



### บทที่ 3 วิธีการทดลอง

#### 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 พอลิโพรพิลีน : บริษัท ไทยโพลีเอทิลีน จำกัด
  - เกรด P740J มีดัชนีการไหล 25 g/10 min ความหนาแน่น 0.910 g/cm<sup>3</sup>
  - เกรด P600F มีดัชนีการไหล 10 g/10 min ความหนาแน่น 0.910 g/cm<sup>3</sup>
  - เกรด P401S มีดัชนีการไหล 2.4 g/10 min ความหนาแน่น 0.910 g/cm<sup>3</sup>
- 3.1.2 พอลิเอไมด์ 6 : Thai Toray Synthetics Co.,Ltd.
- 3.1.3 มาเลอิกแอนไฮไดรด์ (C<sub>4</sub>H<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) : Fluka
- 3.1.4 ไตรคลอโรแอซิดิก (CCl<sub>3</sub>COOH) : Riedel-de Haen
- 3.1.5 โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) : Carlo Erba
- 3.1.6 Cresol red (C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>O<sub>5</sub>S) : Asia Pacific specialty Chemicals Limited
- 3.1.7 เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>) : Lab Scan
- 3.1.8 โทลูอีน (C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>) : Lab Scan
- 3.1.9 แอซีโตน (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O) : Lab Scan
- 3.1.10 ไซลีน (C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>) : Carlo Erba
- 3.1.11 เมทานอล (CH<sub>4</sub>O) : Lab Scan
- 3.1.12 Fusabond MZ 203 D : Chemical Innovation Co., Ltd.
  - มาเลอิกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีนทางการค้า

#### 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 ชุด Soxhlet extraction
- 3.2.2 มอเตอร์ปั่นกวนชนิดปรับรอบได้พร้อมใบพัด
- 3.2.3 เตาอบ
- 3.2.4 เครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ
- 3.2.5 เครื่อง Injection รุ่น Battenfeld BA 250 CDC
- 3.2.6 เครื่อง Extruder รุ่น Thermo PRISM

### 3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- 3.3.1 เครื่อง FT-IR Spectrometer รุ่น Perkin Elmer System 2000-FT-IR
- 3.3.2 เครื่อง Universal Tensile Testing Machine รุ่น LLOYD LR 10K PLUS
- 3.3.3 เครื่อง Thermogravimetric Analyzer รุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851°
- 3.3.4 เครื่อง Scanning Electron Microscope(SEM) รุ่น Joel 6500 JSM 6400
- 3.3.5 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) รุ่น Perkin Elmer Diamond DSC

### 3.4 ขอบเขตการทดลอง

3.4.1 สังเคราะห์มาเลอิกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีน ด้วยกระบวนการแบบสารละลาย โดยมีเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์เป็นสารเริ่มต้นปฏิกิริยา และโทลูอีนเป็นตัวกลางภายใต้ภาวะต่างๆ

3.4.2 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของโคพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR)

3.4.3 หาเปอร์เซ็นต์มาเลอิกแอนไฮไดรด์ที่กราฟต์บนพอลิโพรพิลีนด้วยเทคนิคการไทเทรต

3.4.4 เตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิโพรพิลีนและพอลิเอไมด์ 6 ในอัตราส่วนต่างๆ โดยใช้กราฟต์โคพอลิเมอร์ที่เตรียมได้เป็นสารช่วยผสม

3.4.5 เตรียมชิ้นงานสำหรับทดสอบสมบัติความทนแรงดึง สมบัติทางความร้อน และตรวจสอบสัณฐานวิทยา

### 3.5 การสังเคราะห์มาเลอิกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีน [5]

3.5.1 นำพอลิโพรพิลีนปริมาณ 5 กรัม มาละลายในโทลูอีนปริมาณ 200 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ  $100 \pm 5$  องศาเซลเซียส ในขวดก้นกลม 4 คอ ที่ต่ออยู่กับแท่งกวนโลหะ ข้อต่อแก๊สไนโตรเจน คอนเดนเซอร์ และเทอร์โมมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.1

3.5.2 เมื่อพอลิโพรพิลีนละลายจนหมดในโทลูอีนแล้ว จึงเติมเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ และมาเลอิกแอนไฮไดรด์ลงในขวดก้นกลม 4 คอ ปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินไปภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ  $100 \pm 5$  องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 และ 8 ชั่วโมง ตามภาวะการเตรียมในตารางที่ 3.1

3.5.3 เมื่อปฏิกิริยาสิ้นสุดแล้วให้เทของผสมที่ได้ลงในบีกเกอร์ที่บรรจุเอซีโตนปริมาณ 500 มิลลิลิตร พร้อมกับกวนอย่างรุนแรงเป็นเวลาประมาณ 5 นาที จะได้มาเลอิกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีนแยกตัวออกมา

3.5.4 นำตะกอนมาเลอิกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน แล้วนำไปเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์



รูปที่ 3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการสกัดหยาบโคพอลิเมอร์

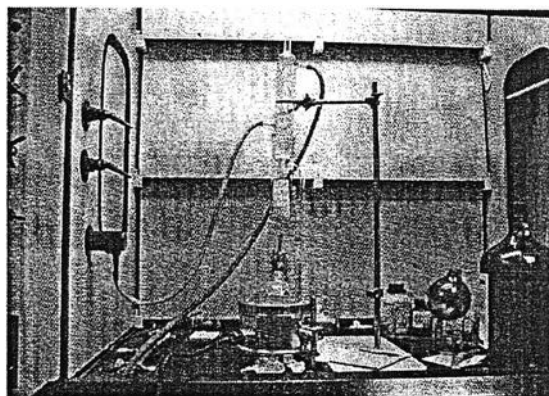
ตารางที่ 3.1 ภาวะในการสกัดหยาบมาเลอิกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีน

ภาวะที่	พอลิโพรพิลีน (% w/v)	เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (% w/v)	มาเลอิกแอนไฮไดรด์ (% w/v)	เวลาที่ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)
1	2.5	0.10	1.25	6
2	2.5	0.10	1.25	8
3	2.5	0.15	1.25	6
4	2.5	0.15	1.25	8
5	2.5	0.30	1.25	6
6	2.5	0.30	1.25	8
7	2.5	0.10	2.50	6
8	2.5	0.10	2.50	8
9	2.5	0.15	2.50	6
10	2.5	0.15	2.50	8
11	2.5	0.30	2.50	6
12	2.5	0.30	2.50	8
13	2.5	0.15	1.25	6

\* ภาวะที่ 1- 12 ใช้พอลิโพรพิลีนเกรด P600F ที่มีดัชนีการไหล 10 g/10 min

ภาวะที่ 13 ใช้พอลิโพรพิลีนเกรด P401S ที่มีดัชนีการไหล 2.4 g/10 min

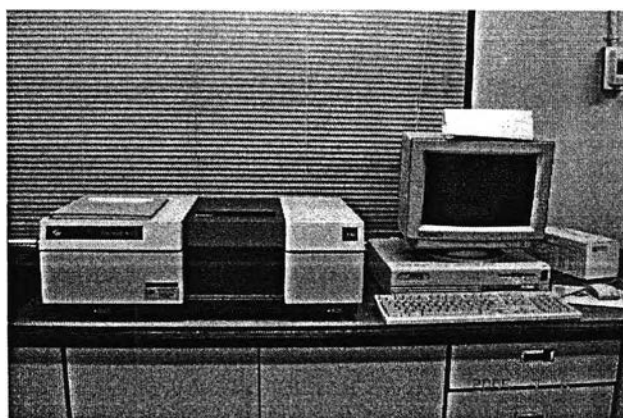
3.5.5 นำมาเลือกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีนที่เตรียมได้มาทำ soxhlet extraction เป็นเวลา 16 ชั่วโมง โดยใช้แอสีโตนเป็นตัวทำละลาย เพื่อกำจัดมาเลือกแอนไฮไดรด์ที่ไม่ทำปฏิกิริยาออกไป ซึ่งอุปกรณ์ที่ใช้แสดงไว้ในรูปที่ 3.2 จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักคงที่



รูปที่ 3.2 soxhlet extraction

### 3.6 การวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของมาเลือกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีนด้วยเทคนิค FT-IR

นำมาเลือกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีนที่ผ่านการทำ soxhlet extraction แล้วมาผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ จากนั้นนำไปอัดเป็นฟิล์มบาง เพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR ซึ่งอินฟราเรดสเปกตรัมของ C-H bonding ของหมู่เมทิลในพอลิโพรพิลีนจะปรากฏที่ตำแหน่งเลขคลื่น  $1167 \text{ cm}^{-1}$  ในขณะที่อินฟราเรดสเปกตรัมของหมู่คาร์บอนิลในแอนไฮไดรด์จะปรากฏที่ตำแหน่งเลขคลื่น  $1720$  และ  $1780 \text{ cm}^{-1}$  ตามลำดับ



รูปที่ 3.3 เครื่อง FT-IR สเปกโตรมิเตอร์

### 3.7 การหาเปอร์เซ็นต์การกราฟต์มาเลอิกแอนไฮไดรด์บนพอลิโพรพิลีนด้วยเทคนิคการไทเทรต

นำมาเลอิกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีนที่ผ่านการทำ soxhlet extraction แล้วมาประมาณ 1 กรัม ละลายในไซลีนที่อุณหภูมิ 136-140 องศาเซลเซียส จากนั้นหยดน้ำลงไปเล็กน้อยเพื่อทำการเปิดวงของแอนไฮไดรด์ และเติมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในเมทานอล (ความเข้มข้น 0.05 N) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงในขวดแก้วรูปชมพู่ แล้วไทเทรตกลับ (back titration) สารละลายที่ได้ด้วยสารละลายไตรคลอโรแอซิติคในไซลีน (ความเข้มข้น 0.03 N) โดยใช้ cresol red เป็นอินดิเคเตอร์ เมื่อถึงจุดยุติแล้วสารละลายจะเปลี่ยนจากสีม่วงเป็นขาวขุ่น

