

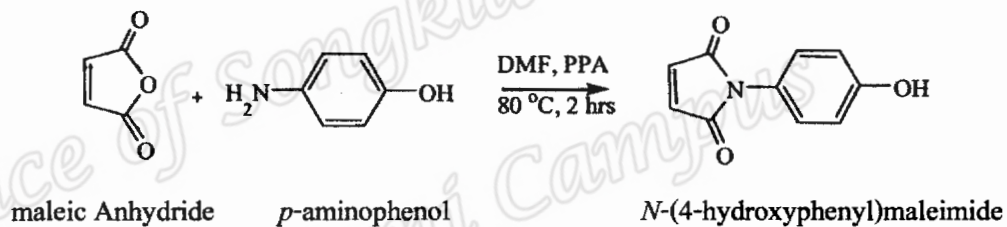
บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

4.1 การเตรียม เอ็น-(4-ไฮดรอกซีฟีนิล)มาลอิไมด์ (*N*-(4-hydroxyphenyl)maleimide: HPM) และการวิเคราะห์โครงสร้าง

4.1.1 การเตรียม เอ็น-(4-ไฮดรอกซีฟีนิล)มาลอิไมด์

การเตรียม HPM เพื่อใช้เป็นมอนอเมอร์ในการเตรียมกราฟต์โคพอลิเมอร์ระหว่างยางธรรมชาติกับ HPM (NR-g-HPM) สามารถเตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาดังภาพที่ 4.1 (สิทธพร, 2551)

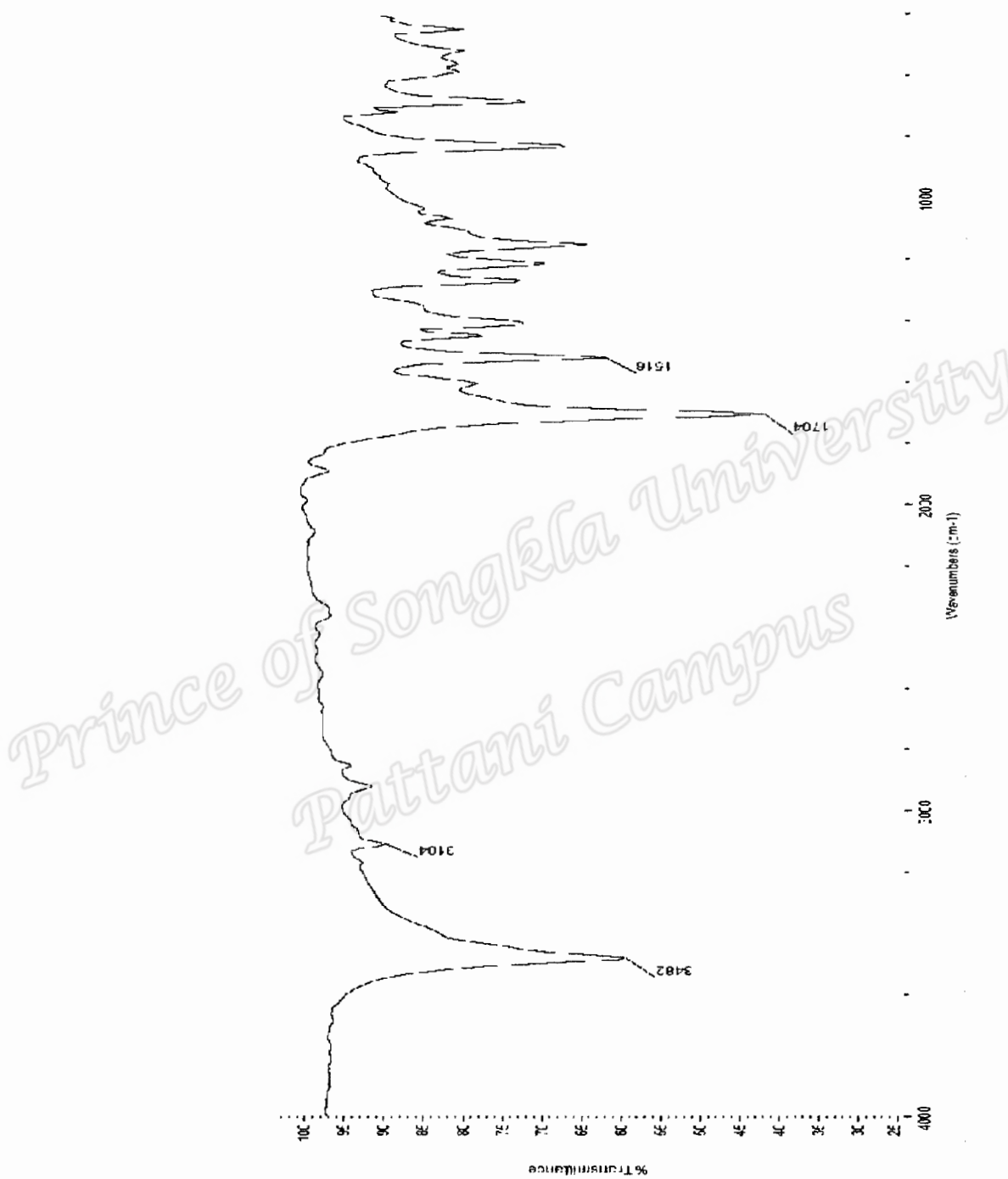


ภาพที่ 4.1 ปฏิกิริยาการเตรียม เอ็น-(4-ไฮดรอกซีฟีนิล)มาลอิไมด์

จากการทดลองสามารถเตรียม HPM ได้ โดยมีลักษณะเป็นผลึกรูปเข็มขนาดเล็กสีส้ม คิดเป็นผลได้ร้อยละ 87.57 มีจุดหลอมเหลวอยู่ในช่วง 182-184°C

4.1.2 วิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี และนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี

จากอินฟราเรดสเปกตรัมของ HPM ที่แสดงในภาพที่ 4.2 ทำให้สรุปผลของแถบดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ ของ HPM ได้ ดังแสดงในตารางที่ 4.1



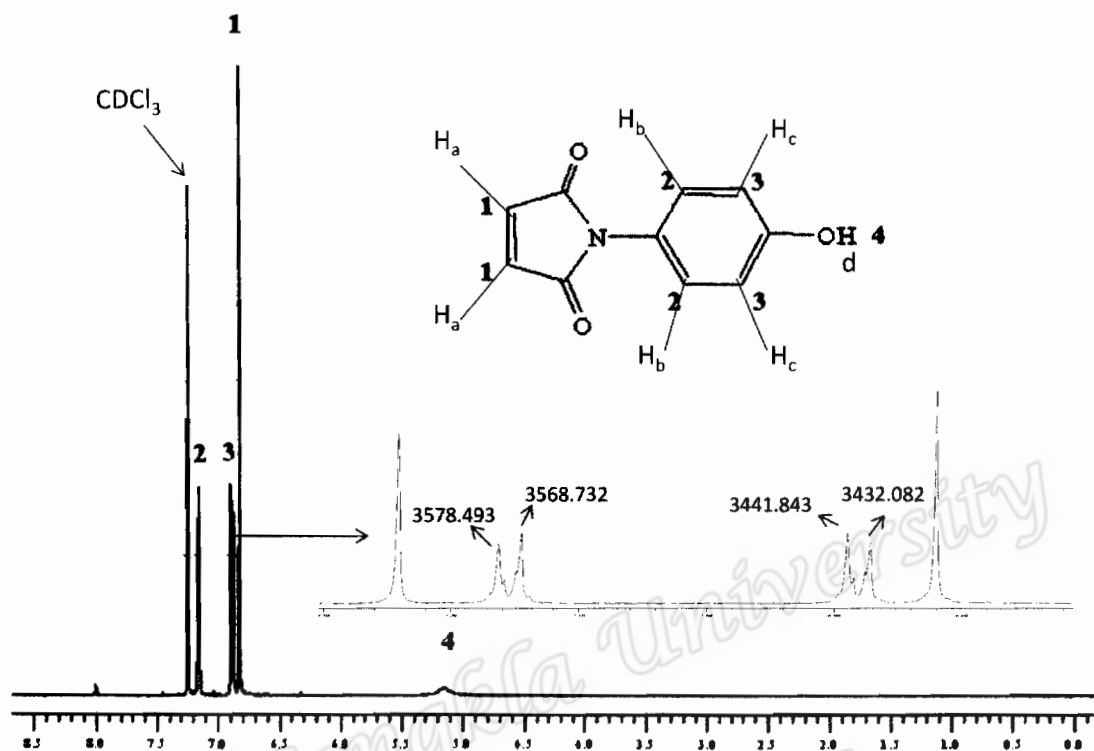
ภาพที่ 4.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของ HPM

ตารางที่ 4.1 แถบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ ของ HPM

เลขคลื่น (cm^{-1})	หมู่ฟังก์ชัน
3482	O-H stretching
3104	C-H stretching
1704	C=O stretching
1516	C=C stretching

จากภาพที่ 4.2 พบพีกที่เลขคลื่น 3482 cm^{-1} เป็นพีกที่แสดงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นแบบยืดของพันธะ O-H พีกที่เลขคลื่น 3104 cm^{-1} เป็นพีกที่แสดงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นแบบยืดไม่สมมาตรของพันธะ C-H ของวงแหวนอะโรมาติก พีกเลขที่คลื่น 1704 cm^{-1} เป็นพีกที่แสดงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นแบบยืดของพันธะ C=O ของหมู่คาร์บอนิลในวงแหวนอิมิด พีกเลขที่คลื่น 1516 cm^{-1} เป็นพีกที่แสดงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นของพันธะ C=C ของวงแหวนอะโรมาติก จากข้อมูลของอินฟราเรดสเปกตรัม พบว่าเลขคลื่นที่ปรากฏสอดคล้องกับหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ ที่เป็นหมู่ฟังก์ชันของ HPM

วิเคราะห์โครงสร้างของ HPM ด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี ได้ผลดังแสดงในภาพที่ 4.3



ภาพที่ 4.3 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (500 MHz, CDCl_3) ของ HPM

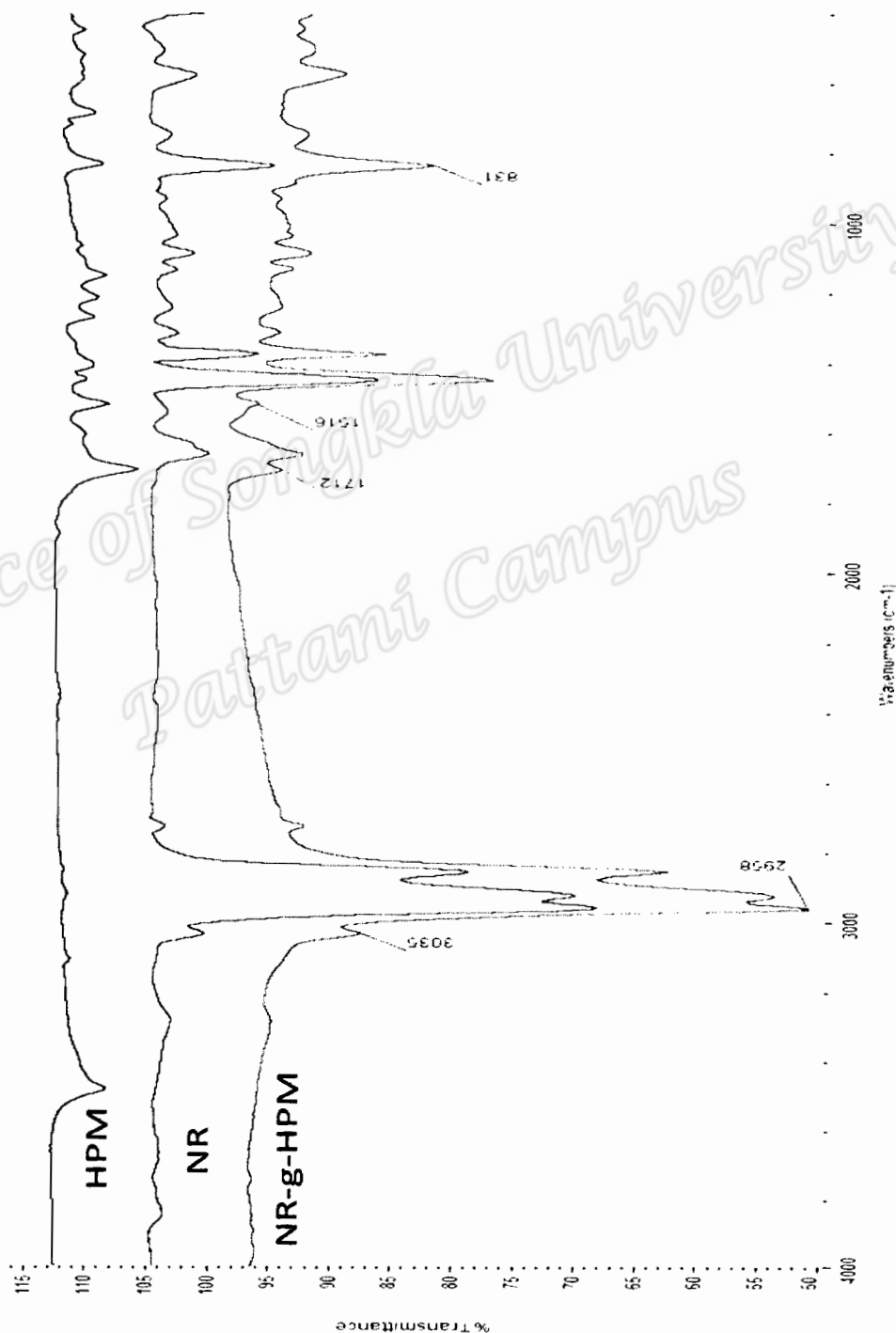
ตารางที่ 4.2 ข้อมูล $^1\text{H-NMR}$ ของ HPM (500 MHz, CDCl_3)

Proton	^1H (δ , ppm)
H_a	6.82 (2H, s)
H_b	7.15 (2H, d $J = 9.76$ Hz)
H_c	6.89 (2H, d $J = 9.76$ Hz)
H_d	5.08 (1H, bs)

จากภาพที่ 4.3 และตารางที่ 4.2 พบค่าเคมีคัลชิฟท์ที่ 7.15 และ 6.89 ppm ซึ่งเป็นสัญญาณของตำแหน่งโปรตอนซึ่งเป็นของวงแหวนอะโรมาติก ค่าเคมีคัลชิฟท์ที่ 6.82 ppm เป็นสัญญาณของตำแหน่งโปรตอนของวงแหวนอิมิด และค่าเคมีคัลชิฟท์ที่ 5.08 ppm เป็นสัญญาณของตำแหน่งโปรตอนที่เป็นของหมู่ไฮดรอกซิล ส่วนค่าเคมีคัลชิฟท์ที่ 7.24 ppm เป็นสัญญาณของตำแหน่งโปรตอนซึ่งเป็นของตัวทำละลายที่ไม่บริสุทธิ์ (CHCl_3) ซึ่งในการทดสอบครั้งนี้ใช้ CDCl_3 ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าสามารถเตรียม HPM ได้ดังปฏิกิริยาในภาพที่ 4.1

4.2 การเตรียมกราฟต์โคพอลิเมอร์ระหว่างยางธรรมชาติกับ HPM (NR-g-HPM)

นำกราฟต์โคพอลิเมอร์จากหัวข้อ 3.3.2.1 วิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสโทรโกปี แล้วนำมาเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติที่กราฟต์ด้วย HPM 2 phr และ NR ได้ผลดังแสดงในภาพที่ 4.4

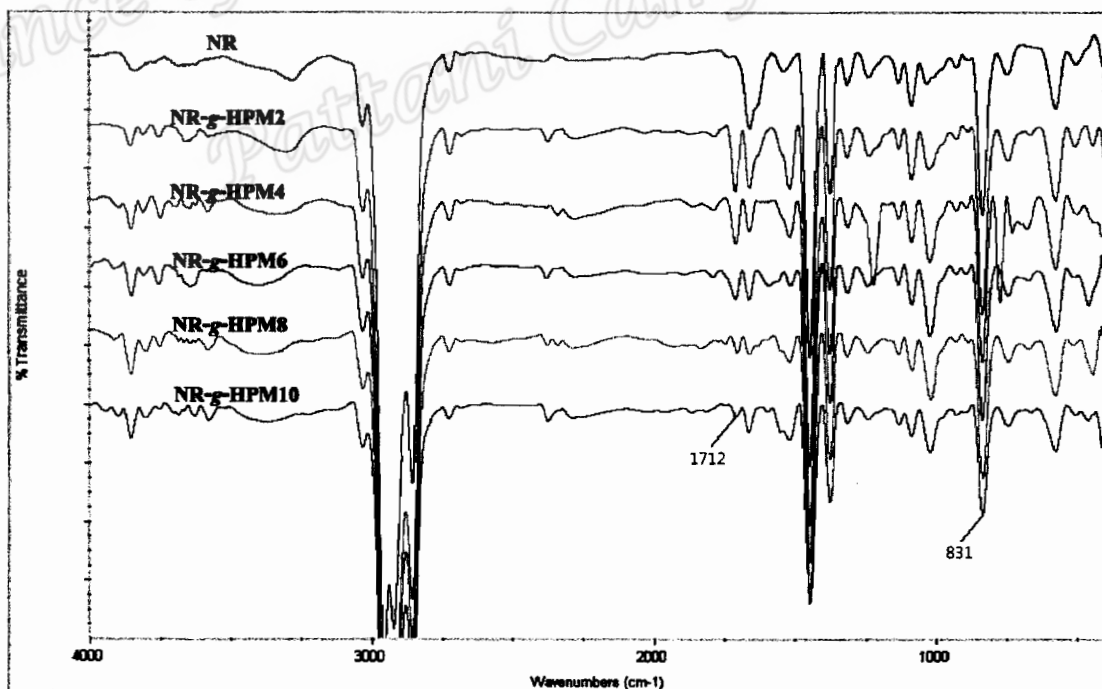


ภาพที่ 4.4 อินฟราเรดสเปกตรัมของ HPM เปรียบเทียบกับ NR-g-HPM และ NR

จากภาพที่ 4.4 แสดงให้เห็นว่ามีพีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3035 cm^{-1} เป็นพีคที่แสดงถึงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นแบบยืดไม่สมมาตรของพันธะ C-H ของหมู่โอเลฟินิก พีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น 2958 cm^{-1} เป็นพีคที่แสดงถึงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นแบบยืดไม่สมมาตรของพันธะ C-H ของหมู่เอทิลฟาดิก พีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1712 cm^{-1} เป็นพีคที่แสดงถึงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นแบบยืดของพันธะ C=O ของหมู่คาร์บอนิล ในวงแหวนอิมิด พีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1516 cm^{-1} เป็นพีคที่แสดงถึงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นแบบยืดของพันธะ C=C ของวงแหวนอะโรมาติก และพีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น 831 cm^{-1} เป็นพีคที่แสดงถึงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นแบบนอกระนาบของพันธะ C-H ที่ติดกับตำแหน่งพันธะคู่ของยางธรรมชาติ จากตำแหน่งเลขคลื่นดังกล่าวข้างต้นเป็นการยืนยันว่า HPM คัดบนโมเลกุลยางธรรมชาติ

