นใยเชิงเดี่ยวและเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพลิโพรพิลีนที่อุณหภูมิ 148 °C ซึ่งผลของความสูงของพีคที่วัดได้สอดคล้องกับผลของการวิเคราะห์ระดับความเป็นผลึกในหัวข้อที่ 4.2



รูปที่ 4.9 กราฟแสดงชนิดของผลึกเส้นใยเชิงเดี่ยวและโพลีโพลิโพรพิลีน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

# สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

### 5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ศึกษาสภาวะที่ใช้ในการเกิดโฟมและผลของปริมาณสารเกิดนิวเคลียสต่อสัมฐานวิทยาของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นสารเกิดฟองทางกายภาพ สำหรับนำไปปรับปรุงกระบวนการเตรียมโพรพิลีนในลักษณะเส้นใยเชิงเดี่ยว โดยทำการศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการขึ้นรูปโพร 146 148 และ 150 °C ปริมาณของสารเกิดนิวเคลียสสารเกิดนิวเคลียส 0 0.1 และ 0.5 phr ต่อดัชนีทางกายภาพ สมบัติทางความร้อนและปริมาณผลึกที่เกิดขึ้นของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีน

จากผลการทดลองพบว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการขึ้นรูปเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนที่อุณหภูมิ 146 °C และ 148 °C นั้นเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนที่ได้สามารถสังเกตเห็นฟองแก๊สได้ยากและมีอัตราส่วนการขยายตัวเชิงปริมาตรน้อยเมื่อเทียบกับที่อุณหภูมิ 150 °C ซึ่งเป็นค่าที่ใกล้กับอุณหภูมิในการเริ่มหลอมเหลวของโพรพิลีน โดยความร้อนที่อุณหภูมินี้ทำให้เนื้อของโพรพิลีนมีความยืดหยุ่นสูงส่วนที่เป็นผลึกจึงถูกหลอมเหลวเป็นพื้นที่ที่สามารถเกิดฟองแก๊สได้ ทำให้ระดับของความ เป็นผลึกลดลง ส่งผลให้โมเลกุลของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตหรือสารเกิดฟองสามารถที่จะแทรกตัวเข้าไปเนื้อโพลีเมอร์ได้ดี เมื่อทำการบรรจวนสมดุลงทางเทอร์โมไดนามิกส์จึงเกิดฟองแก๊สเกิดขึ้น

สำหรับผลของสารเกิดนิวเคลียสที่ผสมลงในโพรพิลีนนั้นมีผล 2 แบบคือ 1.ทำหน้าที่เป็นสารเกิดนิวเคลียสซึ่งส่งผลทำให้เกิดผลึกที่เพิ่มมากขึ้นที่อุณหภูมิในการเตรียมโพรน้อยกว่า 150 °C จากการขึ้นรูปเม็ดพลาสติกโพรพิลีนเป็นเส้นใยเชิงเดี่ยวส่งผลให้ระดับความเป็นผลึกของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนมีค่าสูงขึ้นเมื่อทำการเพิ่มปริมาณสารเกิดนิวเคลียสที่ผสมกับโพรพิลีนจาก 34% เป็น 40% และที่ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0.5 phr ที่อุณหภูมิ 148 °C และ 150 °C มีระดับความเป็นผลึกแตกต่างกันคือ 52% และ 29% 2.ทำหน้าที่เป็นสารเกิดนิวเคลียสของฟองแก๊สที่อุณหภูมิ 150 °C ซึ่งทำให้เกิดฟองแก๊สเป็นจำนวนมากและเนื่องจากฟองแก๊สเกิดขึ้นเป็นจำนวนมาก ในบริเวณของพื้นที่ในการเกิดฟองเท่าเดิมจึงทำให้ขนาดของฟองแก๊สมีขนาดประมาณ 80-140  $\mu\text{m}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แสดงว่าที่อุณหภูมิการเตรียมโพลีสูงนั้นสารเกิดนิวเคลียสจะส่งผลต่อจำนวนฟองแก๊สที่เกิดขึ้นและที่อุณหภูมิการเตรียมโพลีต่ำสารเกิดนิวเคลียสจะส่งผลให้เกิดผลึกมากกว่าที่จะเกิดฟองแก๊ส

จากการวิเคราะห์ถึงชนิดและโครงสร้างของผลึกเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีพรพิลีนโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นสารเกิดฟองทางกายภาพนั้นพบว่าชนิดของผลึกที่พบนั้นเป็นผลึกแบบ  $\alpha$ -isotactic และไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนโครงสร้างของพอลิเมอร์ จึงสรุปได้ว่าการใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นสารช่วยในการเกิดฟองนั้นสามารถทดแทนการใช้สารเกิดฟองทางเคมีที่ก่อให้เกิดปัญหาทางด้านมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมและด้านสุขภาพของผู้ปฏิบัติงานได้

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ควรศึกษาถึงผลของการใช้ปริมาณสารเกิดนิวเคลียสที่ผสมลงในพอลิพรพิลีนในปริมาณที่เยอะมากขึ้นเพื่อศึกษาถึงผลของการขึ้นรูปโพลีเส้นใยรวมถึงปริมาณผลึกที่เกิดขึ้นก่อนการขึ้นรูปเป็นโพลี

5.2.2 ควรศึกษาเพิ่มเติมถึงอุณหภูมิในการเกิดโพลีที่  $148^{\circ}\text{C}$  เนื่องจากระดับความเป็นผลึกที่อุณหภูมินี้มีค่าสูงกว่าเส้นใยเชิงเดี่ยวพอลิพรพิลีนก่อนการขึ้นรูปโพลีมาก จึงเป็นไปได้ที่จะสามารถควบคุมระดับของความเป็นผลึกได้ที่อุณหภูมินี้

5.2.3 ควรศึกษาถึงผลของสภาวะต่างๆเพิ่มเติมเช่นผลของความดัน เวลาอิมตัด และระยะเวลาการลดความดันต่อสัณฐานของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีพรพิลีนที่ผสมสารเกิดนิวเคลียส