### 3.8 การเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิโพรพิลีนและพอลิเอไมด์ 6

3.8.1 ผสมพอลิโพรพิลีน (เกรดที่มีดัชนีการไหล 25 g/10 min) มาเลอิกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีน และพอลิเอไมด์ 6 ซึ่งผ่านการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้ว ด้วยอัตราส่วนต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.2 ให้เข้ากันในถุงพลาสติก จากนั้นนำของผสมที่ได้มาใส่ใน hopper ของเครื่อง twin-screw extruder โดยตั้งอุณหภูมิที่ barrel ของเครื่องอัดรีด (extruder) ดังตารางที่ 3.3 จากนั้นทำการอัดรีดพอลิเมอร์ผสมลงไปในน้ำเพื่อให้เกิดการเย็นตัว และผ่านเครื่องตัดให้เป็นเม็ด

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนของการผสมพอลิโพรพิลีนและพอลิเอไมด์ 6

สูตรที่	พอลิโพรพิลีน (phr)	PP-g-MAH (phr)	พอลิเอไมด์ 6 (phr)
1	70	0	30
2	70	5 <sup>*</sup>	30
3	70	5 <sup>**</sup>	30
4	70	5 <sup>***</sup>	30
5	70	10 <sup>*</sup>	30
6	70	10 <sup>**</sup>	30
7	70	10 <sup>***</sup>	30
8	30	0	70
9	30	5 <sup>*</sup>	70
10	30	5 <sup>**</sup>	70
11	30	5 <sup>***</sup>	70

<sup>\*</sup> PP-g-MA ทางการค้า    <sup>\*\*</sup> PP-g-MA เตรียมจาก PP ที่มี MFI 10 g/10 min    <sup>\*\*\*</sup> PP-g-MA เตรียมจาก PP ที่มี MFI 2.4 g/10 min

ตารางที่ 3.3 ภาวะในกระบวนการผสมด้วยเครื่องอัดรีดสกรูคู่

ภาวะในการผสม	เครื่องอัดรีดสกรูคู่
	พอลิโพรพิลีน/มาเลอิกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีน/พอลิเอไมด์6
	อุณหภูมิในการผสม (°C)
โซนที่ 1	90
โซนที่ 2	220
โซนที่ 3	320
โซนที่ 4	330
โซนที่ 5	320
ความเร็วรอบสกรู (รอบ/นาที)	50

3.8.2 นำเม็ดพอลิเมอร์ผสมที่ได้จากการอัดรีดมาขึ้นรูปเป็นชิ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดแบบ (injection molding) โดยตั้งภาวะในการขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีดดังในตารางที่ 3.4

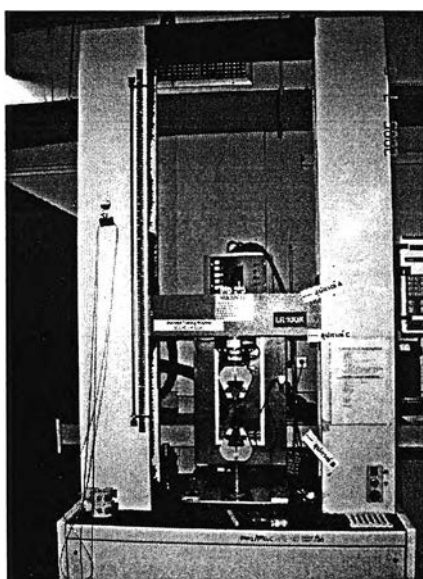
ตารางที่ 3.4 ภาวะในการขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีด

ภาวะในการผสม	กระบวนการฉีด
	พอลิโพรพิลีน/มาเลอิกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีน/พอลิเอไมด์6
	อุณหภูมิในการผสม (°C)
โซนที่ 1	248
โซนที่ 2	255
โซนที่ 3	250
โซนที่ 4	240
ความเร็วรอบสกรู (รอบ/นาที)	65
อุณหภูมิแม่แบบ (°C)	80
ความดันที่ใช้เปิด-ปิดแม่พิมพ์ (บาร์)	39