4.2.1 อิทธิพลของ HPM ต่อปฏิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์

นำยางกราฟต์โคพอลิเมอร์จากหัวข้อ 3.3.2.1 วิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโกปี ได้ผลดังแสดงในภาพที่ 4.5

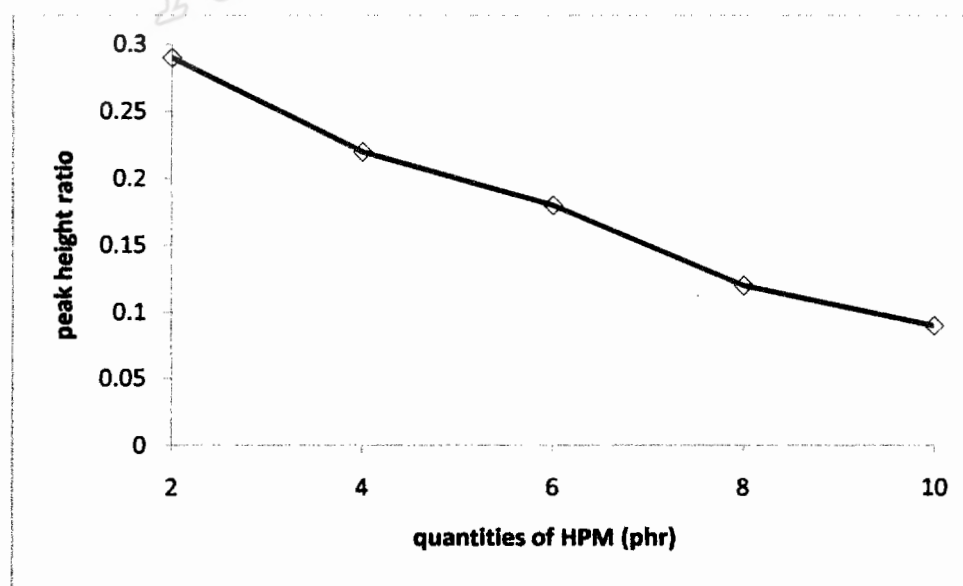


ภาพที่ 4.5 สเปกตรัมอินฟราเรดของยางธรรมชาติที่กราฟต์ติดด้วย HPM ที่ปริมาณการใช้ 2, 4, 6, 8 และ 10 phr เปรียบเทียบกับยางธรรมชาติ

จากภาพที่ 4.5 การวิเคราะห์การเกาะติดของ HPM บนโมเลกุลยางธรรมชาติในงานวิจัยนี้ เป็นการวิเคราะห์ในเชิงเปรียบเทียบ กล่าวคือ สามารถคำนวณอัตราส่วนความสูงของพีคที่เลขคลื่น 1712 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C=O ของวงแหวนอีไมด์ใน HPM กับค่าการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่เลขที่คลื่น 831 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นแบบนอกระนาบของพันธะ C-H ที่ค่ออยู่กับตำแหน่งพันธะ C=C ของยางธรรมชาติแสดงได้ดังตารางที่ 4.3 และเขียนความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนความสูงของพีคกับปริมาณสารที่ใช้ในการทำปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์ได้ดังแสดงในภาพที่ 4.6

ตารางที่ 4.3 อัตราส่วนความสูงของพีคที่เลขที่คลื่น 1712 ต่อ 831 cm^{-1} ที่แปรปริมาณ HPM ในการเตรียมปฏิกิริยา

Quantities of HPM (phr)	Peak height ratio (h_{1712}/h_{831})
2	0.28
4	0.22
6	0.19
8	0.11
10	0.09



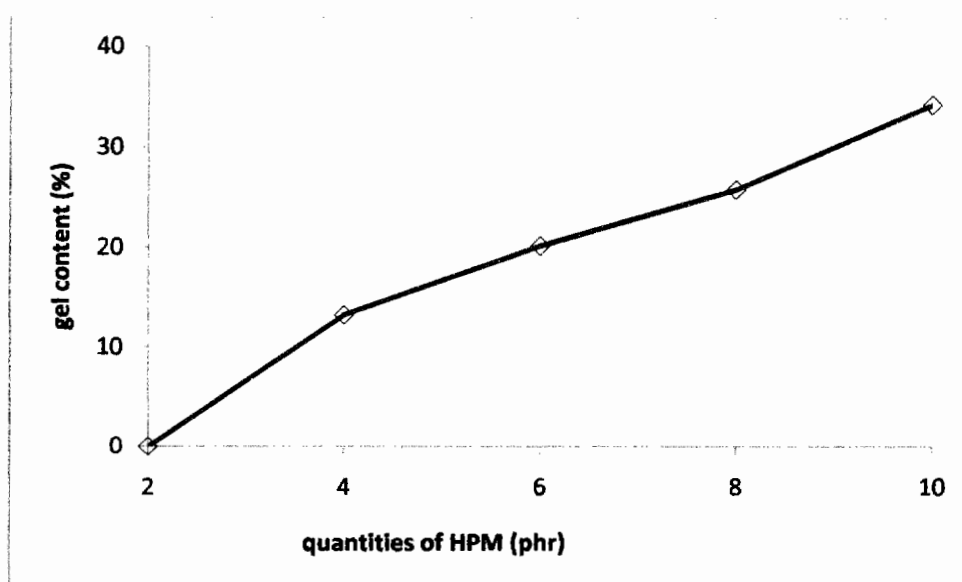
ภาพที่ 4.6 อิทธิพลของปริมาณ HPM ในปฏิกิริยาต่อระดับการเกาะติดของ HPM บนโมเลกุล NR

จากภาพ 4.6 เมื่อทำการกราฟต์ HPM บนโมเลกุลยางธรรมชาติ โดยใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 200°C และเวลา 10 นาที แปรปริมาณ HPM ที่ 2, 4, 6, 8 และ 10 phr หลังจากการทำปฏิกิริยา พบว่าปริมาณการเกาะติดของมอนอเมอร์จะมีแนวโน้มลดลงตามการเพิ่มปริมาณ HPM ซึ่งอาจเนื่องมาจากความไม่เข้ากันระหว่างโมเลกุลของยางธรรมชาติ ซึ่งเป็นส่วนที่ไม่มีขั้วกับมอนอเมอร์ HPM ซึ่งเป็นส่วนที่มีขั้ว ดังนั้นเมื่อใช้ HPM เพิ่มขึ้น จะทำให้มอนอเมอร์เกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน ทำให้มอนอเมอร์เกิดการกระจายตัวได้ยาก และแยกออกจากเฟสของยางหลอม ทำให้ไม่สามารถกระจายตัวเข้าไปในยางหลอมและเกิดปฏิกิริยาได้ ส่งผลให้กราฟต์โคพอลิเมอร์เกิดขึ้นน้อยลง (Grigoryeva and Karger-Kocsis, 2000)

จากการวิเคราะห์หาปริมาณเจลของกราฟต์โคพอลิเมอร์เมื่อแปรปริมาณ HPM ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.4 และเขียนความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ HPM กับปริมาณเจลได้ดังภาพที่ 4.7

ตารางที่ 4.4 ปริมาณเจลเมื่อแปรปริมาณ HPM ในปฏิกิริยา

Quantities of HPM (phr)	Gel content (%)
2	0
4	13.26
6	20.19
8	25.80
10	34.28

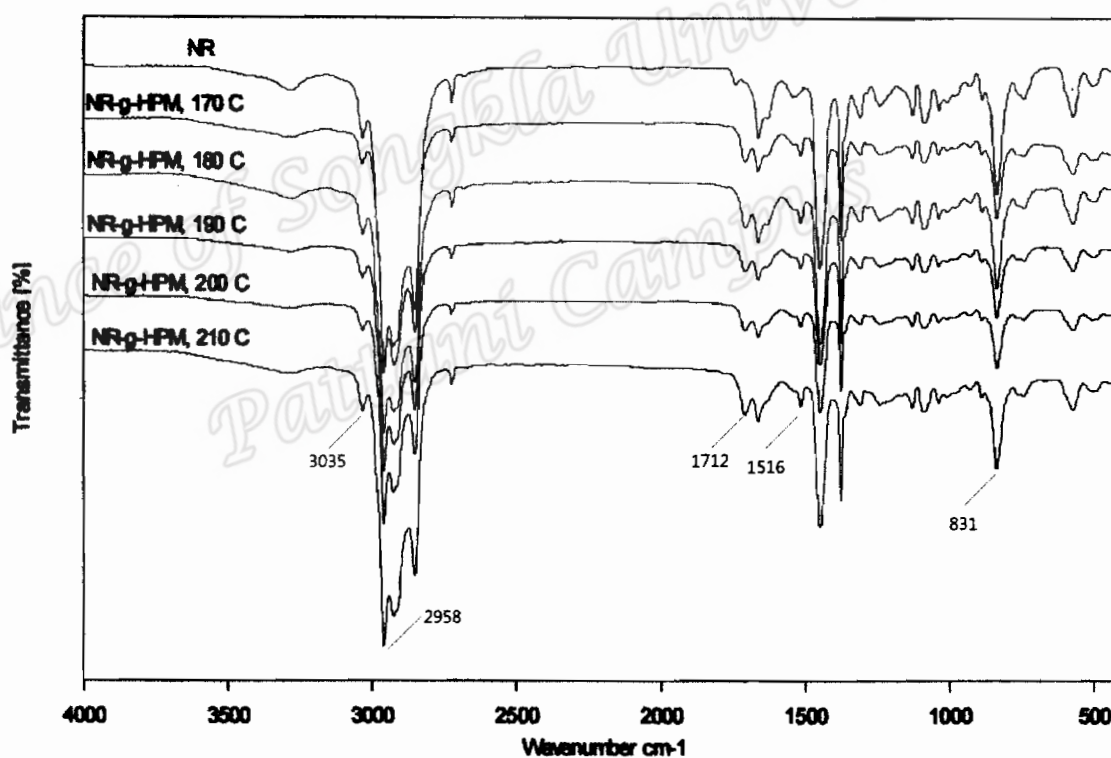


ภาพที่ 4.7 อิทธิพลของปริมาณมอนอเมอร์ HPM ต่อปริมาณเจล

จากภาพที่ 4.7 เมื่อทำการกราฟต์ HPM บนโมเลกุลยางธรรมชาติ โดยใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 200 °C เป็นเวลา 10 นาที และแปรปริมาณ HPM พบว่าปริมาณเจลมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อใช้ปริมาณ HPM มากกว่า 2 phr อาจเนื่องมาจาก HPM ที่มากเกินไปจะประพืดตัวเป็นสารเชื่อมโยงทำให้สายโซ่โมเลกุลของยางธรรมชาติเกิดการเชื่อมโยง เป็นผลให้เกิดการเจลเพิ่มมากขึ้น (Gelling and Porter, 1988)

4.2.2 อิทธิพลของอุณหภูมิต่อปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์

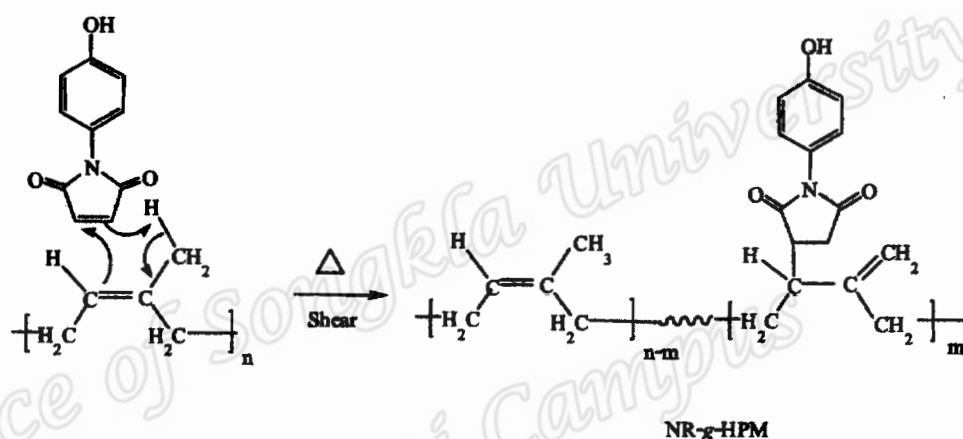
นำกราฟต์โคพอลิเมอร์จากหัวข้อ 3.3.2.2 วิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโกปี ได้ผลดังแสดงในภาพที่ 4.8



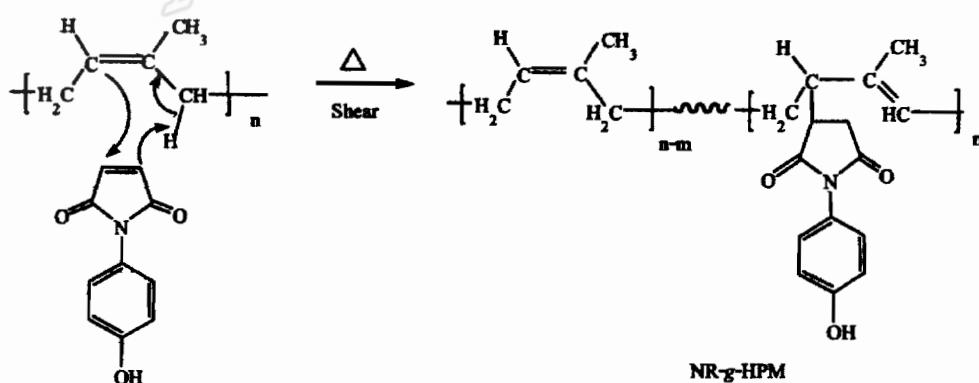
ภาพที่ 4.8 สเปกตรัมอินฟราเรดของ NR-g-HPM ที่อุณหภูมิการเตรียมปฏิกิริยาต่างๆ

จากภาพที่ 4.8 แสดงให้เห็นว่ามีพีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3035 cm^{-1} เป็นพีคที่แสดงถึงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นแบบยืดไม่สมมาตรของพันธะ C-H ของหมู่โอเลฟินิก พีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น 2958 cm^{-1} เป็นพีคที่แสดงถึงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นแบบยืดไม่สมมาตรของพันธะ C-H ของหมู่เอธิพาคิก พีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1712 cm^{-1} เป็นพีค

ที่แสดงถึงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นแบบยืดของพันธะ C=O ของหมู่คาร์บอนิล ในวงแหวนอิมิด พิกที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1516 cm^{-1} เป็นพิกที่แสดงถึงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นแบบยืดของพันธะ C=C ของวงแหวนอะโรมาติก และพิกที่ตำแหน่งเลขคลื่น 831 cm^{-1} เป็นพิกที่แสดงถึงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ทำให้เกิดการสั่นแบบนอกระนาบของพันธะ C-H ที่ติดกับตำแหน่งพันธะคู่ของยางธรรมชาติ จากตำแหน่งที่คลื่นดังกล่าวข้างต้นเป็นการยืนยันว่า HPM ติดบนโมเลกุลยางธรรมชาติ โดยกลไกการเกิดปฏิกิริยาดังแสดงในภาพที่ 4.9 และภาพที่ 4.10



ภาพที่ 4.9 กลไกการเกาะติดของ HPM บนโมเลกุลยางธรรมชาติแบบพันธะคู่อยู่นอกสายโซ่หลัก (double bond out chain) (คัดแปลงจาก Gelling and Potter, 1988)



ภาพที่ 4.10 กลไกการเกาะติดของ HPM บนโมเลกุลยางธรรมชาติแบบพันธะคู่อยู่ในสายโซ่หลัก (คัดแปลงจาก Gelling and Potter, 1988)

การวิเคราะห์การเกาะติดของ HPM บนโมเลกุลยางธรรมชาติในงานวิจัยนี้เป็นการวิเคราะห์ในเชิงเปรียบเทียบ กล่าวคือ เป็นการคำนวณหาอัตราส่วนความสูงของพิก จากค่าการดูดกลืน