## เอกสารอ้างอิง

- [1] G. Natta and P. Corradini. "Structure and Properties of Isotactic Polypropylene", Journal Volume 15, Issue 1 Supplement, 1960, pp. 40-51.
- [2] Maartje F. Kemmere and Thierry Meyer. Supercritical Carbon Dioxide: in polymer Reaction Engineering, Weinheim, WILEY-VCH GmbH & Co. KGaA, 2005.
- [3] Zhi-Mei Xua, Xiu-Lei Jiang a, Tao Liu a, Guo-Hua Hub, Ling Zhaoa, Zhong-Nan Zhua, Wei-Kang Yuan. "Foaming of polypropylene with supercritical carbon dioxide". *J. of Supercritical Fluids*. vol. 41, 2007, pp. 299-310.
- [4] C.B. Park, LK Cheung, SW Song, "The effect of talc on cell nucleation in extrusion foam processing of polypropylene with CO<sub>2</sub> and iso-pentane". *Cellular polymers* ISSN 0262-4893
- [5] รศ.บรรเลง ทรนิล. เทคโนโลยีพลาสติก พิมพ์ครั้งที่ 31. สำนักพิมพ์สมาคมส่งเสริมเทคโนโลยี (ไทย-ญี่ปุ่น). พฤศจิกายน พ.ศ. 2556
- [6] E. P. Moore. *Polypropylene Handbook*. New York : Hanser 1996.
- [7] X. Chunling, H. Yadong, L. Qingchun, H. Yingzhu, Y. Baorui and W. Xiaodong, "Crystallization Behavior and Foaming Properties of Polypropylene Containing Ultra-High Molecular Weight Polyethylene Under Supercritical Carbondioxide" *J. Appl. Polym. Sci*. vol. 119, Aug. 2011. pp. 1275-1286
- [8] วีระศักดิ์ อุดมเดชกิจ. วิทยาศาสตร์เส้นใย. พิมพ์ครั้งที่ 2. กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2543.
- [9] เจริญ นาคะสรรค์. กระบวนการแปรรูปพลาสติก. พิมพ์ครั้งที่ 2. กรุงเทพมหานคร : สำนักพิมพ์โพธิ์เพชร. 2544.
- [10] เจริญ นาคะสรรค์. เทคโนโลยีเบื้องต้นทางพลาสติก. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพมหานคร : สำนักพิมพ์โพธิ์เพชร. 2546.
- [11] D. Klempne and K. C. Frisch. *Handbook of Polymeric Foams and Foam Technology*. New York : Hanser. 1991.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [12] Piyapong Buahom and Surat Areerat. "Characterization of foam cell density with principle of critical bubble lattice" *Proceeding of the Polymer Processing Society 26th Annual Meeting*, G10-640. 2010.
- [13] M. F. Kemmere and T. Meyer. *Supercritical Carbon Dioxide*. Weinheim : WILEY-VCH. 2005.
- [14] Ioannis Tsvintzelis, Anastasia G. Angelopoulou, Costas Panayiotou. Foaming of polymers with supercritical CO<sub>2</sub>: An experimental and theoretical study. *Polymer* 48, 2007.
- [15] Xiu-Lei Jiang, Tao Liu, Zhi-Mei Xu, Ling Zhao, Guo-Hua Hu, Wei-Kang Yuan. "Effects of crystal structure on the foaming of isotactic polypropylene using supercritical carbon dioxide as a foaming agent". *J. of Supercritical Fluids* 48 (2009) 167–175.
- [16] ณรงค์ ไชยสุต. *วิธีการวิเคราะห์โดยอุปกรณ์*. พิมพ์ครั้งที่ 9. กรุงเทพมหานคร : สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยรามคำแหง. 2545.
- [17] "กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด" [Online]. Available : <http://203.114.120.251/phyalae14/paiboon/work/work2/b2.htm>. 2014
- [18] แม้น อมรสิทธิ์ และคณะ. *หลักการและเทคนิควิเคราะห์เชิงเครื่องมือ*. กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2553.
- [19] เต็มสุข แต่งหอม และคณะ "Differential Scanning Calorimetry." [Online]. Available : [http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer\\_Chemistry](http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer_Chemistry) 2014.
- [20] ศุภกร รักใหม่ และคณะ. *คู่มือสถานีทดลองการกระเจิงรังสีเอกซ์*. กรุงเทพฯ : กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี. 2557.
- [21] N. Chuapon, O. Naithanom, Y. Sato, S. Areerat, H. Ito. "Thermal Properties and Morphology Characteristics of a PP Mono-Filament and its Foam". *Polymer Processing XXIX* (2014) 5, 579-587.



## ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

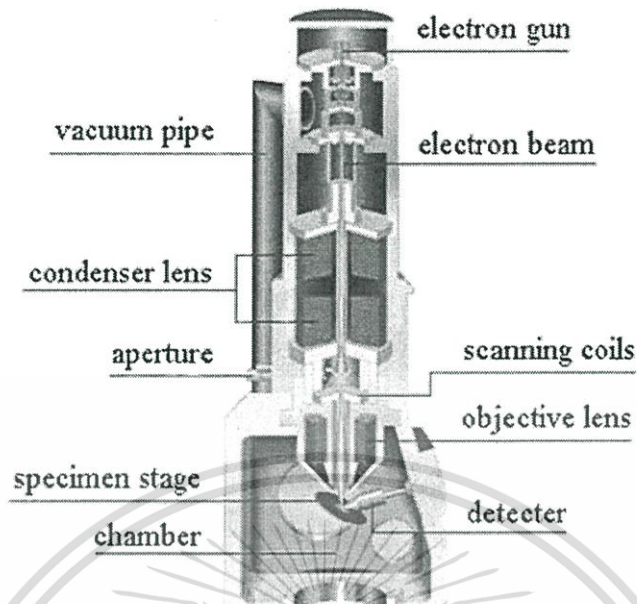
## ภาคผนวก ก

# การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของโพลีด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [16, 17]

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีมีกำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 nm การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่สำรวจ ซึ่งภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะเป็นภาพลักษณะ 3 มิติ ดังนั้นจึงนิยมนำกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมาใช้ในการศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น

หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lens) เพื่อให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนให้ใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นปรับระยะลำอิเล็กตรอนโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ขึ้นซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์ และนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไปและสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอตีพิมพ์ได้โดยตรง



รูปที่ ก.1 ส่วนประกอบและการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ขั้นตอนการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนด้วยภาพถ่ายไมโครกราฟที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด มีดังนี้

1. บากด้านข้างตามแนวขวางบริเวณตรงกลางของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนเพียงเล็กน้อย
2. แช่เส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนลงในไนโตรเจนเหลวเป็นเวลา 5 min เพื่อให้โพรพิลีนมีความแข็งและเปราะสามารถหักได้ง่าย จากนั้นหักโพรพิลีนขณะที่อยู่ในไนโตรเจนเหลว และเก็บตัวอย่างของโพรพิลีนสำหรับศึกษาสัณฐานวิทยา
3. นำตัวอย่างโพรพิลีนที่ได้ไปเคลือบทองด้วยเครื่องเคลือบทองเพื่อให้โพรพิลีนมีคุณสมบัตินำไฟฟ้าและนำไปวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
4. นำภาพถ่ายไมโครกราฟที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดไปวิเคราะห์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย และความหนาแน่นเซลล์ดังภาคผนวก ข