### 3.9 การทดสอบสมบัติของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิโพรพิลีนและพอลิเอไมด์ 6

#### 3.9.1 การทดสอบสมบัติความทนแรงดึง

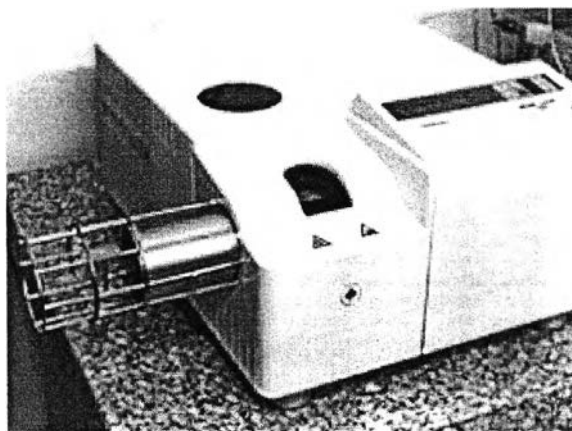
เตรียมชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D638 Type I เพื่อทดสอบความทนแรงดึงด้วยเครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 10 K PLUS ดังแสดงในรูปที่ 3.4 โดยใช้ Load Cell ขนาด 10 กิโลนิวตัน ซึ่งดึงด้วยอัตราเร็ว 50 มิลลิเมตร/นาที และมี gauge length เท่ากับ 50 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.4 เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 10 K PLUS

#### 3.9.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมด้วยเครื่อง TGA รุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851<sup>o</sup> ดังแสดงในรูปที่ 3.5 เพื่อหาอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิโพรพิลีนและพอลิเอไมด์ 6 โดยใช้มาเลอิกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิโพรพิลีนเป็นสารช่วยผสม โดยนำพอลิเมอร์ผสมซึ่งมีน้ำหนักประมาณ 3-10 มิลลิกรัมใส่ในถาดอะลูมินา โดยใช้ภาวะในการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ 60 ถึง 1000 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มความร้อน 20 องศาเซลเซียส/นาที ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.5 เครื่อง TGA รุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851°

### 3.9.3 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของชิ้นทดสอบด้วยเครื่อง DSC รุ่น Perkin Elmer Diamond DSC ดังแสดงในรูปที่ 3.6 โดยนำพอลิเมอร์ผสมซึ่งมีน้ำหนักประมาณ 3-10 มิลลิกรัม ใส่ใน ถาดอะลูมิเนียม ซึ่งน้ำหนักสารที่แน่นอนแล้วปิดฉนวน ซึ่งใช้อากาศเป็นสารอ้างอิง โดยให้ภาวะการ ทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ 60 ถึง 240 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มความร้อน 10 องศาเซลเซียส/นาที จากนั้นคงอุณหภูมิที่ 240 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 นาที และลดอุณหภูมิจาก 240 องศาเซลเซียส จนถึง 100 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการหล่อเย็น 40 องศาเซลเซียส/นาที ต่อจากนั้นคงอุณหภูมิที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที ภาวะในการทดสอบที่ได้กล่าวมานั้นกระทำเพื่อเป็นการกำจัด heat history ของสารตัวอย่าง แล้วจึงเพิ่มอุณหภูมิของสารตัวอย่างจาก 100 องศาเซลเซียส ถึง 240 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มความร้อน 10 องศาเซลเซียส/นาที ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊ส ไนโตรเจน เพื่อหาอุณหภูมิการหลอมเหลวของพอลิเมอร์ผสม

นอกจากอุณหภูมิการเกิดผลึก ( $T_c$ ) อุณหภูมิการหลอมเหลว ( $T_m$ ) แล้วผลจาก DSC ยัง สามารถนำมาคำนวณหาปริมาณความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ได้อีกด้วย โดยอาศัยการคำนวณจากพื้นที่ ใต้กราฟของอุณหภูมิการหลอมเหลว ดังแสดงในสมการด้านล่าง

$$\begin{aligned} \text{ปริมาณความเป็นผลึก (\%)} &= \frac{H_f^* \times 100}{H_f^0} \\ \text{(degree of crystallinity (\%), } \chi) \end{aligned}$$



โดย  $H_f^*$  = พลังงานความร้อนในการหลอมเหลวผลึกต่ออัตราส่วนโดยน้ำหนัก (จูล/กรัม)

$H_f^0$  = พลังงานความร้อนในการหลอมเหลวผลึก 100% สำหรับพอลิโพรพิลีนและพอลิเอไมด์ 6

คือ 137.9 และ 190 จูล/กรัม ตามลำดับ [11]



รูปที่ 3.6 เครื่อง DCS รุ่น Perkin Elmer Diamond DSC

### 3.9.4 การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง SEM

การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานพอลิเมอร์ผสมที่ถูกทำให้แตกหักภายใต้ไนโตรเจนเหลว ด้วยเครื่อง SEM รุ่น Joel JSM 6400 ดังแสดงในรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.7 เครื่อง SEM