รังสีอินฟราเรดที่เลขคลื่น 1712 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นแบบยืดของพันธะ C=O ของวงแหวนอิมิดโน HPM กับค่าการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่เลขคลื่น 831 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นแบบนอกระนาบของพันธะ C-H ที่ต่ออยู่กับตำแหน่งพันธะ C=C ของยางธรรมชาติ จากภาพที่ 4.8 สามารถคำนวณหาอัตราส่วนความสูงของพีคได้จากสมการที่ 4.1 (Barra *et al.*, 1999) ซึ่งได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.5 และภาพที่ 4.11

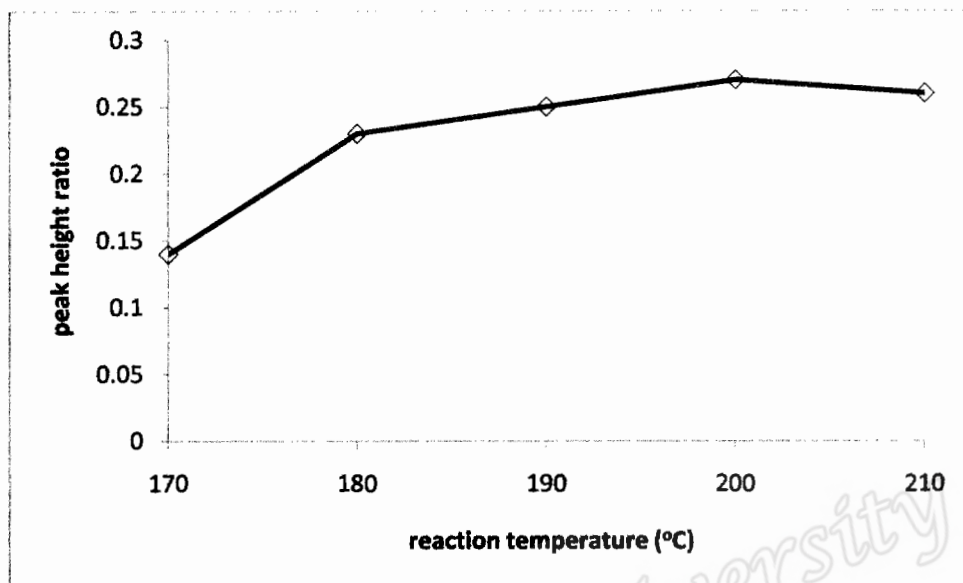
$$\text{Peak Height Ratio} = \frac{h_c}{h_m} \quad (4.1)$$

เมื่อ h_c คือ ความสูงของพีคที่เลขคลื่น 1712 cm^{-1}

h_m คือ ความสูงของพีคที่เลขคลื่น 831 cm^{-1}

ตารางที่ 4.5 อัตราส่วนความสูงของพีค (peak height ratio) ที่เลขคลื่น 1712 ต่อ 831 cm^{-1} ที่อุณหภูมิการเตรียมปฏิกิริยาต่างๆ

reaction temperature ($^{\circ}\text{C}$)	peak height ratio (h_{1712}/h_{831})
170	0.14
180	0.23
190	0.25
200	0.27
210	0.26



ภาพที่ 4.11 อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์ไรซ์ต่อปริมาณการเกาะติดของ HPM 2 phr บนโมเลกุล

จากภาพที่ 4.11 พบว่าอัตราส่วนความสูงของพีคเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มอุณหภูมิกราฟต์โคพอลิเมอร์ไรซ์ เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นส่งผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาสูงขึ้น ตามสมการที่ 4.2 ซึ่งเป็นสมการของ Arrhenius

$$k = Ae^{\frac{-E_a}{RT}} \quad (4.2)$$

เมื่อ k คือ ค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา

T คือ อุณหภูมิสัมบูรณ์

E_a คือ พลังงานกระตุ้น

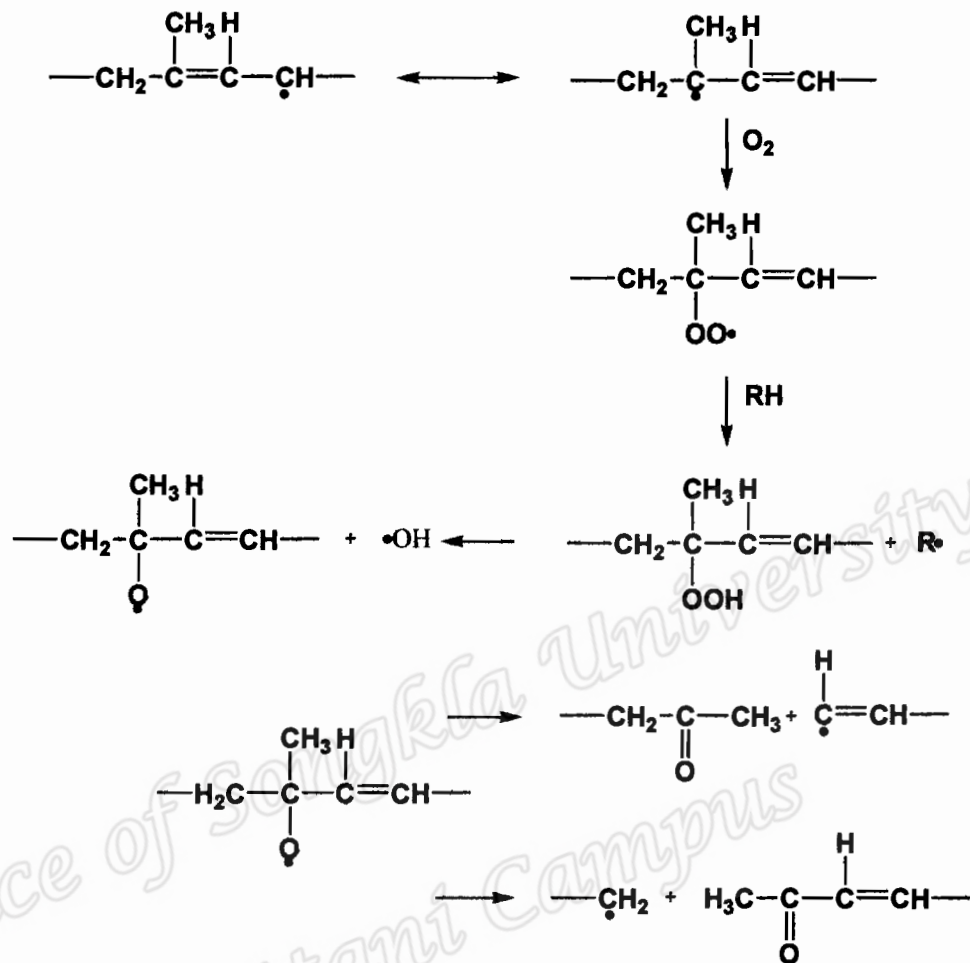
R คือ ค่าคงที่ของก๊าซ

A คือ pre-exponential factor

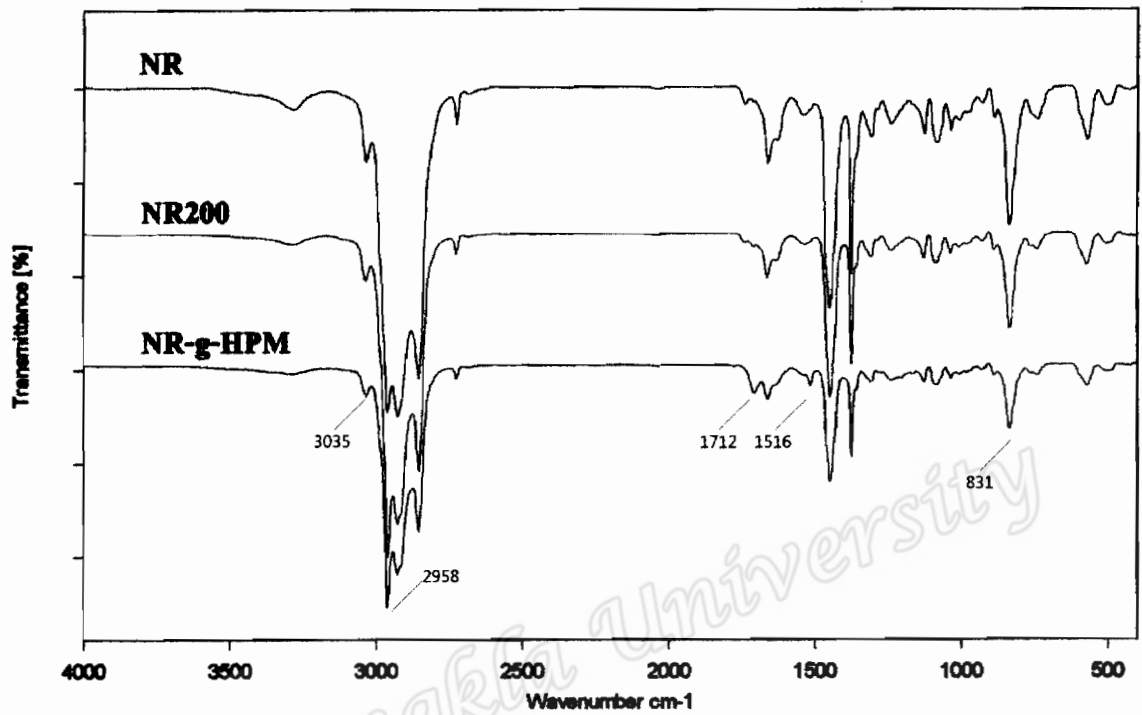
อัตราส่วนความสูงของพีคมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจนถึงอุณหภูมิกราฟต์โคพอลิเมอร์ไรซ์ 200°C เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงกว่า 200°C จะส่งผลให้อัตราส่วนความสูงของพีคมีแนวโน้มลดลง ทั้งนี้อาจเนื่องจากเกิดปฏิกิริยาการแข่งขันมากขึ้น เช่น เกิดไฮโมพอลิเมอร์ไรซ์ของมอนอเมอร์ เกิดการตัดสาย

โซ่ของยางธรรมชาติ และเกิดการขาดของสายโซ่จากการกราฟต์ ทำให้ปริมาณการเกาะติดลดลง (Baker and Song, 1990) ดังนั้นอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์ไรซ์ คือ 200°C

เพื่อเป็นการทดสอบยืนยันว่าพีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1712 cm^{-1} เป็นพีคที่แสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ $\text{C}=\text{O}$ ของมาลิอิไมด์ใน HPM จึงทำการบดยางธรรมชาติโดยไม่เติมสารใดๆ ลงไปเป็นเวลา 12 นาที ที่อุณหภูมิ 200°C ซึ่งเป็นระยะเวลาและอุณหภูมิที่เท่ากันกับการเตรียมกราฟต์โคพอลิเมอร์ระหว่างยางธรรมชาติกับ HPM แล้ววิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เพื่อตรวจสอบแถบการดูดกลืนของพันธะ $\text{C}=\text{O}$ ที่อาจเกิดจากการออกซิเดชันของโมเลกุลยางธรรมชาติ ดังภาพที่ 4.12 จากการบดยางธรรมชาติโดยไม่เติมสารใดๆ ลงไปเป็นเวลา 12 นาที ที่อุณหภูมิ 200°C (NR 200) แล้ววิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ได้อินฟราเรดสเปกตรัมดังแสดงในภาพที่ 4.13 พบว่าไม่มีพีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1712 cm^{-1} ใน NR 200 เป็นการยืนยันว่าพีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1712 cm^{-1} ในตัวอย่าง NR-g-HPM เป็นพีคที่แสดงลักษณะเฉพาะของ HPM ที่กราฟต์อยู่บนโมเลกุลยางธรรมชาติ



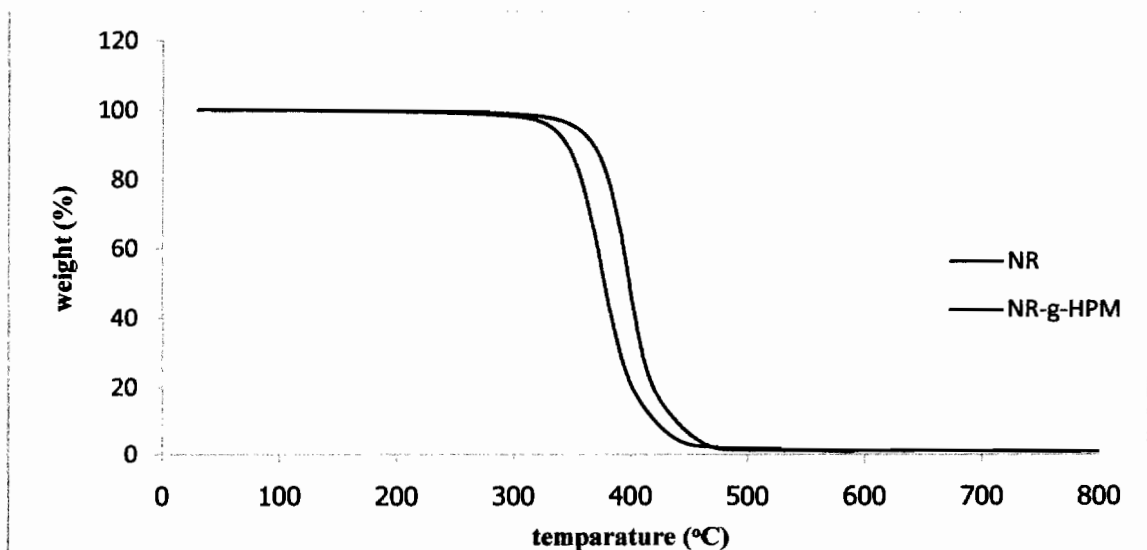
ภาพที่ 4.12 การเกิดไฮโดรเปอร์ออกไซด์และการตัดสายโซ่ตรงตำแหน่งเบต้าของยางธรรมชาติ (Adam, 1991)



ภาพที่ 4.13 สเปกตรัมอินฟราเรดของ NR, NR 200 และ NR-g-HPM

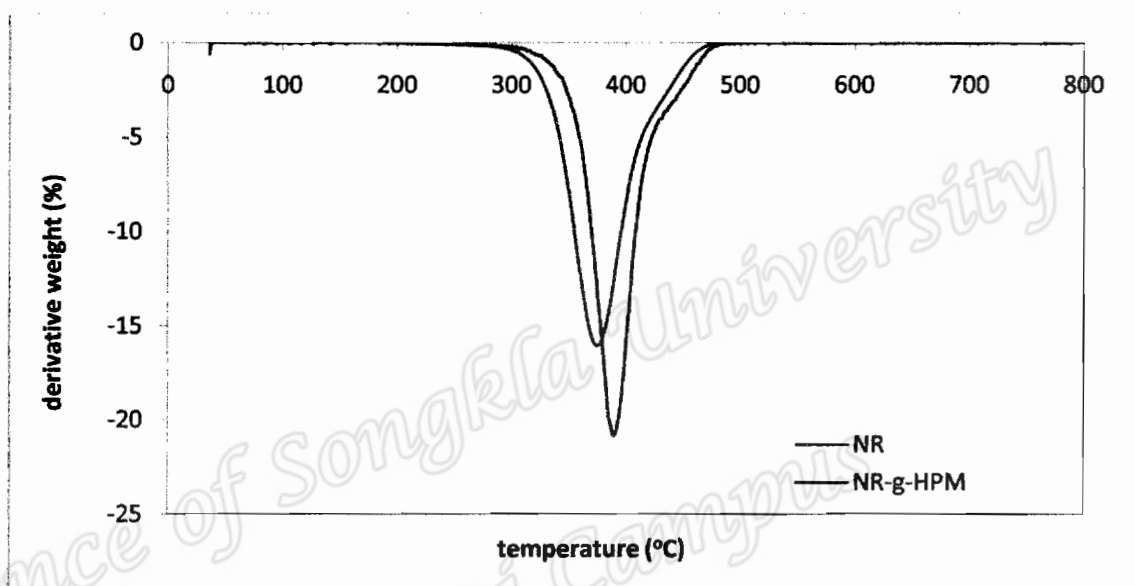
4.3 สมบัติเชิงความร้อนของยางธรรมชาติที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วย HPM

ทำการวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนของยางธรรมชาติที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วย HPM โดยเทคนิค TGA โดยทดสอบภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ได้ผลการทดลองดังภาพที่ 4.14



ภาพที่ 4.14 เทอร์โมแกรม TGA ของ NR และ NR-g-HPM

จากภาพที่ 4.14 พบว่าน้ำหนักของยางธรรมชาติ และยางธรรมชาติที่กราฟต์ด้วย HPM จะลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น จากเทอร์โมแกรมที่แสดงน้ำหนักของยางธรรมชาติ และกราฟต์ โคลพอลิเมอร์ที่สลายตัวไปทำให้สามารถหาอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์ทั้งสองได้ ดังแสดง ในภาพที่ 4.15 และตารางที่ 4.6



ภาพที่ 4.15 เทอร์โมแกรม DTG ของ NR และ NR-g-HPM

ตารางที่ 4.6 อุณหภูมิการสลายตัวสูงสุดของยางธรรมชาติ และยางธรรมชาติดัดแปลงด้วย HPM

samples	decomposition temperatures (°C)
NR	377.42
NR-g-HPM	388.05

จากภาพที่ 4.15 และตารางที่ 4.6 พบว่าเมื่อกราฟต์ HPM ลงบน โมเลกุลยางธรรมชาติ จะทำให้กราฟต์โคลพอลิเมอร์มีความเสถียรต่อความร้อนและการเสื่อมสภาพเนื่องจากการเกิดออกซิเดชันเพิ่มขึ้น เนื่องจากการกราฟต์ HPM ลงบน โมเลกุลของยางธรรมชาติทำให้ได้กราฟต์โคลพอลิเมอร์ที่มีสมบัติในการต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชันและยากต่อการสลายตัวเนื่องจากความร้อนและออกซิเจนมากกว่ายางธรรมชาติบริสุทธิ์ ทำให้ได้กราฟต์โคลพอลิเมอร์ที่มีสมบัติในการต้านออกซิเดชันและความร้อน