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

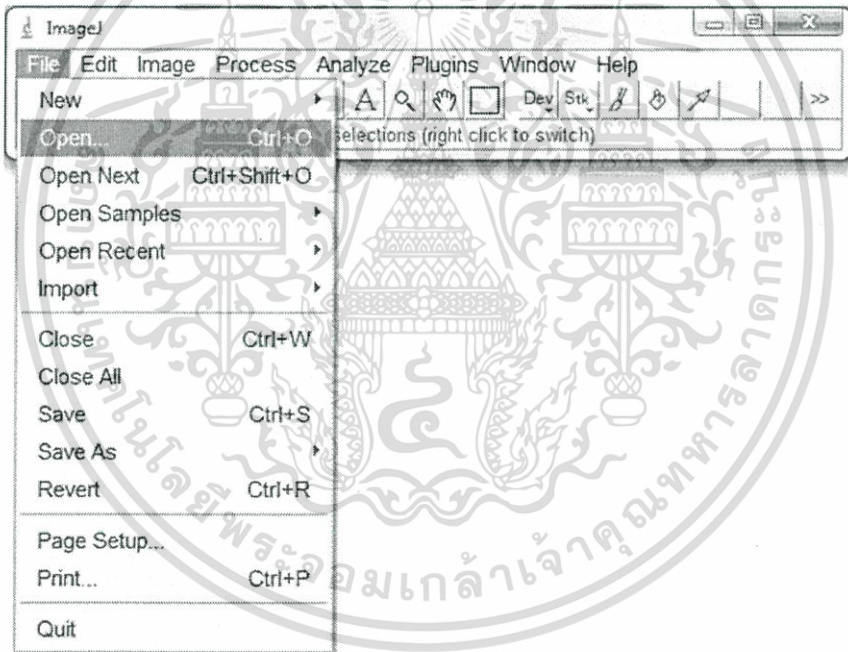
## ภาคผนวก ข

# การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของโพลีเมอร์ด้วยโปรแกรม ImageJ

การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของเส้นใยเชิงเต็วโพลีพรพิลีนมี 2 กรณี คือ การวิเคราะห์ขนาดเซลล์ และความหนาแน่นเซลล์ มีขั้นตอนดังนี้

### ข.1 การวิเคราะห์ขนาดเซลล์

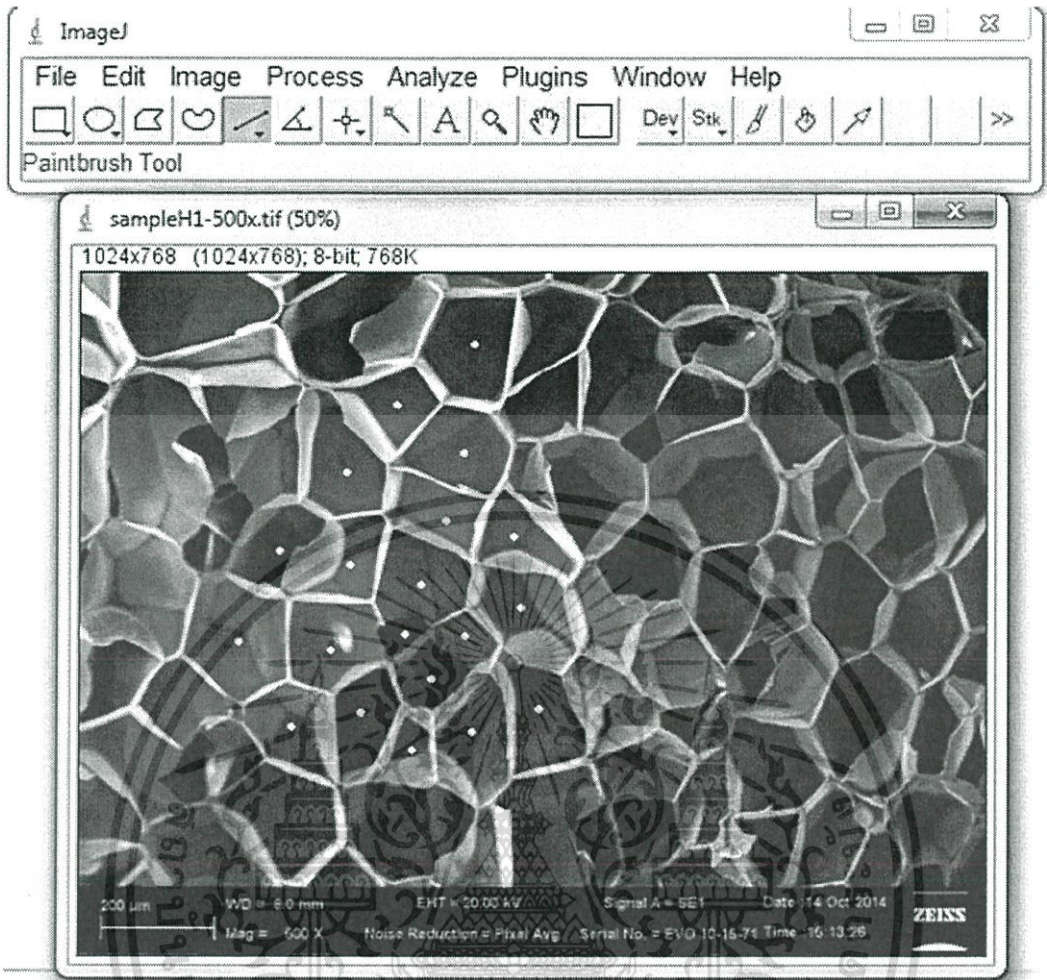
1. เปิดโปรแกรม ImageJ จากนั้นเลือกภาพไมโครกราฟที่ต้องการวิเคราะห์ด้วยการเข้าไปที่ File ต่อด้วย Open ดังรูปที่ ข.1



รูปที่ ข.1 การเปิดภาพไมโครกราฟด้วยโปรแกรม Image-J

2. จากนั้นเลือกเครื่องมือเส้นตรงบนแถบเครื่องมือ ดังรูปที่ ข.2 แล้วลากเส้นตรงบนแถบสเกลบนภาพไมโครกราฟ โดยให้ลากให้เป็นเส้นตรงคือมีค่า  $\text{angle} = 0.00$  สังเกตได้จากบริเวณแถบเครื่องมือ และมี  $\text{length} = 129.33$  นั้นหมายถึงถ้าโปรแกรมอ่านค่าความยาวได้ 129.33 จะมีความยาวเท่ากับ  $100 \mu\text{m}$