4.4 การเตรียมพอลิเมอร์เบลนค์จากกระบวนการรีแอกทีฟเบลนค์ของยางธรรมชาติดัดแปลงด้วย HPM กับไนลอน6

ขั้นตอนนี้จะทำการเบลนค์ยางธรรมชาติดัดแปลงด้วย HPM 2 phr กับไนลอน6 แปรอัตราส่วนการเบลนค์ NR-g-HPM/PA-6 ที่ 50/50 40/60 และ 30/70 ดังหัวข้อ 3.3.5 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเบลนค์ แสดงดังตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์เบลนค์จากกระบวนการรีแอกทีฟเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติดัดแปลงด้วย HPM 2 phr กับ ไนลอน6

ปริมาณสารเคมีที่ใช้คิดเป็นเปอร์เซ็นต์เทียบกับพอลิเมอร์ทั้งหมด 100 ส่วน									
สารเคมี	สูตร1	สูตร2	สูตร3	สูตร4	สูตร5	สูตร6	สูตร7	สูตร8	สูตร9
	50/50	40/60	30/70	50/50	40/60	30/70	50/50	40/60	30/70
	simple	simple	simple	Ma0.5%	Ma0.5%	Ma0.5%	Ma 1%	Ma 1%	Ma 1%
NR-g-HPM 2 phr	50	40	30	50	40	30	50	40	30
Nylon6	50	60	70	50	60	70	50	60	70
Maleic Anhydride	-	-	-	0.5	0.5	0.5	1	1	1
Perkadox14	-	-	-	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1

นำข้อมูลสูตรต่างๆจากตารางไปทำการบดผสมโดยเตรียมสารเคมีและพอลิเมอร์ในเครื่องผสมแบบปิดความเร็วรอบ 60 รอบต่อนาที ใช้เวลาในการบดผสม 12 นาที โดยแปรอุณหภูมิการเบลนค์ที่ 230 240 และ 250°C เมื่อเตรียมเสร็จนำพอลิเมอร์ที่ได้ออกมาทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติกแล้วขึ้นภาพขึ้นทดสอบโดยใช้เครื่องฉีดพลาสติก แล้วนำไปทดสอบสมบัติต่าง ๆ ต่อไป

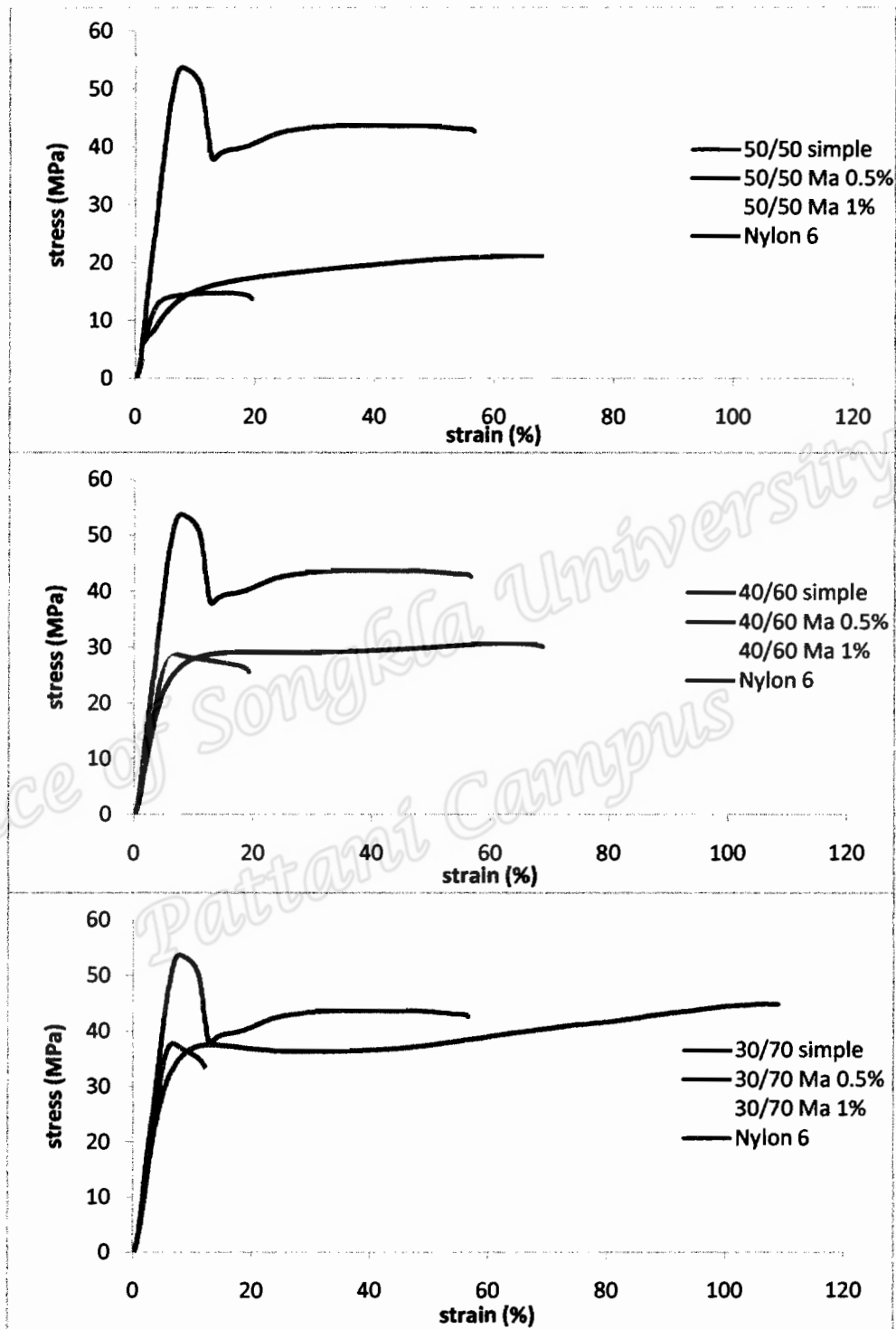
4.5 สมบัติของพอลิเมอร์เบลนด์จากกระบวนการรีแอกทีฟเบลนด์ที่ได้จากการเบลนด์ระหว่าง ยางธรรมชาติดัดแปลงด้วย HPM กับไนลอน6

4.5.1 สมบัติด้านการดึงของพอลิเมอร์เบลนด์จากกระบวนการรีแอกทีฟเบลนด์

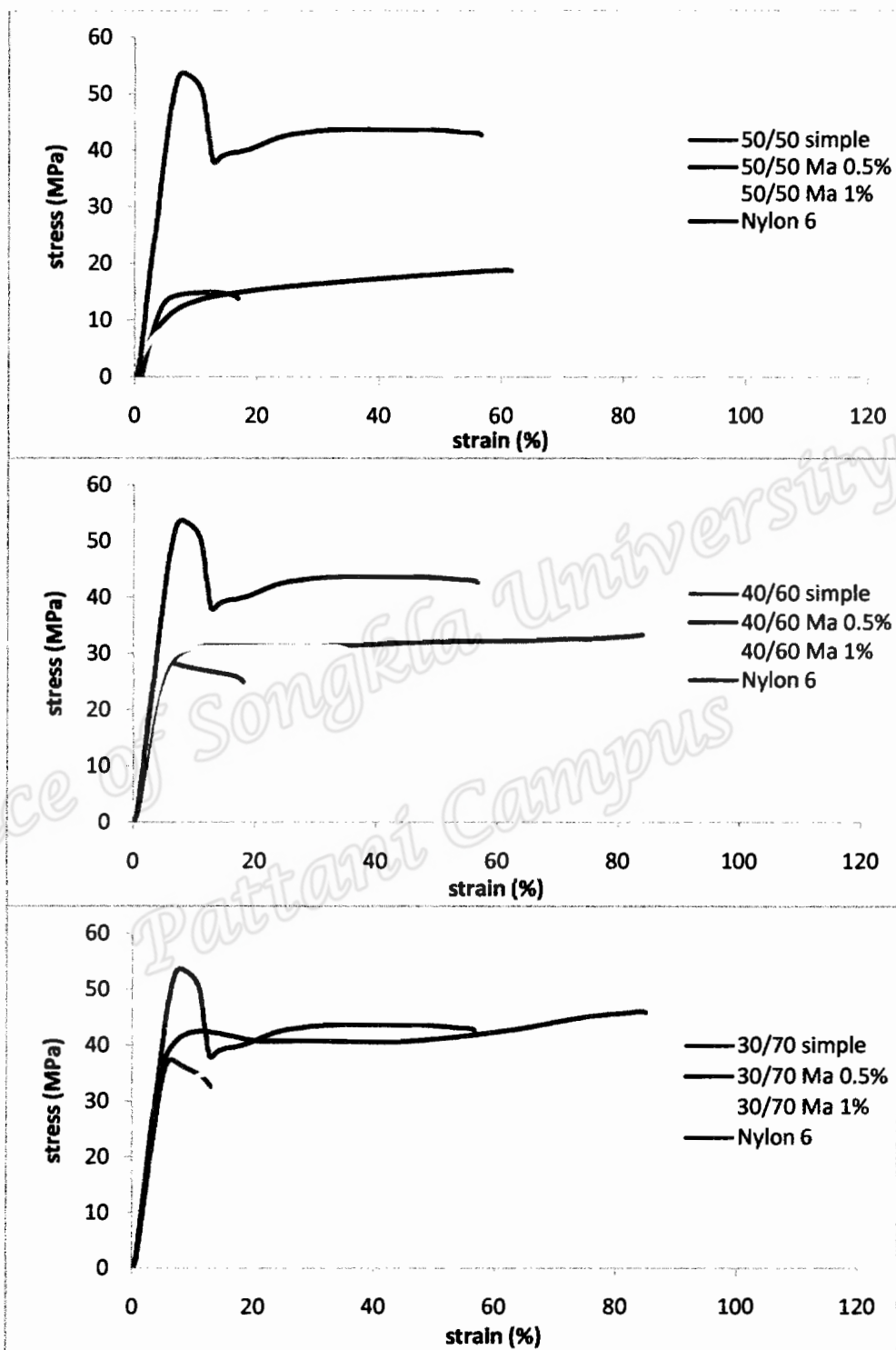
นำพอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมได้จากหัวข้อ 4.4 ข้างต้น ดังรายละเอียดในตารางที่ 4.7 มาเตรียมเป็นชิ้นทดสอบรูปคัมเบล ขนาดความยาว 115 มิลลิเมตร กว้าง 6 ± 0.4 มิลลิเมตร หนาไม่ต่ำกว่า 1.5 มิลลิเมตร และไม่เกิน 3 มิลลิเมตร ด้วยเครื่องฉีดพลาสติก นำมาทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000) ใช้อัตราเร็วในการดึงชิ้นทดสอบ 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อนาทีด้วยเครื่องเทนโซมิเตอร์วัดแรงดึงและระยะยืดจนขาดแล้วนำไปคำนวณหาความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียด สมบัติความต้านทานต่อแรงดึง และสมบัติความสามารถในการยืดจนขาดได้ผลการทดลองดังนี้

4.5.1.1 ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียด (stress-strain)

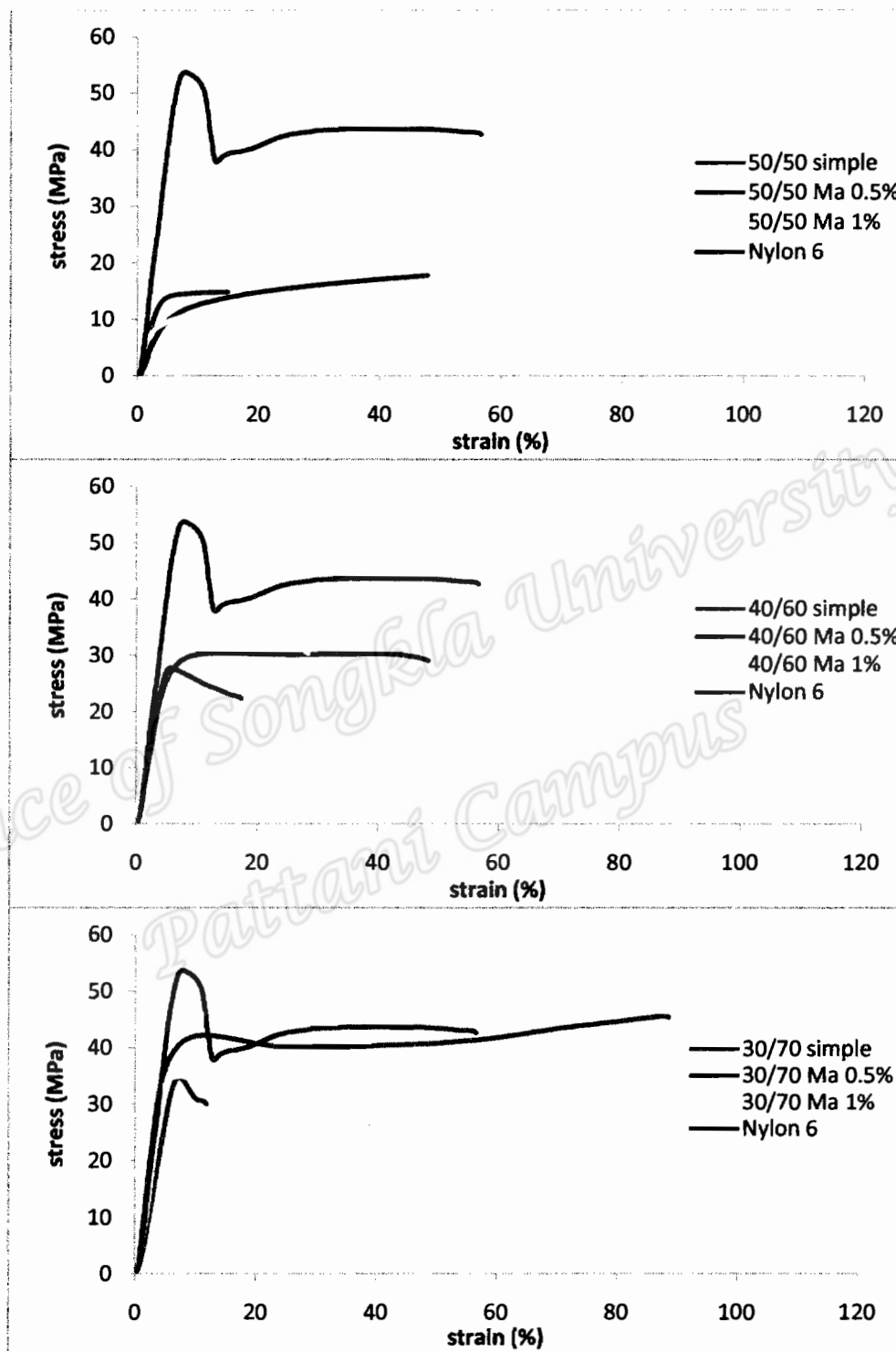
นำชิ้นตัวอย่างไปดึงด้วยเครื่องเทนโซมิเตอร์แล้ววัดแรงดึงและระยะยืดจนขาด จากนั้นนำไปคำนวณเพื่อหาข้อมูลความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียด ได้ผลการทดลองดังแสดงในภาพที่ 4.16, 4.17 และ 4.18



ภาพที่ 4.16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและความเครียดของพอลิเมอร์เบลนด์ NR-g-HPM/Nylon6 โดยแปรสัดส่วนการเบลนด์ 50/50 40/60 และ 30/70 และแปรปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้ที่ Ma 0.5% และ Ma 1% ของพอลิเมอร์ทั้งหมด ที่อุณหภูมิ 230°C



ภาพที่ 4.17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและความเครียดของพอลิเมอร์เบลนด์ NR-g-HPM/Nylon6 โดยแปรสัดส่วนการเบลนด์ 50/50 40/60 และ 30/70 และแปรปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้ที่ Ma 0.5% และ Ma 1% ของพอลิเมอร์ทั้งหมด ที่อุณหภูมิ 240°C



ภาพที่ 4.18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและความเครียดของพอลิเมอร์เบลนด์ NR-g-HPM/Nylon6 โดยแปรสัดส่วนการเบลนด์ 50/50 40/60 และ 30/70 และแปรปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้ที่ Ma 0.5% และ Ma 1% ของพอลิเมอร์ทั้งหมด ที่อุณหภูมิ 250°C

จากผลการทดลองดังภาพที่ 4.16 4.17 และ 4.18 พบว่าการเบลนค์แบบปกติระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 230 240 และ 250°C มีค่า strain ที่ต่ำมาก เนื่องจากกลุ่มเบลนค์ทั้งสองนี้ไม่สามารถเข้ากันได้ ทำการเบลนค์แบบรีแอคทีฟโดยเติมสารเพิ่มเข้ากันได้ที่ Ma 0.5% และเปอร์ออกไซด์ 0.1% ของพอลิเมอร์ทั้งหมด พบว่ามาลิกแอนไฮไดรด์สามารถเพิ่มความเข้ากันได้ระหว่างพอลิเมอร์ทั้งสองจึงทำให้ได้ค่า strain ของกลุ่มเบลนค์นี้ดีขึ้น แต่เมื่อเติมสารเพิ่มเข้ากันได้ที่ระดับ Ma 1% ของพอลิเมอร์ทั้งหมด พบว่าค่า strain ต่ำกว่าที่ระดับ 0.5% อาจเนื่องมาจากการเติมมาลิกแอนไฮไดรด์ที่มากเกินไป ทำให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดจนขาดมีค่าเพิ่มขึ้นไม่มาก ที่จุดขาดของเส้นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเค้นกับความเครียดสามารถประเมินหาค่าความต้านทานต่อแรงดึง และความสามารถในการยืดจนขาดได้

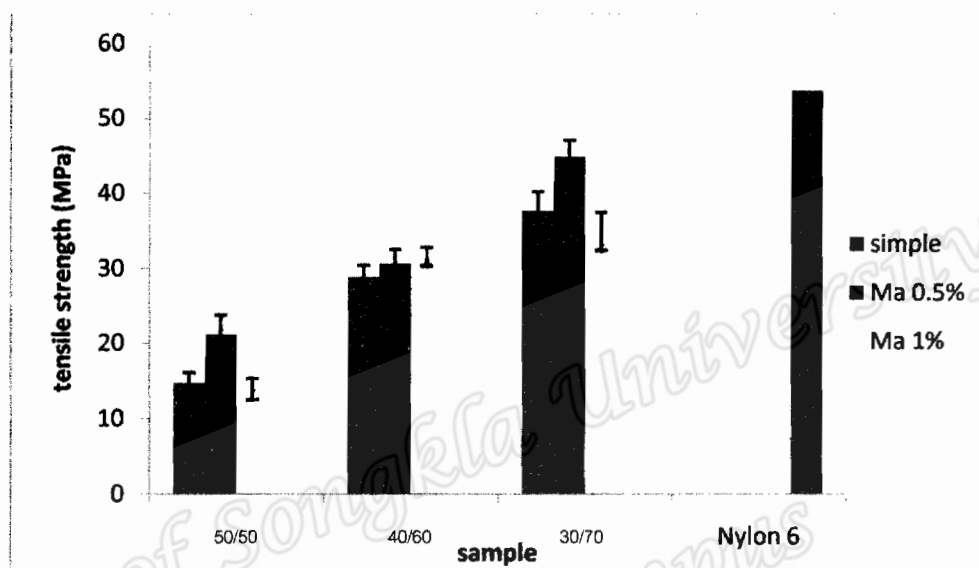
4.5.1.2 ความต้านทานต่อแรงดึงและค่าความสามารถในการยืดจนขาด

นำค่าความเค้นกับความเครียดที่จุดขาดของเส้นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียดประเมินหาค่าความต้านทานต่อแรงดึง และความสามารถในการยืดจนขาดในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 230 240 และ 250°C ซึ่งได้ผลแสดงดังตารางที่ 4.8 4.9 และ 4.10

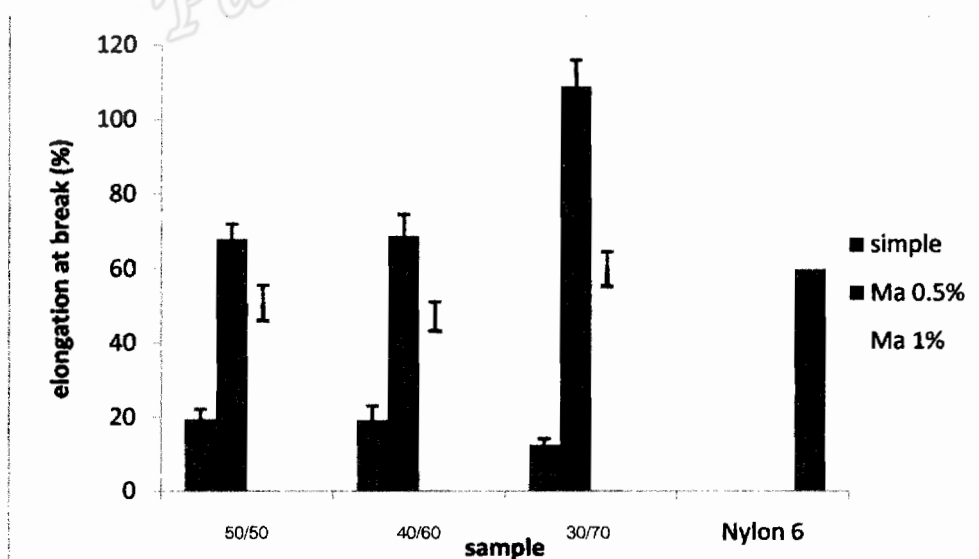
ตารางที่ 4.8 ค่าความต้านทานต่อแรงดึงและค่าความสามารถในการยืดจนขาดของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 230°C

blends ratio of NR-g-HPM/Nylon6	tensile strength (MPa)	elongation at break (%)
50/50 simple	14.77	19.50
50/50 Ma 0.5%	21.19	67.95
50/50 Ma 1%	13.93	50.78
40/60 simple	28.89	19.30
40/60 Ma 0.5%	30.68	68.80
40/60 Ma 1%	31.56	47.10
30/70 simple	37.73	12.52
30/70 Ma 0.5%	44.92	109
30/70 Ma 1%	34.90	59.90
Nylon 6	53.69	56.62

จากตารางที่ 4.8 สามารถเขียนกราฟเปรียบเทียบค่าความต้านทานต่อแรงดึงและค่าความสามารถในการยืดจนขาดของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 230°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ ของคู่เบลนค์ ดังภาพที่ 4.19 และ 4.20



ภาพที่ 4.19 ความต้านทานต่อแรงดึงของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 230°C



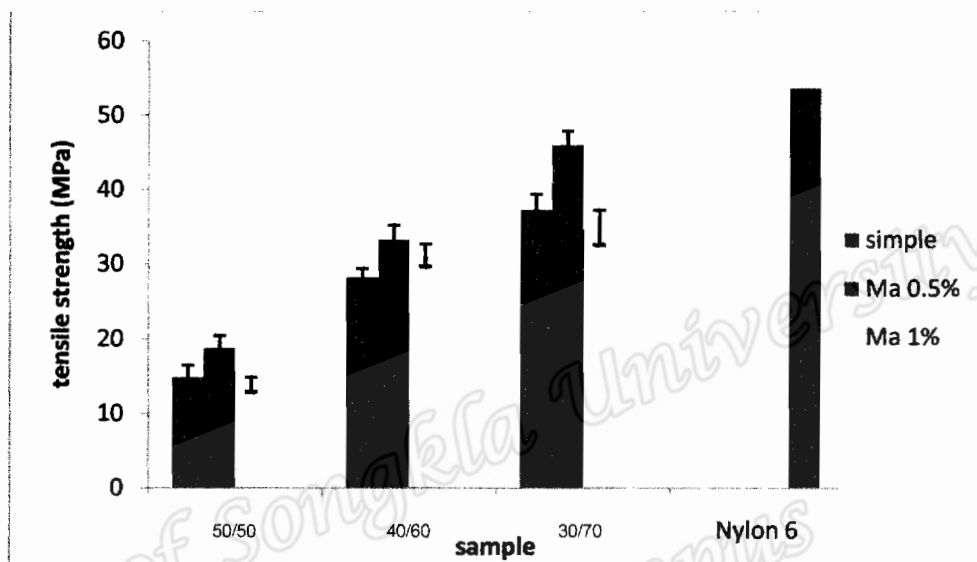
ภาพที่ 4.20 ความสามารถในการยืดจนขาดของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 230°C

จากภาพที่ 4.19 พบว่าความต้านทานต่อแรงดึงของพอลิเมอร์เบลนด์ที่อุณหภูมิ 230°C ในอัตราส่วนต่างๆ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มสัดส่วน Nylon6 โดยที่อัตราส่วนการเบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 เท่ากับ 30/70 ให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงสูงสุด รองลงมาคือ 40/60 และ 50/50 ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากเฟสที่ให้สมบัติด้านความแข็งแรงเป็นเฟสของพลาสติกเมื่ออัตราส่วนของ Nylon6 เพิ่มขึ้นย่อมส่งผลให้สมบัติด้านความแข็งแรงของพอลิเมอร์เบลนด์มีค่าเพิ่มขึ้นด้วย ในภาพที่ 4.20 เมื่อพิจารณาความสามารถในการยืดจนขาดของกลุ่มเบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อุณหภูมิ 230°C พบว่าที่อัตราส่วน 30/70 Ma 0.5% มีความสามารถในการยืดจนขาดสูงสุด ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากปริมาณของเฟสยาง NR-g-HPM ที่เพิ่มขึ้นอาจส่งผลให้อนุภาคยางเกิดการแตกตัวรวมตัวกันเป็นอนุภาคใหญ่ขึ้นในขณะผสม การมีอนุภาคที่ใหญ่ทำให้มีพื้นที่ผิวที่น้อยกว่าขนาดอนุภาคที่เล็ก ทำให้มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างยางและพลาสติกเกิดได้น้อยกว่า เมื่อมีการดึงยึดจึงทำให้เกิดการขาดได้ง่ายกว่า ส่งผลให้ความสามารถในการยืดจนขาดของพอลิเมอร์เบลนด์มีค่าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณของเฟสยาง

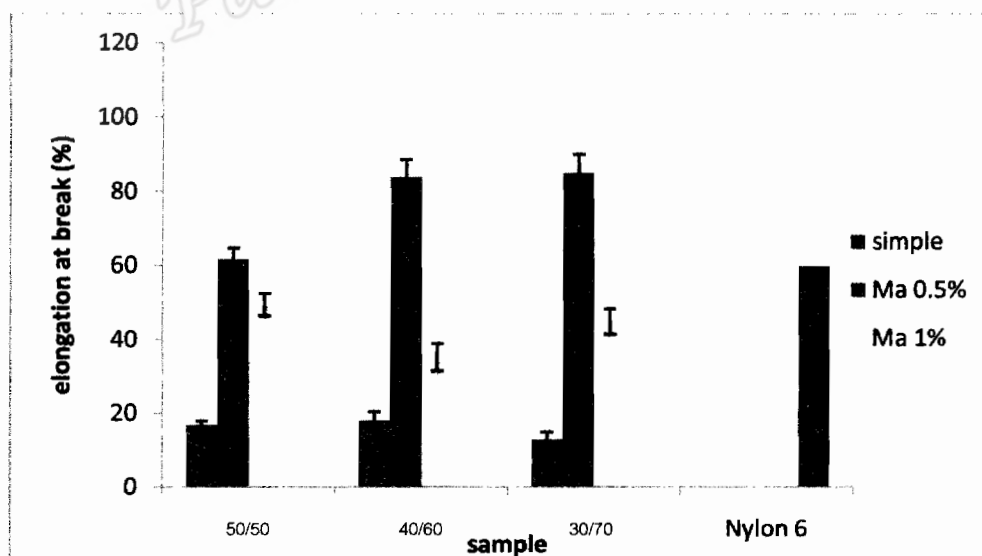
ตารางที่ 4.9 ค่าความต้านทานต่อแรงดึงและค่าความสามารถในการยืดจนขาดของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่างๆ ที่อุณหภูมิ 240°C

blends ratio of NR-g-HPM/Nylon6	tensile strength (MPa)	elongation at break (%)
50/50 simple	14.90	16.90
50/50 Ma 0.5%	18.77	61.65
50/50 Ma 1%	13.87	49.42
40/60 simple	28.29	18.10
40/60 Ma 0.5%	33.29	83.90
40/60 Ma 1%	31.19	35.20
30/70 simple	37.35	13.00
30/70 Ma 0.5%	45.96	85.00
30/70 Ma 1%	34.90	44.92
Nylon 6	53.69	56.62

จากตารางที่ 4.9 สามารถเขียนกราฟเปรียบเทียบค่าความต้านทานต่อแรงดึงและค่าความสามารถในการยืดจนขาดของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 240°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ ของคู่เบลนค์ ดังภาพที่ 4.21 และ 4.22



ภาพที่ 4.21 ความต้านทานต่อแรงดึงของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 240°C



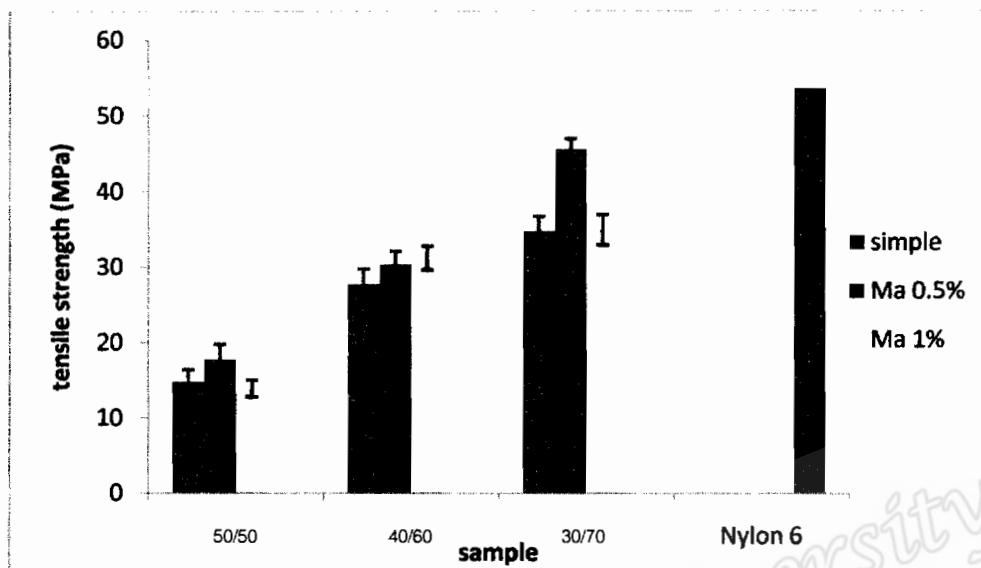
ภาพที่ 4.22 ความสามารถในการยืดจนขาดของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 240°C

จากภาพที่ 4.21 พบว่าความต้านทานต่อแรงดึงของพอลิเมอร์เบลนด์ที่อุณหภูมิ 240°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มสัดส่วน Nylon6 โดยที่อัตราส่วนการเบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 เท่ากับ 30/70 ให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงสูงสุด รองลงมาคือ 40/60 และ 50/50 ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากเฟสที่ให้สมบัติด้านความแข็งแรงเป็นเฟสของพลาสติกเมื่ออัตราส่วนของ Nylon6 เพิ่มขึ้นย่อมส่งผลให้สมบัติด้านความแข็งแรงของพอลิเมอร์เบลนด์มีค่าเพิ่มขึ้นด้วย ในภาพที่ 4.22 เมื่อพิจารณาความสามารถในการยืดจนขาดของกลุ่มเบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 240°C พบว่า ที่อัตราส่วน 30/70 Ma 0.5% และ 40/60 Ma 0.5% มีค่าที่ใกล้เคียงกันและมีความสามารถในการยืดจนขาดสูงสุดตามลำดับ

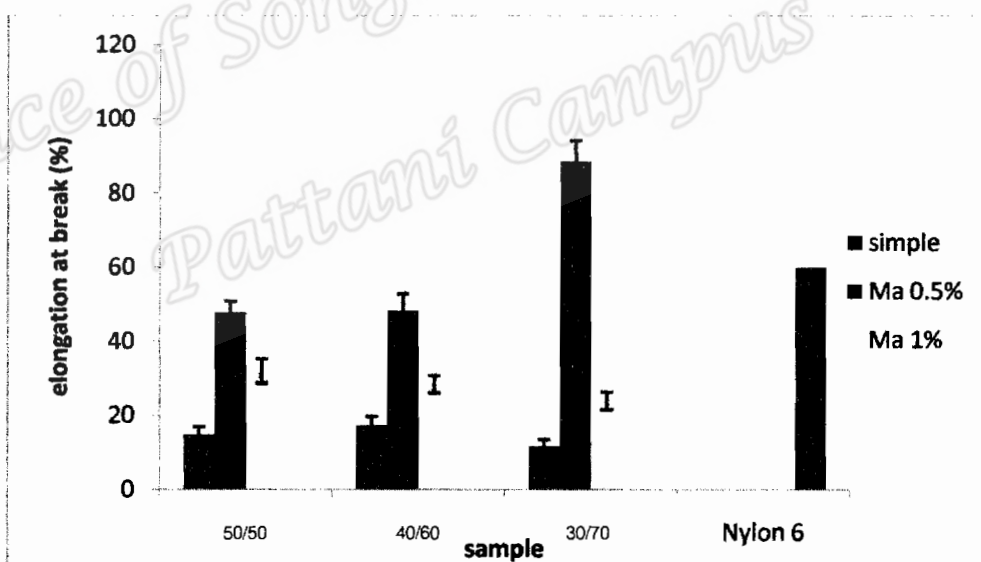
ตารางที่ 4.10 ค่าความต้านทานต่อแรงดึงและค่าความสามารถในการยืดจนขาดของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 250°C

blends Ratio of NR-g-HPM/Nylon6	tensile Strength (MPa)	elongation at break (%)
50/50 simple	14.83	14.88
50/50 Ma 0.5%	17.74	47.85
50/50 Ma 1%	13.87	32.00
40/60 simple	27.76	17.40
40/60 Ma 0.5%	30.35	48.30
40/60 Ma 1%	31.19	28.44
30/70 simple	34.75	11.82
30/70 Ma 0.5%	45.56	88.60
30/70 Ma 1%	34.90	23.96
Nylon 6	53.69	56.62

จากตารางที่ 4.10 สามารถเขียนกราฟเปรียบเทียบค่าความต้านทานต่อแรงดึงและค่าความสามารถในการยืดจนขาดของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 250°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ ของกลุ่มเบลนด์ ดังภาพที่ 4.23 และ 4.24



ภาพที่ 4.23 ความต้านทานต่อแรงดึงของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 250°C



ภาพที่ 4.24 ความสามารถในการยืดจนขาดของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 250°C