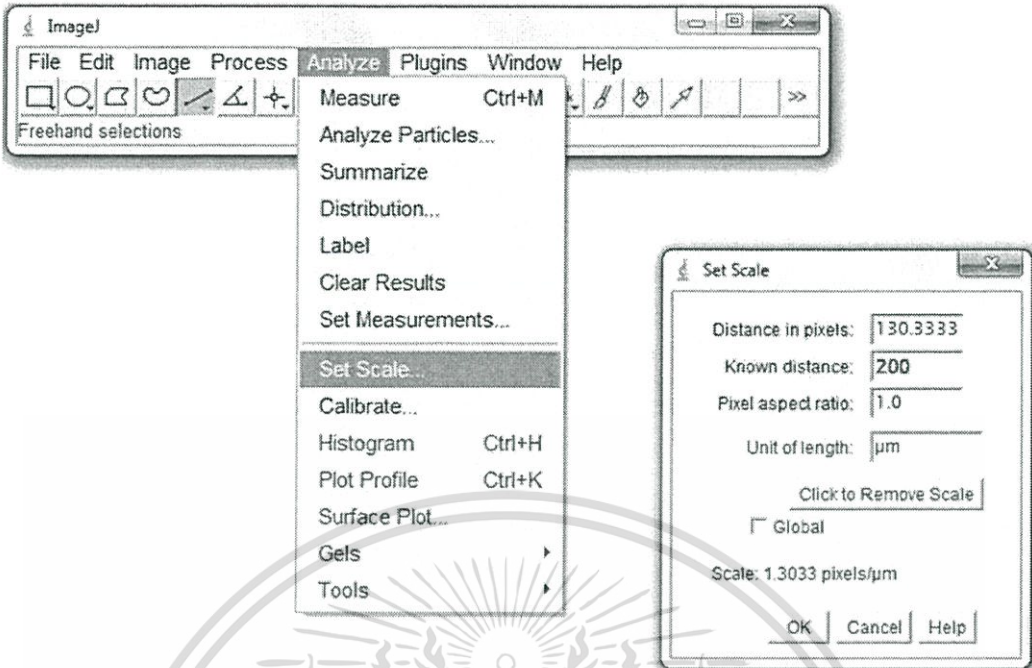
หมายเหตุ ภาพไมโครกราฟนี้ต้องมีการกำหนดจุดไว้บนภาพก่อนเพื่อให้ง่ายต่อการนับจำนวนเซลล์ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข.2 การกำหนดสเกลให้โปรแกรม Image-J

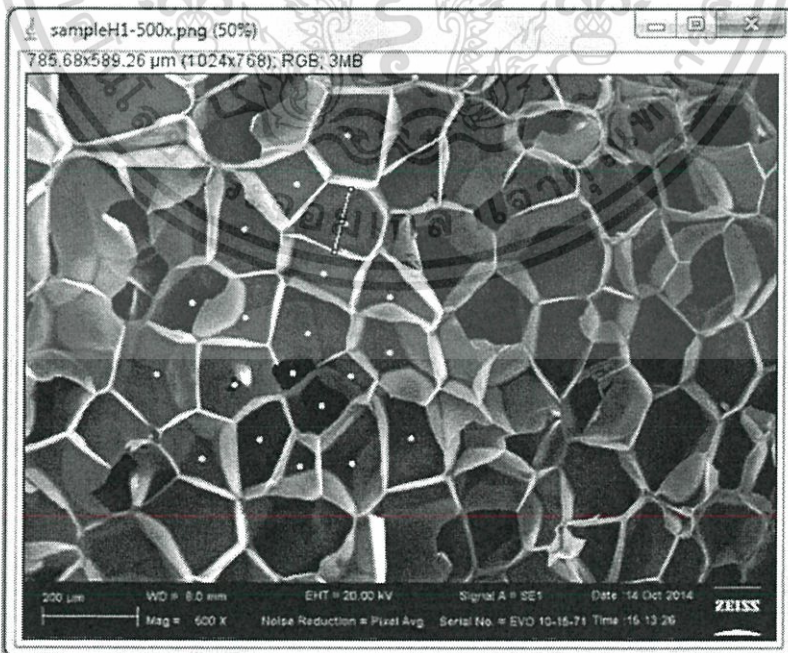
- เมื่อเครื่องบันทึกความยาวแล้วให้เข้าไปที่แถบเครื่องมือและคลิกที่ Analyze และคลิกที่ Set Scale ซึ่งจะปรากฏหน้าต่างดังรูปที่ ข.3 และกำหนดตัวเลขในช่อง Know Distance และกำหนดหน่วยที่ทราบในช่อง Unit of Length จากนั้นกด OK

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข.3 การกำหนดค่าสเกลและหน่วย

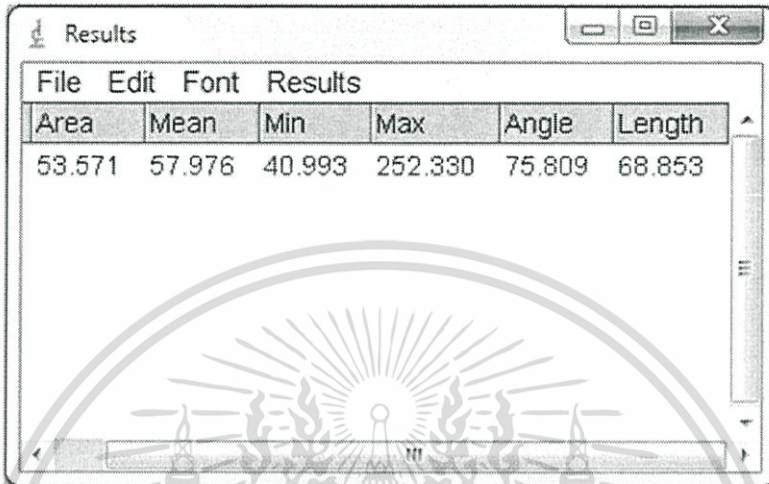
4. เลือกเครื่องมือเส้นตรงอีกครั้งหนึ่ง และลากเส้นลงบนฟองแก๊สที่มีการกำหนดจุดไว้แล้ว ดังรูปที่ ข.4 โดยกำหนดให้เซลล์เป็นทรงกลมและมีเส้นผ่านศูนย์กลางหรือ ขนาดเซลล์เท่ากับเส้นตรงที่ปรากฏเป็นเส้นบนภาพไมโครกราฟ



รูปที่ ข.4 การวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของเซลล์หรือขนาดเซลล์