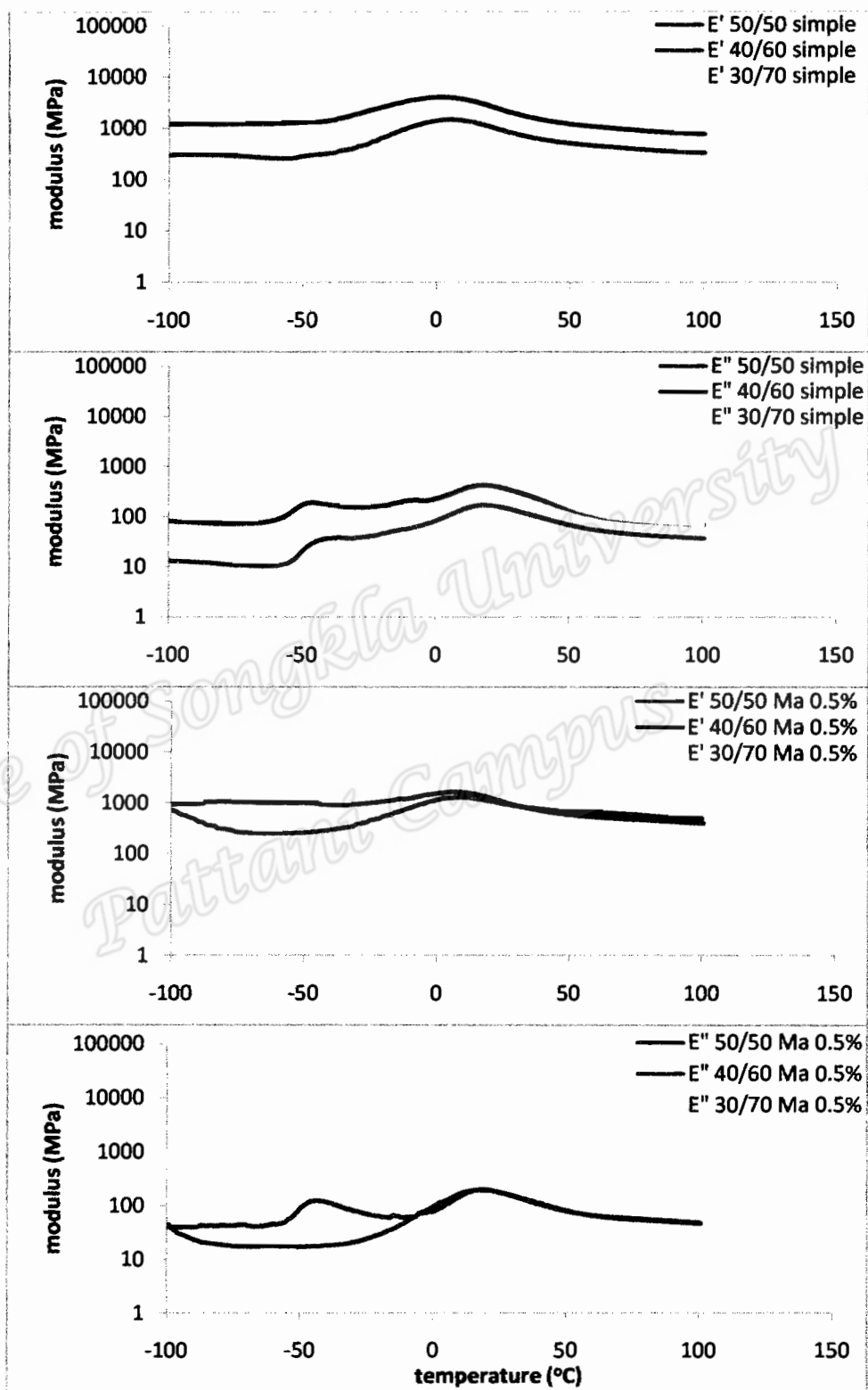
จากภาพที่ 4.23 พบว่าความต้านทานต่อแรงดึงของพอลิเมอร์เบลนค์ที่อุณหภูมิ 250°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มสัดส่วน Nylon6 โดยที่อัตราส่วนการเบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 เท่ากับ 30/70 ให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงสูงที่สุด รองลงมาคือ 40/60 และ

50/50 ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากเฟสที่ให้สมบัติด้านความแข็งแรงเป็นเฟสของพลาสติกเมื่ออัตราส่วนของ Nylon6 เพิ่มขึ้นย่อมส่งผลให้สมบัติด้านความแข็งแรงของพอลิเมอร์เบลนด์มีค่าเพิ่มขึ้นด้วย ในภาพที่ 4.24 เมื่อพิจารณาความสามารถในการยืดจนขาดของกลุ่มเบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 250°C พบว่าที่อัตราส่วน 30/70 Ma 0.5% มีค่าความสามารถในการยืดจนขาดสูงสุด อธิบายดังภาพที่ 4.19

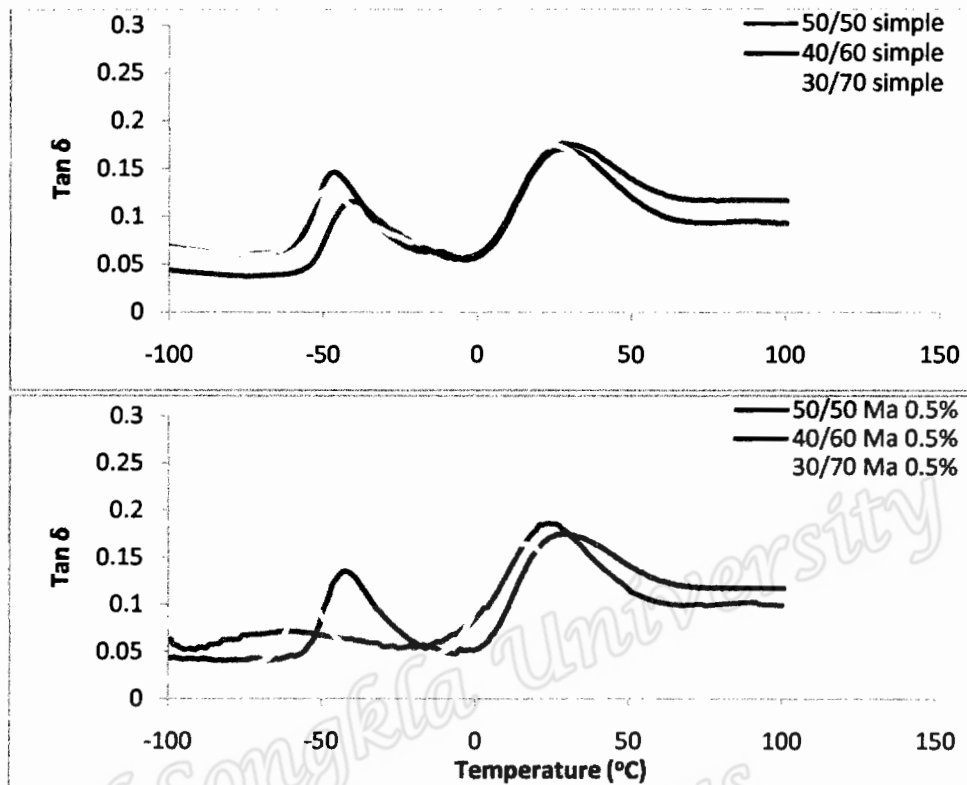
4.5.2 สมบัติเชิงกลแบบพลวัตของพอลิเมอร์เบลนด์โดยกระบวนการรีแอกทีฟเบลนด์

นำพอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมได้จากการเบลนด์ NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 230 240 และ 250°C ในอัตราส่วน 50/50 40/60 และ 30/70 ไปทดสอบสมบัติพลวัตด้วยเครื่อง DMTA ตามวิธีการทดลองในหัวข้อ 3.3.7.3 ได้ผลการทดลองดังภาพที่ 4.25, 4.26, 4.27, 4.28, 4.29 และ 4.30 ดังนี้

Prince of Songkla University
Pattani Campus

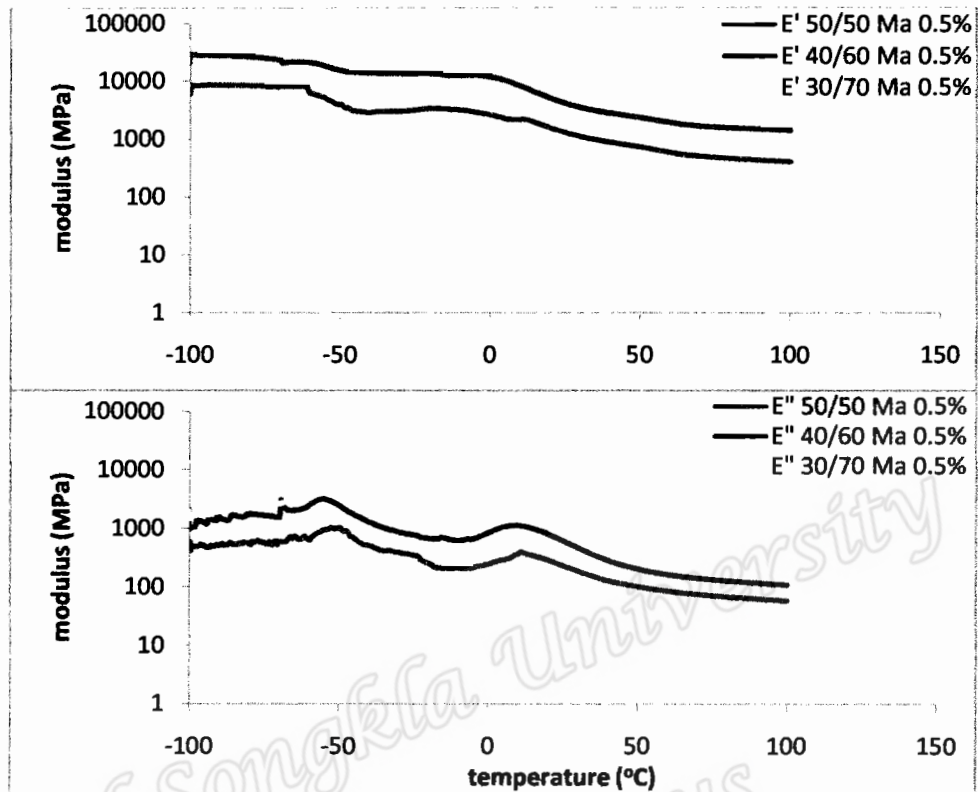


ภาพที่ 4.25 ความสัมพันธ์ระหว่างค่ามอดูลัสกับอุณหภูมิของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 เมื่อแปรสัดส่วนการเบลนค์ ที่อุณหภูมิ 230°C

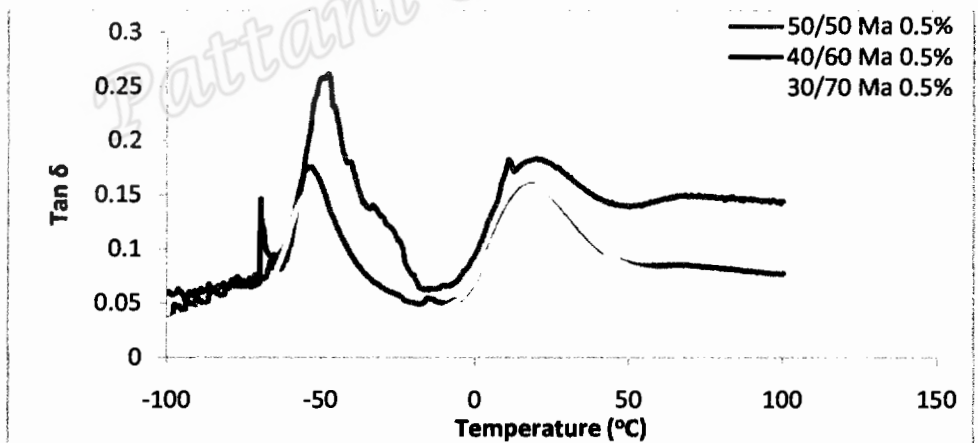


ภาพที่ 4.26 ความสัมพันธ์ระหว่างค่า Tan δ กับอุณหภูมิของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 เมื่อแปรอัตราส่วนการเบลนค์ ที่อุณหภูมิ 230°C

จากภาพที่ 4.25 และ 4.26 พบว่าค่ามอดูลัสสะสมของเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 230°C มีการเปลี่ยนแปลง 2 ช่วง คือ ช่วงแรกเป็นการเปลี่ยนแปลงของยางธรรมชาติคัดแปลงด้วย HPM ซึ่งจะเป็นกลาสทรานซิชัน T_g ของยางเบลนค์ ส่วนการเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิที่สูงขึ้นเป็นช่วงการเปลี่ยนแปลง T_g ของไนลอน6 ซึ่งสัมพันธ์กับเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์ที่มีเฟสยางและเฟสพลาสติก เมื่อพิจารณาค่า T_g ของยางพบว่าค่า T_g มีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มสัดส่วนของยางธรรมชาติคัดแปลงด้วย HPM เนื่องจาก T_g ของยางธรรมชาติคัดแปลงมีค่าต่ำ ดังนั้นเมื่อสัดส่วนของยางเพิ่มขึ้น ค่า T_g ของยางจึงต่ำลงด้วย ซึ่งการที่พอลิเมอร์มีค่า T_g ต่ำ แสดงถึงความเป็นอสัณฐานที่สูง สามารถที่จะเคลื่อนไหวสายโซ่ได้ง่ายและมีความยืดหยุ่นสูงสามารถเก็บสะสมพลังงานไว้บนสายโซ่ได้สูง



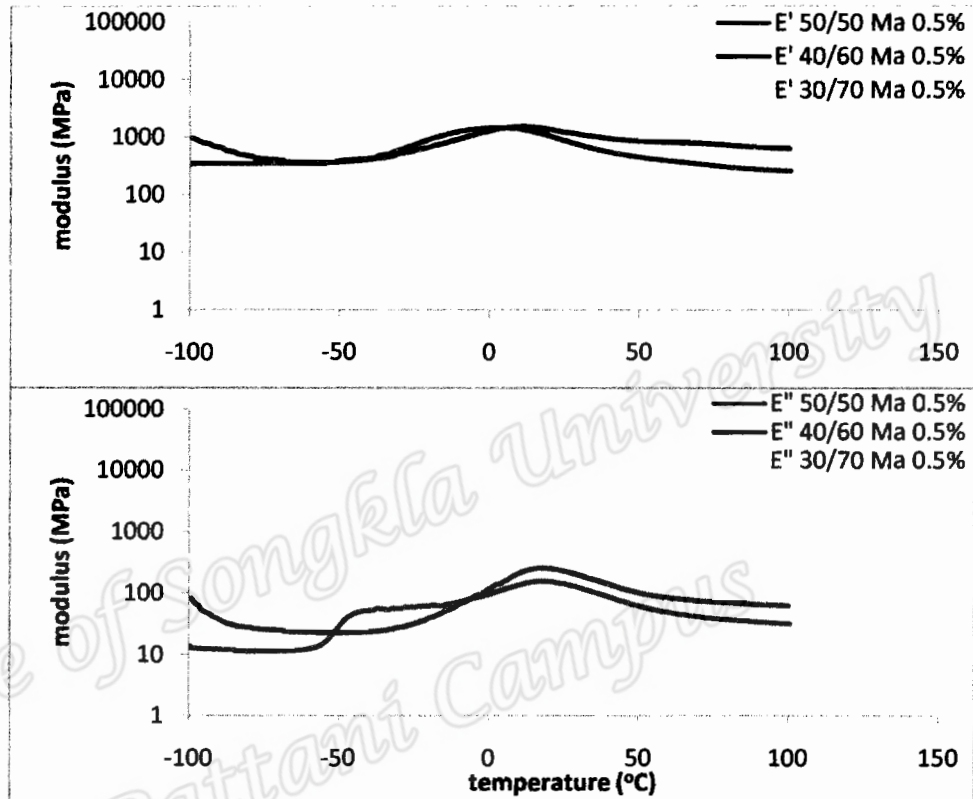
ภาพที่ 4.27 ความสัมพันธ์ระหว่างค่ามอดูลัสกับอุณหภูมิของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 เมื่อแปรสัดส่วนการเบลนด์ ที่อุณหภูมิ 240°C



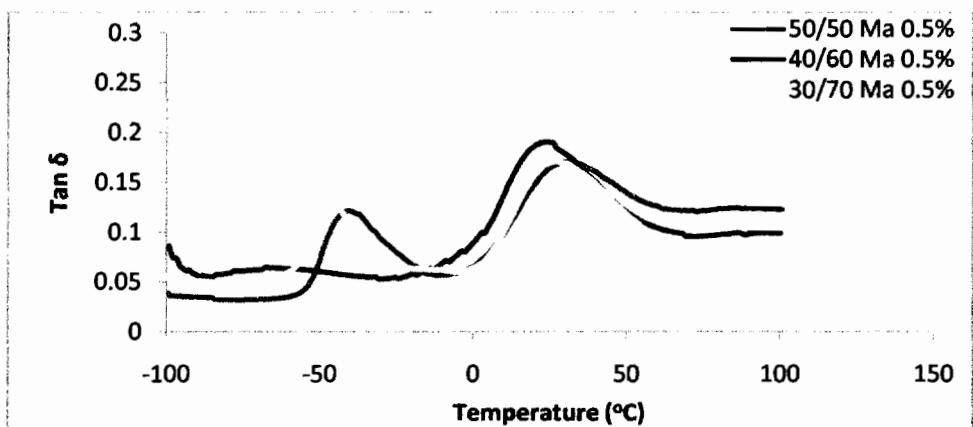
ภาพที่ 4.28 ความสัมพันธ์ระหว่างค่า Tan δ กับอุณหภูมิของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 เมื่อแปรอัตราส่วนการเบลนด์ ที่อุณหภูมิ 240°C