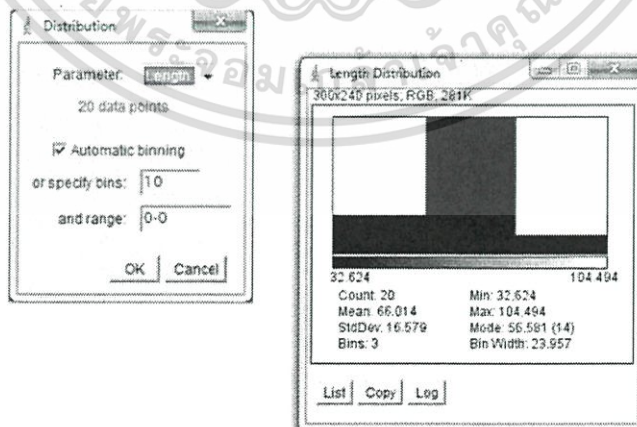
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. จากนั้นไปที่แถบเครื่องมือโดยเลือก Analyze และคลิก Measure ซึ่งโปรแกรมจะบันทึกขนาดของเส้นตรงที่ได้ลากไว้ที่คอลัมน์ Length ดังรูปที่ ข.5 จากรูปพบว่าเซลล์ที่วัดมีขนาดเซลล์  $68.853 \mu\text{m}$



รูปที่ ข.5 การอ่านค่าเส้นผ่านศูนย์กลางของเซลล์

6. ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ 4 - 5 จนครบตามจำนวนเซลล์ที่กำหนดไว้ จากนั้นไปที่แถบเครื่องมือเลือก Analyze และคลิกที่ Distribution จะมีหน้าต่างปรากฏดังรูปที่ ข.6 (ก) จากนั้นกำหนดช่อง Parameter เป็น Length กด OK และจะได้ค่าเฉลี่ยของขนาดเซลล์เป็น  $66.014 \mu\text{m}$  ดังรูปที่ ข.6 (ข)



(ก) การกำหนดตัวแปรที่ต้องการวิเคราะห์ (ข) ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากภาพไมโครกราฟ

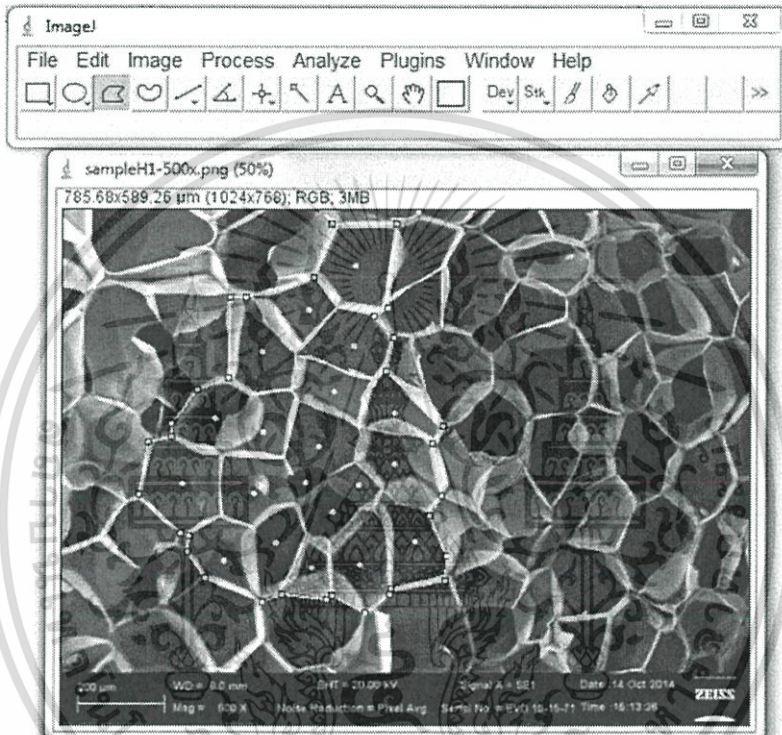
รูปที่ ข.6 การวิเคราะห์ภาพไมโครกราฟ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ข.2 การวิเคราะห์ความหนาแน่นเซลล์

การวิเคราะห์ความหนาแน่นเซลล์ใช้วิธีกำหนดจำนวนเซลล์ จากนั้นจึงวิเคราะห์หาพื้นที่ที่ล้อมรอบจำนวนเซลล์ที่สนใจ มีขั้นตอนได้ดังนี้

1. เลือกแถบเครื่องมือรูปหลายเหลี่ยม (Polygon) จากนั้นลากพื้นที่ที่ล้อมรอบเซลล์ที่สนใจ ดังรูปที่ ข.7



รูปที่ ข.7 การกำหนดพื้นที่ที่ล้อมรอบเซลล์ที่สนใจ

2. เลือก Analyze ที่แถบเครื่องมือเลือก และคลิกคำว่า Measure จะได้พื้นที่เท่ากับ  $98176.948 \mu\text{m}^2$  ดังรูปที่ ข.8

	Area	Mean	Min	Max
1	98176.948	84.728	6	255

รูปที่ ข.8 การวิเคราะห์พื้นที่ที่ล้อมรอบเซลล์ที่สนใจ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. นำข้อมูลของจำนวนเซลล์และพื้นที่ที่ล้อมรอบเซลล์ที่สนใจ ไปคำนวณหาความหนาแน่นเซลล์ ดังตัวอย่าง จำนวนเซลล์ที่สนใจคือ 20 cells และมีพื้นที่  $98176.948 \mu\text{m}^2$  จะได้ความหนาแน่นเซลล์เท่ากับ

$$N_F = \left[ \frac{n}{A} \right]^{2/3} = \left[ \frac{20}{98,176.948} \right]^{2/3}$$

$$= 1.6 \times 10^2 \text{ cells}/\mu\text{m}^2$$



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ค

# การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนของเส้นใยเชิงเดี่ยว

## และโพลีโพรพิลีนด้วย DSC

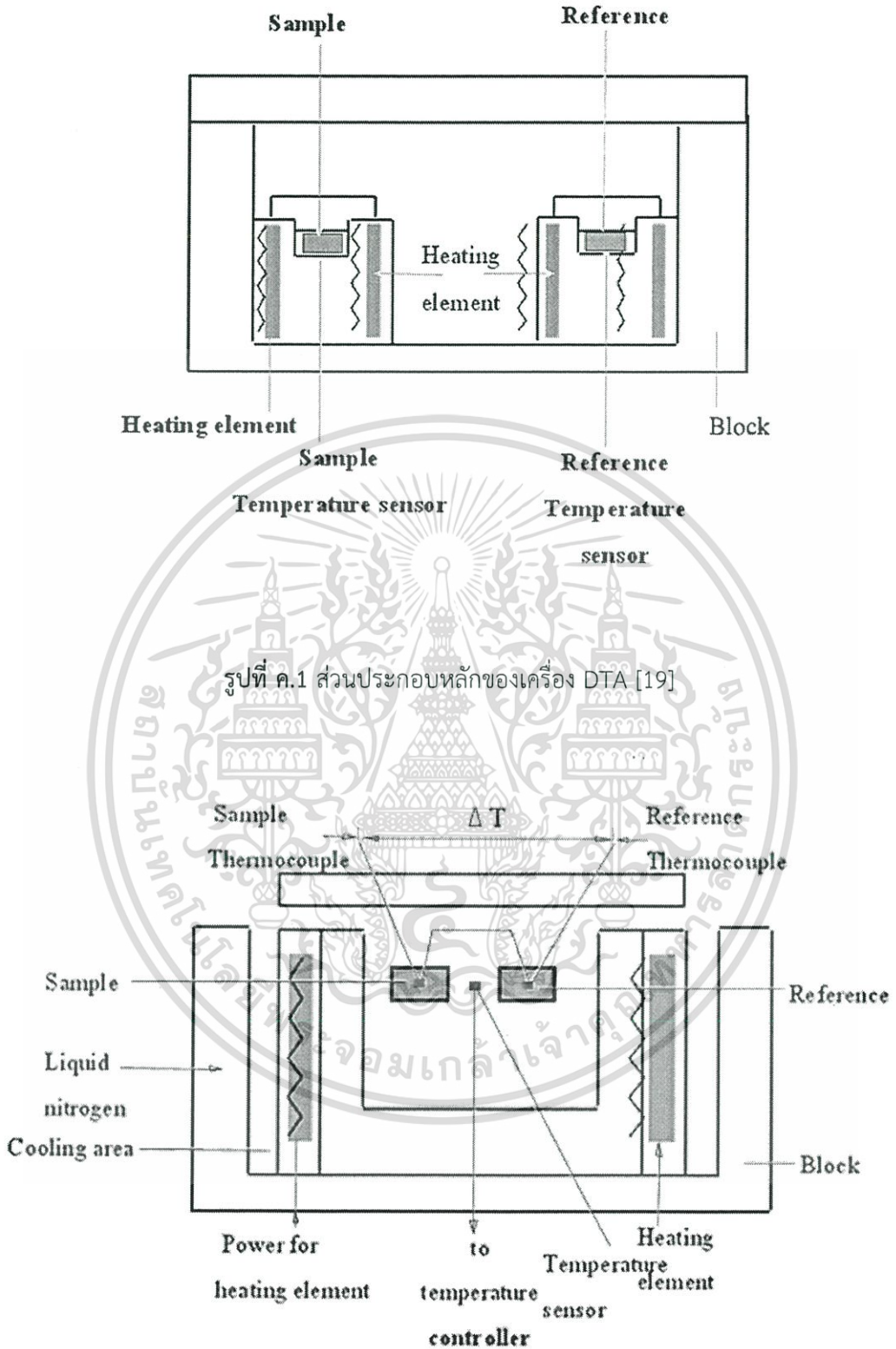
เครื่อง Differential Scanning Calorimetry [18, 19]

Differential Thermal Analysis (DTA) และ Differential Scanning Calorimetry (DSC) เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาปริมาณความร้อน และการเปลี่ยนแปลงความร้อนกับอุณหภูมิของวัสดุ DTA และ DSC มีหลักการทำงานเหมือนกันคือ บรรจุสารตัวอย่าง และสารอ้างอิงที่เฉื่อยต่อการเกิดปฏิกิริยาในถ้วยอะลูมิเนียมขนาดเล็ก (หรือแกรไฟต์กรณีวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 °C) แล้วให้ความร้อนภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน จากนั้นตรวจวัดสมบัติทาง ความร้อนของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ

ปริมาณของตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์อยู่ในช่วง 0.5 - 1.0 mg แม้ว่าทั้งสองเทคนิคนี้ให้ข้อมูลที่คล้ายกันแต่มีข้อแตกต่างที่สำคัญคือ เทคนิค DTA สารตัวอย่างและสารอ้างอิงจะได้รับความร้อนจากแหล่งพลังงานเดียวกันดังรูปที่ ค.1 และบันทึกความแตกต่างของอุณหภูมิ (T) ระหว่างสารตัวอย่าง และสารอ้างอิง เมื่อเริ่มให้ความร้อนถ้าอุณหภูมิของตัวอย่างต่ำกว่าสารอ้างอิงแสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบดูดความร้อน (Endothermic) ถ้าอุณหภูมิของตัวอย่างสูงกว่าสารอ้างอิงแสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบคายความร้อน (Exothermic) สำหรับเทคนิค DSC สารตัวอย่าง และสารอ้างอิงจะได้รับความร้อนจากแหล่งพลังงานสองแหล่งที่แยกกันดังรูปที่ ค.2 และบันทึกค่าพลังงานความร้อน ( $dQ/dt$ ) ที่ใช้ในการรักษาอุณหภูมิของตัวอย่าง และสารอ้างอิงให้เท่ากัน

นำข้อมูลมาพลอตกราฟกับอุณหภูมิสำหรับ DTA คือ  $\Delta T$  และสำหรับ DSC คือ  $dQ/dt$  กราฟที่ได้เรียกว่า “เทอร์โมแกรม” (Thermogram) ข้อดีของเทคนิค DSC คือ พื้นที่ใต้พีคจะสัมพันธ์โดยตรงกับเอนทัลปี (Enthalpy) หรือการเปลี่ยนแปลงความร้อนของตัวอย่างซึ่งมีความสัมพันธ์กับความจุความร้อน ความร้อนของการหลอมเหลว เอนทัลปีของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น ตัวอย่างของเทอร์โมแกรมที่ได้จาก DSC แสดงดังรูปที่ ค.3 และตัวอย่างเทอร์โมแกรมของเส้นใยเชิงเดี่ยว โพลีโพรพิลีน PPF0.5\_150 แสดงดังรูปที่ ค.4