จากภาพที่ 4.27 และ 4.28 พบว่าค่ามอดูลัสสะสมของพอลิเมอร์เบลนด์ที่อุณหภูมิ 240°C มีการเปลี่ยนแปลง 2 ช่วง ช่วงแรกเป็นการเปลี่ยนแปลงของยางธรรมชาติดัดแปลงด้วย HPM ซึ่งจะ เป็นกลาสทรานซิชัน (T_g) ของยางเบลนด์ ส่วนการเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิที่สูงขึ้นเป็นช่วง T_g ของ

ไนลอน6 ซึ่งสัมพันธ์กับพอลิเมอร์เบลนด์ที่มีเฟสยางและเฟสพลาสติก โดยค่ามอดูลัสจะสมมีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นเป็นผลมาจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นทำให้เกิดการเคลื่อนไหวของโมเลกุลได้มากขึ้น



ภาพที่ 4.29 ความสัมพันธ์ระหว่างค่ามอดูลัสกับอุณหภูมิของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 เมื่อแปรสัดส่วนการเบลนด์ ที่อุณหภูมิ 250°C



ภาพที่ 4.30 ความสัมพันธ์ระหว่างค่า Tan delta กับอุณหภูมิของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 เมื่อแปรอัตราส่วนการเบลนด์ ที่อุณหภูมิ 250°C

จากภาพที่ 4.29 และ 4.30 พบว่าค่ามอดูลัสสะสมของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 โดยการแปรอัตราส่วนการเบลนค์ ที่อุณหภูมิ 250°C ค่ามอดูลัสมีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มสัดส่วนของยางธรรมชาติ ทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิทำให้สายโซ่โมเลกุลสามารถที่จะเคลื่อนไหวได้ง่ายขึ้น ซึ่งเมื่อพิจารณาค่า T_g ของยางพบว่าค่า T_g ของยางที่สัดส่วนการเบลนค์ 40/60 มีค่า T_g ต่ำที่สุดซึ่งการที่พอลิเมอร์มีค่า T_g ต่ำ แสดงถึงความเป็นสถานะที่สูงสามารถที่จะเคลื่อนไหวสายโซ่ได้ง่ายและมีความยืดหยุ่นสูงสามารถเก็บสะสมพลังงานไว้บนสายโซ่ได้สูง

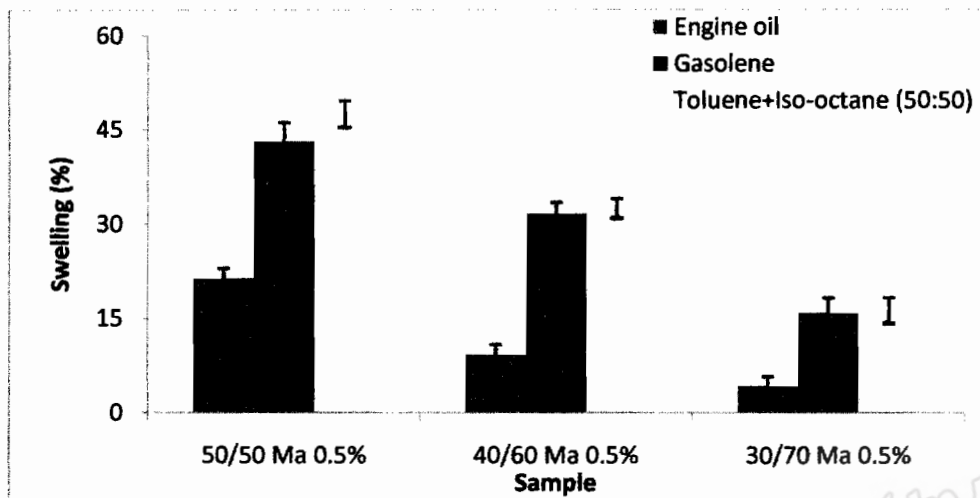
4.5.3 ความต้านทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนค์โดยกระบวนการรีแอกทีฟเบลนค์

ทดสอบสมบัติความต้านทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนค์ที่เตรียมจากการเบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 อัตราส่วน 50/50 40/60 และ 30/70 ที่อุณหภูมิ 230 240 และ 250°C โดยทดสอบในภาพแบบของการวัดระดับการบวมพองในตัวทำละลายต่าง ๆ ได้แก่ สารละลายผสมของไอโซออกเทนกับโทลูอีน (อัตราส่วน 1:1) น้ำมันเครื่อง และน้ำมันดีเซล ได้ผลการทดลองระดับการบวมพองในตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 4.11 4.12 และ 4.13 ดังนี้

ตารางที่ 4.11 การบวมพองในตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนค์ที่เตรียมจากการเบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 230°C

Sample	Swelling (%)		
	Engine oil	Gasolene	Toluene + Iso-octane (50:50)
50/50 Ma 0.5%	21.43	43.18	47.5
40/60 Ma 0.5%	9.3	31.71	32.5
30/70 Ma 0.5%	4.34	15.9	16.28

จากตารางที่ 4.11 สามารถเขียนกราฟเปรียบเทียบความต้านทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่ อุณหภูมิ 230°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ ดังภาพที่ 4.31



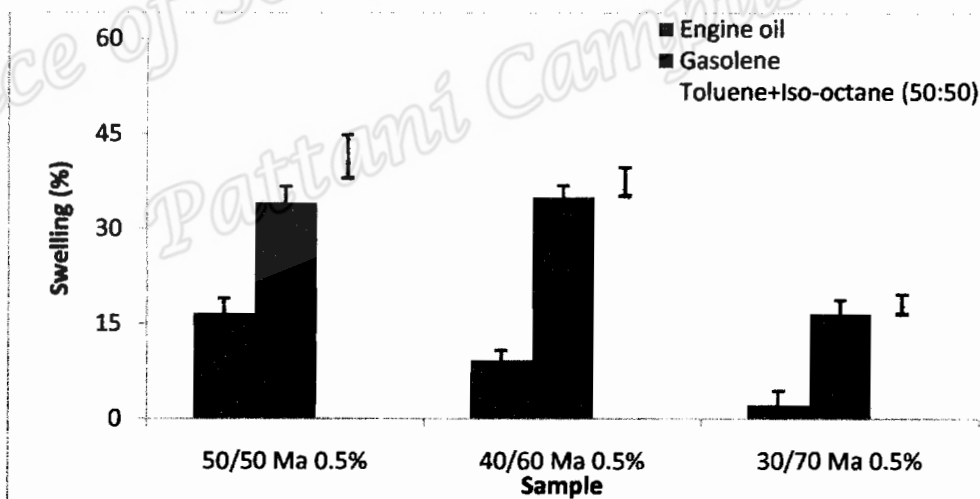
ภาพที่ 4.31 ความต้านทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 230°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ

จากตารางที่ 4.11 และภาพที่ 4.31 ได้ผลว่าระดับการบวมพองของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 230°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ ตัวทำละลายผสมระหว่างไอโซออกเทน กับโทลูอิน มีระดับการบวมพองสูงกว่าในตัวทำละลายชนิดอื่นและพบว่าระดับการบวมตัวสูงขึ้นตามการเพิ่มปริมาณของธรรมชาติที่คัดแปลงโมเลกุลด้วย HPM เนื่องจากการเพิ่มปริมาณข้างจะเพิ่มสัดส่วนที่ไม่มีขี้ของข้าง และเพิ่มส่วนอสังฐานของโมเลกุลพอลิเมอร์ในระบบจึงมีผลทำให้ตัวทำละลายที่ไม่มีขี้สามารถแทรกเข้าไประหว่างสายโซ่โมเลกุลพอลิเมอร์ได้มากขึ้น ในทางตรงกันข้ามหากเพิ่มปริมาณไนลอน6 ซึ่งมีขี้และตกผลึก จะขัดขวางไม่ให้ตัวทำละลายแทรกตัวระหว่างโมเลกุลทำให้เกิดการบวมพองได้

ตารางที่ 4.12 การบวมพองในตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมจากการเบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 240°C

Sample	Swelling (%)		
	Engine oil	Gasolene	Toluene + Iso-octane (50:50)
50/50 Ma 0.5%	16.66	34.15	41.46
40/60 Ma 0.5%	9.3	35	37.5
30/70 Ma 0.5%	2.27	16.66	18.16

จากตารางที่ 4.12 สามารถเขียนกราฟเปรียบเทียบความต้านทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่ อุณหภูมิ 240°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ ดังภาพที่ 4.32



ภาพที่ 4.32 ความต้านทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 240°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ

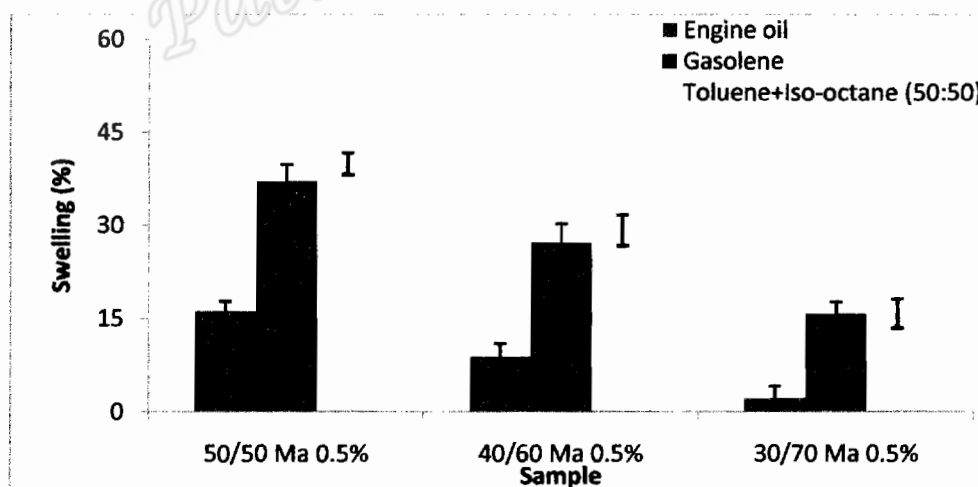
จากตารางที่ 4.12 และภาพที่ 4.32 พบว่าระดับการบวมพองของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 240°C อัตราส่วนต่าง ๆ ในตัวทำละลายผสมระหว่างไอโซออกเทน

กับโทลูอีน มีระดับการบวมพองสูงที่สุด รองลงมาคือน้ำมันดีเซล และน้ำมันเครื่องตามลำดับ พบว่าระดับการบวมตัวสูงขึ้นตามการเพิ่มปริมาณทางธรรมชาติที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วย HPM

ตารางที่ 4.13 การบวมพองในตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนค์ที่เตรียมจากการเบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 250°C

Sample	Swelling (%)		
	Engine oil	Gasolene	Toluene + Iso-octane (50:50)
50/50 Ma 0.5%	16.27	37.2	40
40/60 Ma 0.5%	8.88	27.27	29.27
30/70 Ma 0.5%	2.22	15.9	15.9

จากตารางที่ 4.13 สามารถเขียนกราฟเปรียบเทียบความต้านทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่ อุณหภูมิ 250°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ ดังภาพที่ 4.33

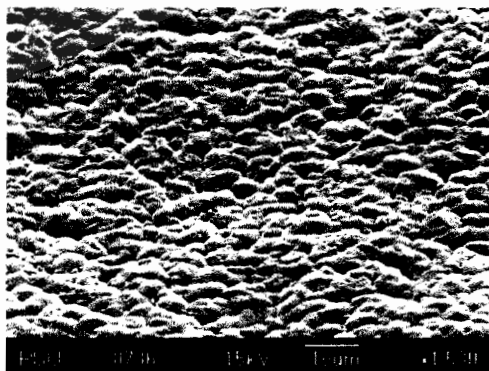


ภาพที่ 4.33 ความต้านทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 250°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ

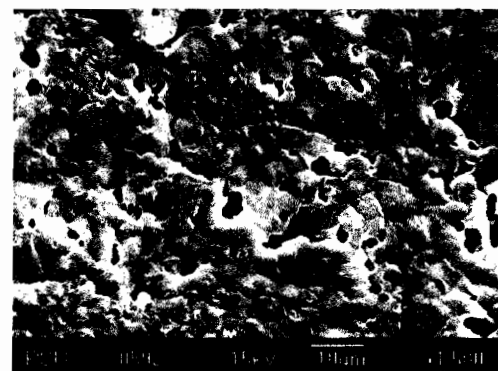
จากตารางที่ 4.13 และภาพที่ 4.33 พบว่าระดับการบวมพองของพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 250°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ ตัวทำละลายน้ำมันเครื่อง มีระดับการบวมพองต่ำกว่าในตัวทำละลายชนิดอื่นและพบว่าระดับการบวมตัวต่ำลงตามการเพิ่มปริมาณไนลอน6 พอลิเมอร์เบลนค์ที่อุณหภูมิ 230 240 และ 250°C ให้ผลการบวมพองในลักษณะเดียวกัน

4.5.4 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์เบลนค์โดยกระบวนการรีแอกทีฟเบลนค์

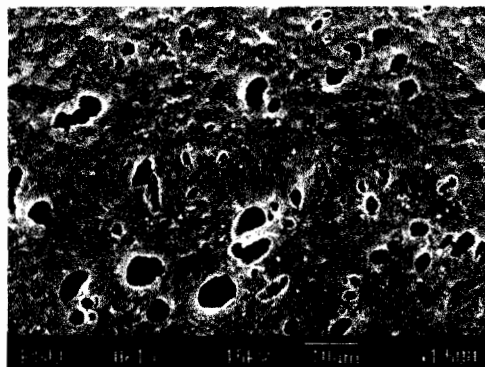
ลักษณะสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์เบลนค์ที่เตรียมจากการเบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่อัตราส่วนการเบลนค์ 50/50 40/60 และ 30/70 อุณหภูมิ 230 240 และ 250°C โดยใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ คือมาลิกแอนไฮไดรด์ และ Perkadox 14 วิเคราะห์โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน เพื่อดูลักษณะการกระจายตัวและขนาดของอนุภาคยางธรรมชาติคัดแปลงด้วย HPM ในเฟสของไนลอน6 เตรียมชิ้นทดสอบทำการแช่ชิ้นทดสอบในไนโตรเจนเหลวแล้วหักผิวดังข้างเพื่อให้เกิดการเปิดผิวใหม่ หลังจากนั้นนำชิ้นทดสอบไปต้มในกรดฟอร์มิกที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 15 วินาที เพื่อสกัดเอาเฟสของพลาสติกออก นำชิ้นทดสอบไปอบที่อุณหภูมิ 40 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อระเหยเอาตัวทำละลายออก เมื่อชิ้นทดสอบแห้ง นำไปเคลือบผิวด้วยทองคำ ภายใต้สภาวะสุญญากาศตามวิธีการทดลองในหัวข้อ 3.3.7.5 แล้วนำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน ที่กำลังขยาย 1500 เท่า ได้ผลการทดลองดังภาพที่ 4.34 4.35 และ 4.36