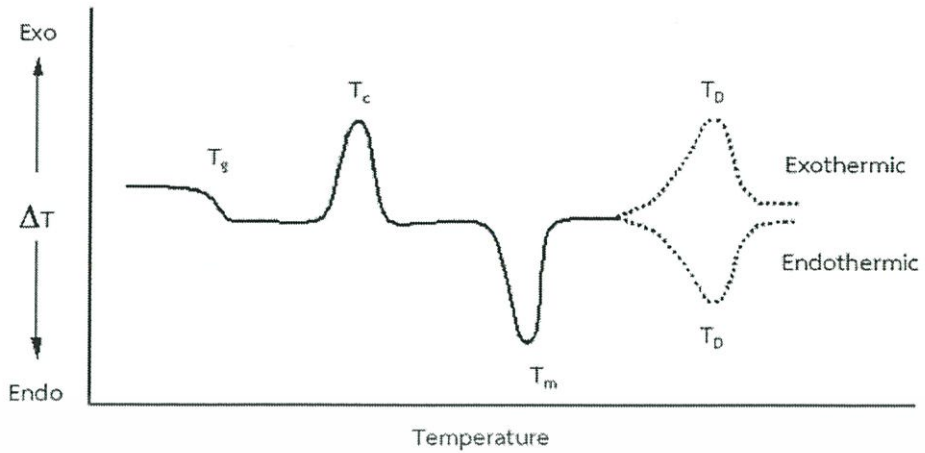
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



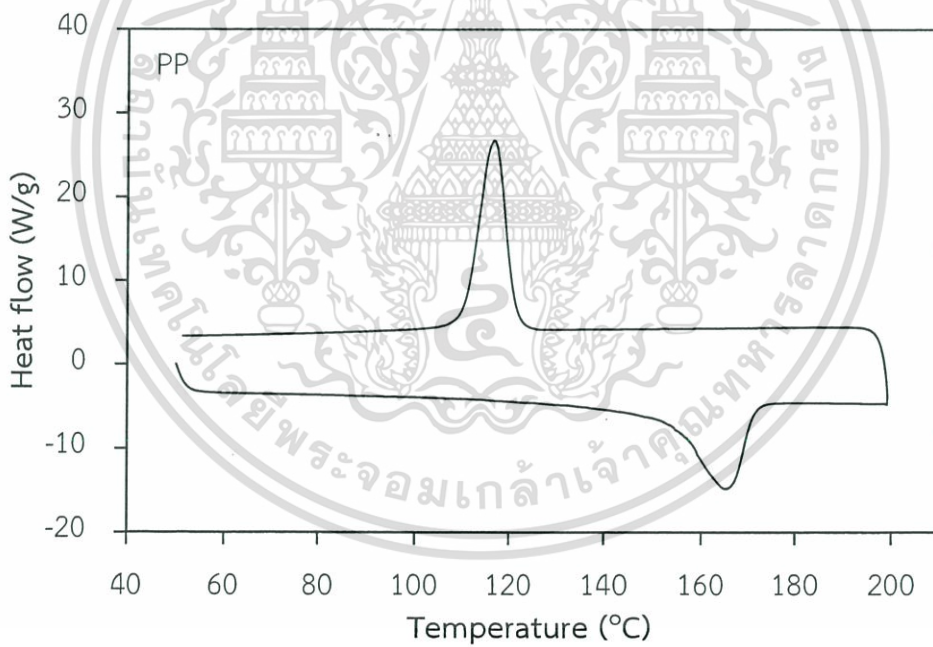
รูปที่ ค.1 ส่วนประกอบหลักของเครื่อง DTA [19]

รูปที่ ค.2 ส่วนประกอบหลักของเครื่อง DSC [19]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ค.3 ตัวอย่างเทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย DSC [19]



รูปที่ ค.4 เทอร์โมแกรมของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีน PPO

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ง

ผลการทดลองการขึ้นรูปเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีน

จากการทดลองการขึ้นรูปเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนเป็นโพรสามารถสรุปขนาดเซลล์ ความหนาแน่นเซลล์ และสัดส่วนการขยายตัวได้ดังนี้

ตารางที่ ง.1 ขนาดเซลล์ ความหนาแน่นเซลล์ และสัดส่วนการขยายตัวของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพิลีนที่ความดัน 160 bar ใช้เวลาอิมตัว 20 min เวลาการลดความดัน 5-10 s อุณหภูมิเกิดโพร และปริมาณสารเกิดนิวเคลียสต่างๆ

รหัสเส้นใย เชิงเดี่ยว โพรพิลีน	อุณหภูมิ (°C)	ปริมาณสารเกิด นิวเคลียส (phr)	Average Diameter of Cells (cm)	Cell Density (Cells/cm <sup>3</sup> )	Volume Expansion Ratio (-)	
PPF	146	0			1.03	
		0.1	***	***	1.01	
		0.5			1.13	
	148	0			1.11	
		0.1	***	***	1.13	
		0.5			1.25	
	150	0		140.93	4.94x10 <sup>5</sup>	15.28
		0.1		127.46	1.61x10 <sup>5</sup>	10.90
		0.5		76.62	6.78x10 <sup>6</sup>	2.21

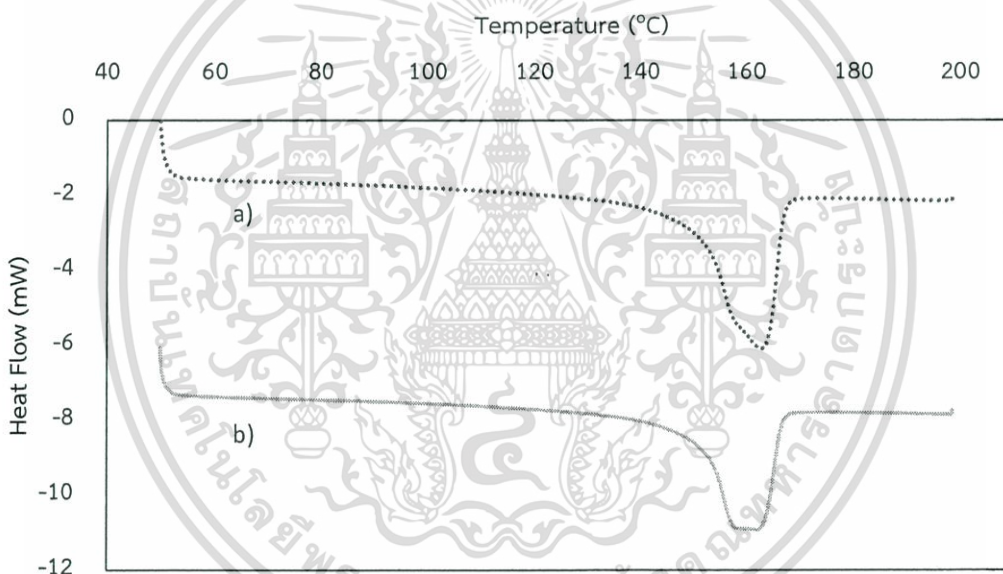
\*\*\* ไม่สามารถคำนวณค่าได้เนื่องจากสามารถสังเกตฟองแก๊สได้น้อยมาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

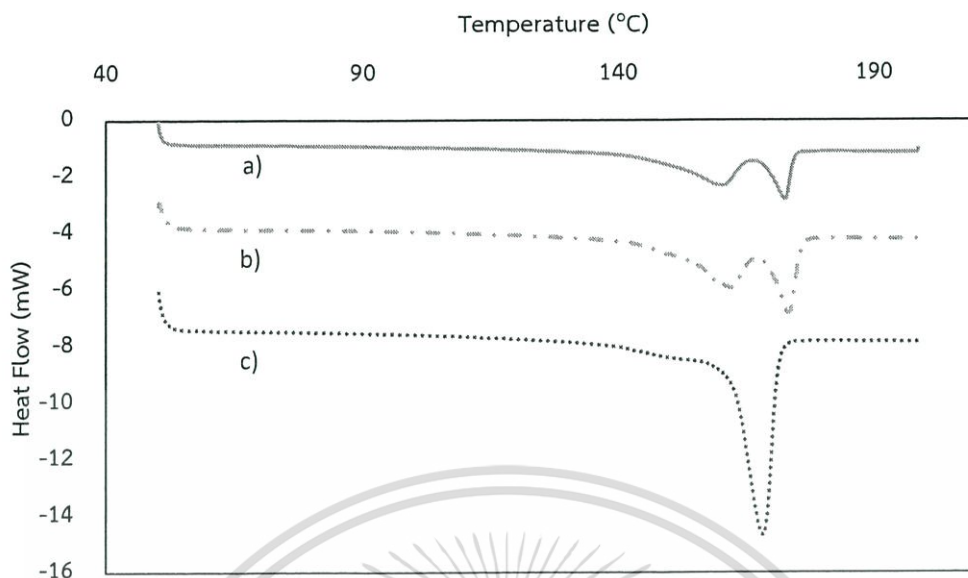
## ภาคผนวก จ

### ผลการวิเคราะห์พฤติกรรมการหลอมเหลวของ เส้นใยเชิงเดี่ยวและโพรพอลิโพรพิลีนด้วย DSC

การวิเคราะห์พฤติกรรมการหลอมเหลวสามารถทำได้ด้วยเครื่อง DSC ซึ่งศึกษาจากส่วนให้ความร้อนหรือส่วนที่เส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพอลิโพรพิลีนและโพรพอลิโพรพิลีนและสามารถใช้คำนวณอุณหภูมิหลอมเหลวซึ่งเป็นสมบัติเชิงความร้อนของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพอลิโพรพิลีนได้ พฤติกรรมการหลอมเหลวของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพอลิโพรพิลีนและโพรพอลิโพรพิลีนมีดังนี้



รูปที่ จ.1 พฤติกรรมการหลอมเหลวของ a) เส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพอลิโพรพิลีนที่ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0 phr และ b) เส้นใยเชิงเดี่ยวโพรพอลิโพรพิลีนที่ปริมาณสารเกิดนิวเคลียส 0.5 phr



รูปที่ จ.2 พฤติกรรมการหลอมเหลวของ a) PPF0.5\_150 b) PPF0\_150 และ c) PPF0.5\_148

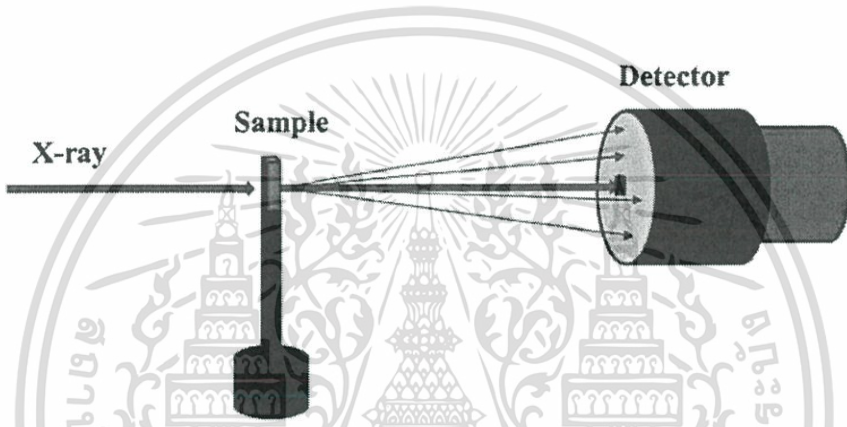


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ฉ

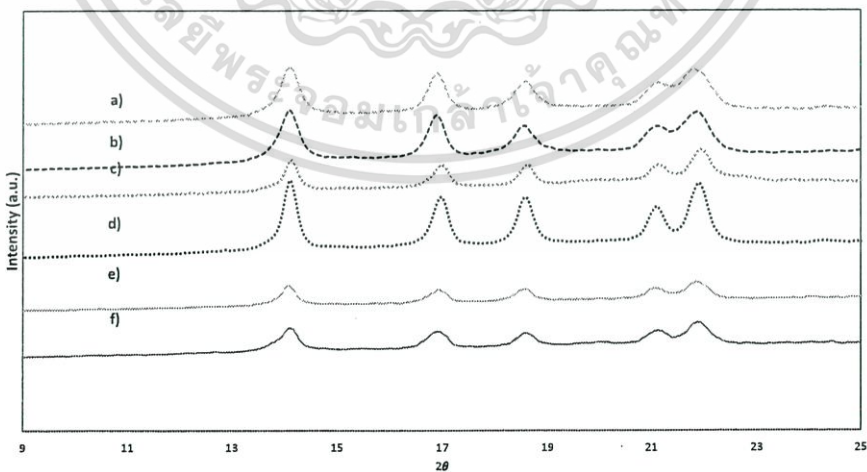
# ผลการวิเคราะห์ค่าการกระเจิงของรังสีเอกซ์ของ เส้นใยเชิงเดี่ยวและโพลีโพรพิลีนด้วย WAXD

การศึกษาโครงสร้างของผลึกสามารถทำได้โดยใช้เครื่อง WAXD โดยการให้รังสีเอกซ์ที่มีค่าความยาวคลื่นเดี่ยวทะลุผ่านตัวอย่างและวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ที่กระเจิงไปที่มุมต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ ฉ 1



รูปที่ ฉ.1 หลักการทำงานของเครื่อง WAXD [20]

ผลการศึกษาโครงสร้างของผลึกโดยใช้เครื่อง WAXD ของเส้นใยเชิงเดี่ยวโพลีโพรพิลีนแสดงดังนี้



รูปที่ ฉ.1 กราฟการกระเจิงของรังสีเอกซ์จาก WAXD ของ a) PP0 b) PP0.5 c) PPF0\_1 d) PPF0.5\_148 e) PPF0\_150 และ f) PPF0.5\_150

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้