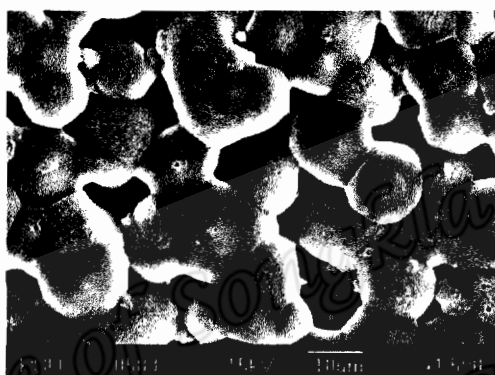
(A) 50/50 simple



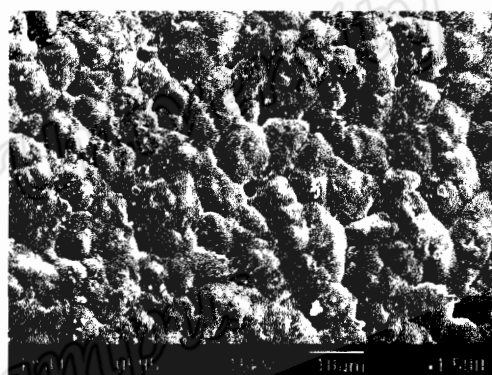
(B) 40/60 simple



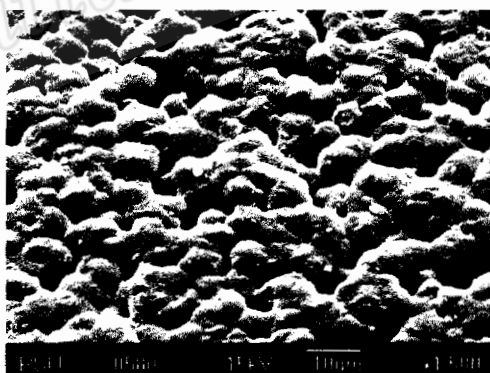
(C) 30/70 simple



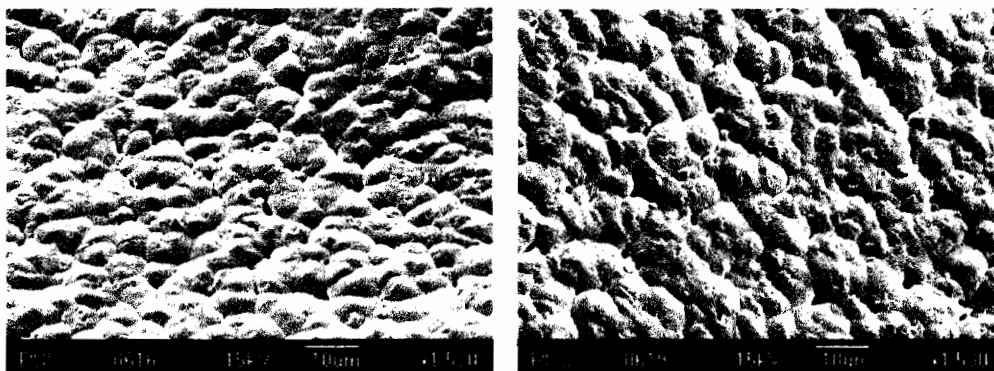
(D) 50/50 Ma 0.5%



(E) 40/60 Ma 0.5%

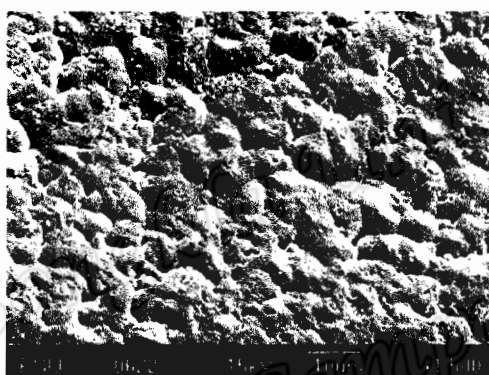


(F) 30/70 Ma 0.5%



(G) 50/50 Ma 1.0%

(H) 40/60 Ma 1.0%

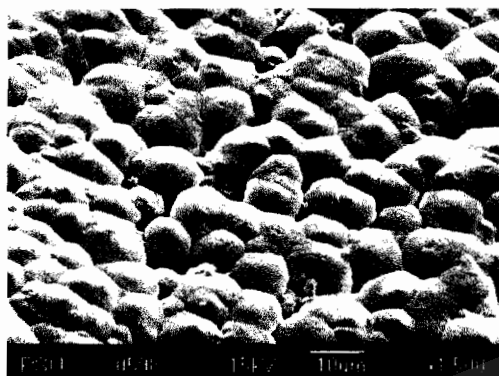


(I) 30/70 Ma 1.0%

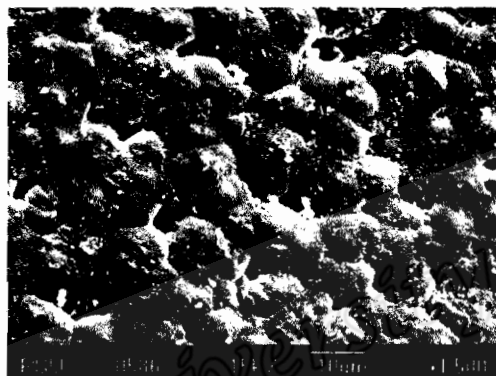
ภาพที่ 4.34 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NR-g-HPM/Nylon6 แปรอัตราส่วนการเบลนด์ ที่อุณหภูมิ 230°C โดยภาพ (A) (B) และ (C) การเบลนด์แบบปกติ ภาพ (D) (E) และ (F) การเบลนด์แบบรีแอกทีฟโดยใช้สารเพิ่มเข้ากันได้ที่ 0.5% และภาพ (G) (H) และ (I) เตรียมการเบลนด์โดยใช้สารเพิ่มเข้ากันได้ที่ 1.0%

จากภาพที่ 4.34 (A) (B) และ (C) เมื่อทำการสกัดเฟสของไนลอน6 ออกคงเหลือเฟสยางธรรมชาติที่ดัดแปลงด้วย HPM ซึ่งพบว่าลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์เบลนด์โดยการเบลนด์แบบปกติในอัตราส่วนต่าง ๆ พบว่าอนุภาคยางที่กระจายอยู่ในเฟสของไนลอน6 มีขนาดเล็กสม่ำเสมอ ร่องรอยของการหลุดบ่งบอกถึงความเข้ากันได้ไม่ดีพอระหว่างยางธรรมชาติดัดแปลงกับไนลอน6 ส่งผลให้สมบัติเชิงกลไม่ดีเนื่องจากความไม่เข้ากันของเฟสยาง และมีแรงดึงดูระหว่างผิวสัมผัสน้อย ภาพ 4.34 (D) (E) และ (F) เป็นการเบลนด์ในอัตราส่วนต่าง ๆ โดยใช้สารเพิ่มเข้ากันได้ที่ 0.5% จากภาพจะเห็นว่า NR-g-HPM/Nylon6 ที่ 30/70 มีอนุภาคยางที่กระจายอยู่ในเฟสของไนลอน6 มีขนาดเล็กและเข้ากันได้ดีที่สุด อนุภาคของยางเล็กลงตามการลดสัดส่วนของยาง

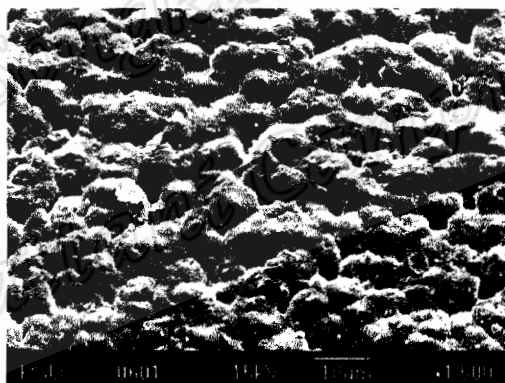
ธรรมชาติดัดแปลง ภาพที่ 4.34 (G) (H) และ (I) เบลนด์โดยใช้สารเพิ่มเข้ากันได้ที่ 1.0% จากภาพจะเห็นว่าในอัตราส่วนต่าง ๆ อนุภาคยางที่กระจายอยู่ในเฟสของไนลอน6 มีขนาดเล็กสม่ำเสมอที่ไม่แตกต่างกัน



(J) 50/50 Ma 0.5%



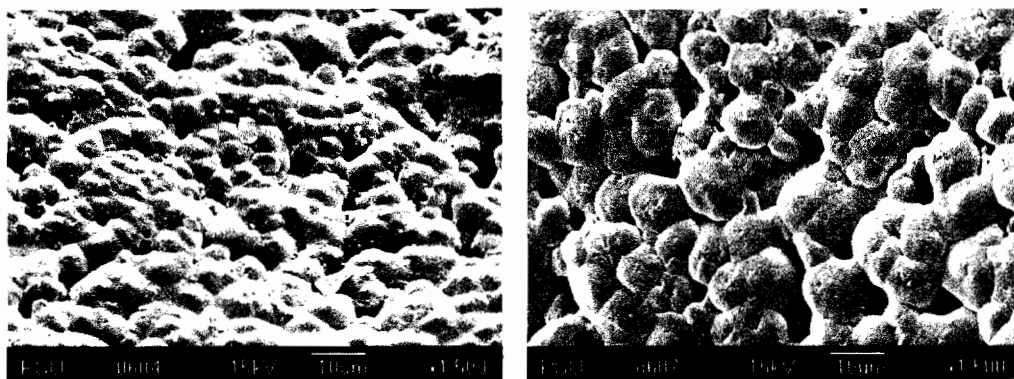
(K) 40/60 Ma 0.5%



(L) 30/70 Ma 0.5%

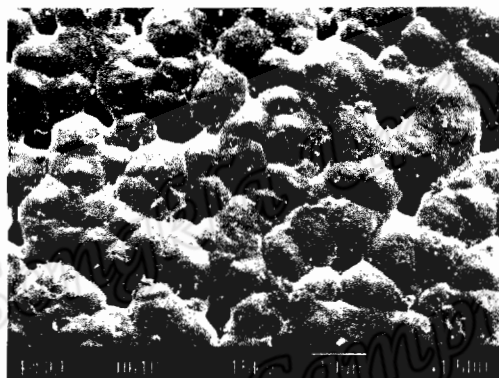
ภาพที่ 4.35 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์เบลนด์โดยกระบวนการรีแอกทีฟเบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 เมื่อแปรอัตราส่วนการเบลนด์ ที่อุณหภูมิ 240°C โดยใช้สารเพิ่มเข้ากันได้ที่ 0.5%

จากภาพที่ 4.35 (J), (K) และ (L) เมื่อทำการสกัดเฟสของไนลอน6 ออกคงเหลือแต่เฟสยางธรรมชาติที่ดัดแปลงด้วย HPM ซึ่งพบว่าลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์เบลนด์ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่าง ๆ มีลักษณะอนุภาคยางที่กระจายอยู่ในเฟสของไนลอน6 ที่คล้ายคลึงกัน โดยมีขนาดการกระจายที่เล็กและสม่ำเสมอ แสดงให้เห็นว่าคู่เบลนด์นี้สามารถเข้ากันได้ดีในทุกอัตราส่วนของการเบลนด์



(M) 50/50 Ma 0.5%

(N) 40/60 Ma 0.5%



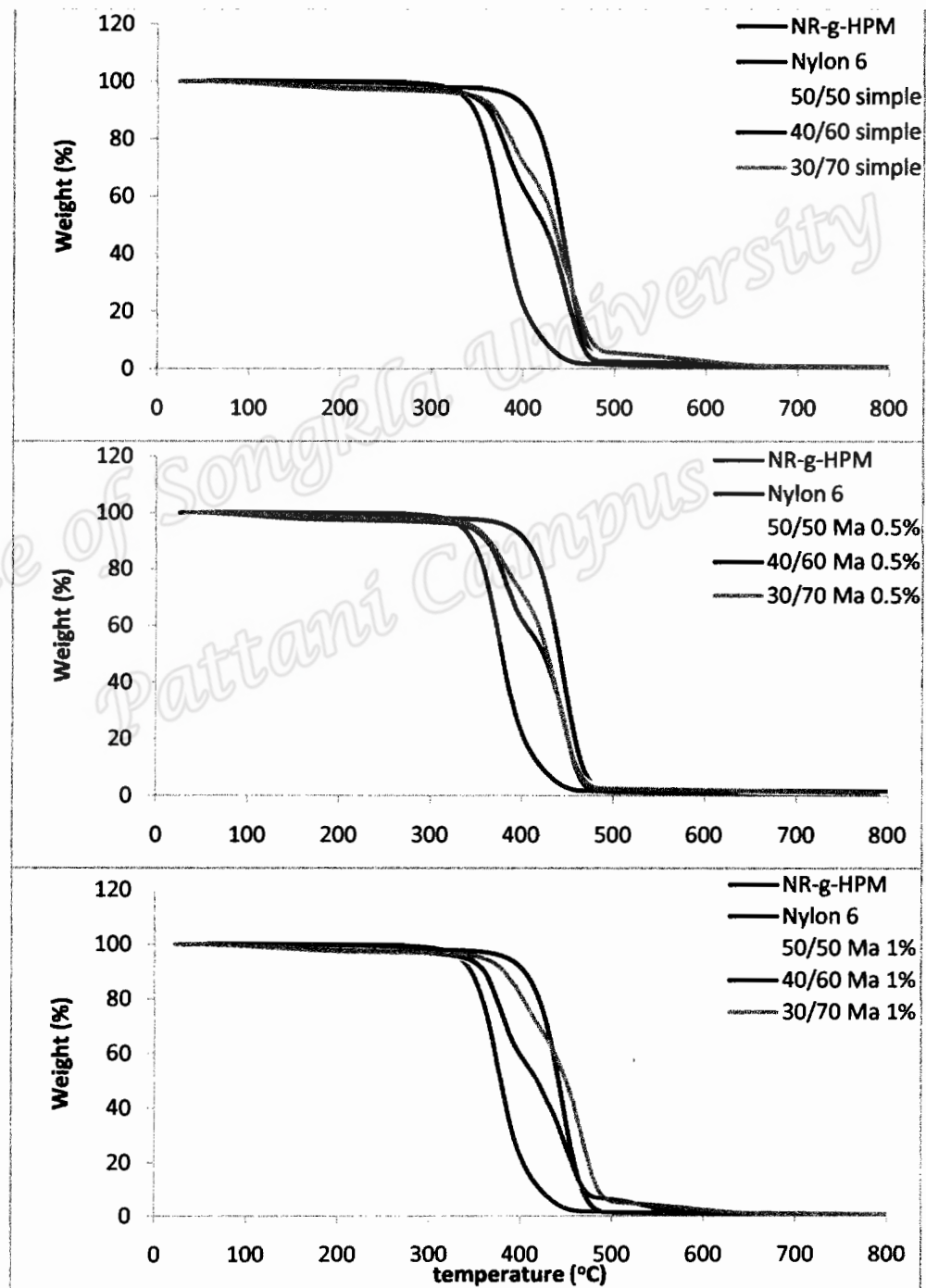
(O) 30/70 Ma 0.5%

ภาพที่ 4.36 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์เบลนด์โดยกระบวนการรีแอคทีฟเบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 เมื่อแปรอัตราส่วนการเบลนด์ที่อุณหภูมิ 250°C โดยใช้สารเพิ่มเข้ากันได้ที่ 0.5%

จากภาพที่ 4.36 (M), (N) และ (O) เมื่อทำการสกัดเฟสของไนลอน6 ออกคงเหลือเฟสยางธรรมชาติที่ดัดแปลงด้วย HPM ซึ่งพบว่าลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์เบลนด์ที่อัตราส่วนต่าง ๆ อนุภาคยางลดลงตามการเพิ่มสัดส่วนของยาง มีลักษณะอนุภาคยางที่กระจายอยู่ในเฟสของไนลอน6 การกระจายตัวของทุกสัดส่วนแสดงให้เห็นว่าคู่เบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 สามารถเข้ากันได้ดี

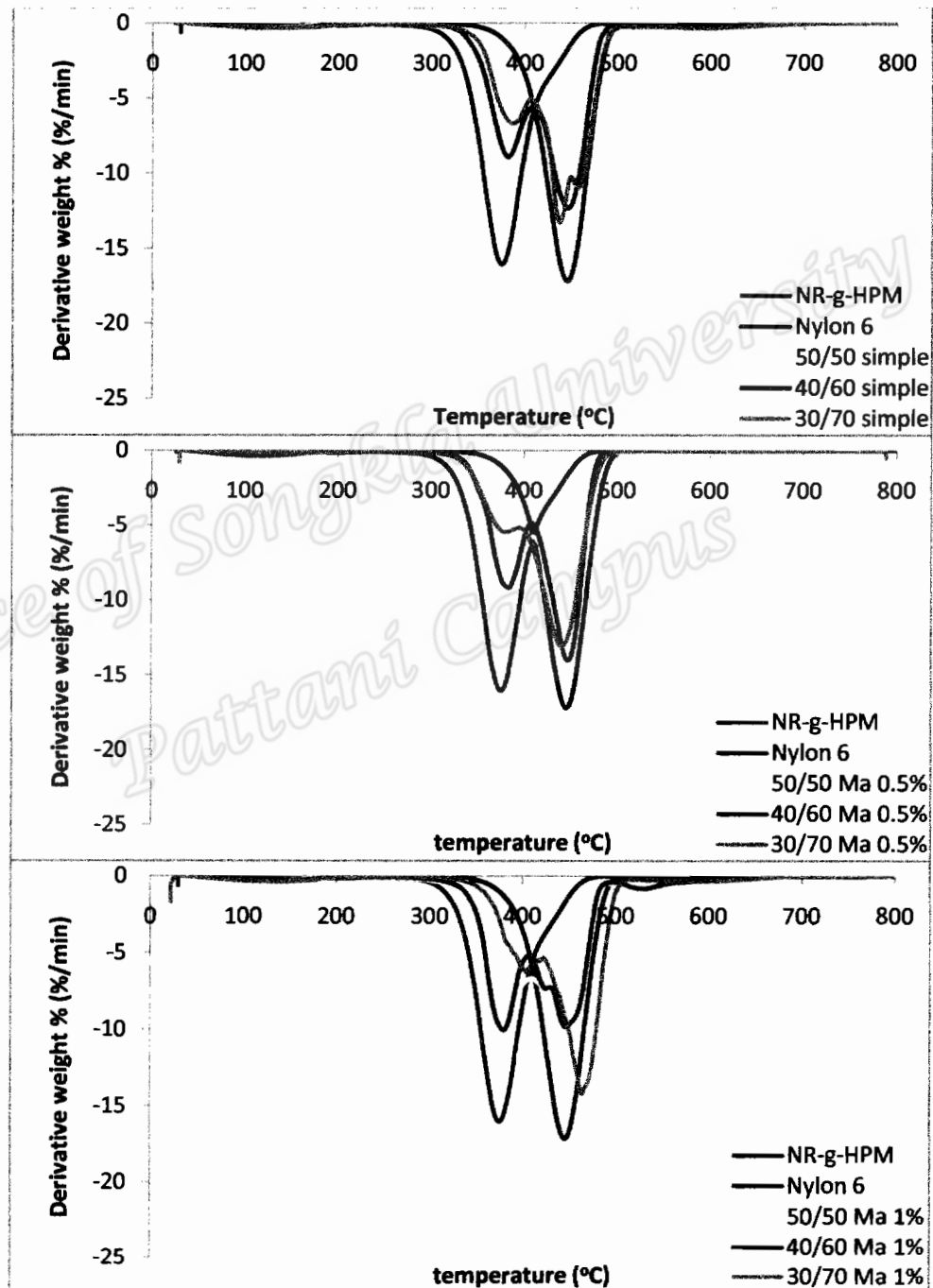
4.5.5 สมบัติเชิงความร้อนของพอลิเมอร์เบลนด์โดยกระบวนการรีแอกทีฟเบลนด์

นำพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 230 240 และ 250°C ในอัตราส่วนต่าง ๆ ไปวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค TGA ตามวิธีการทดลองในหัวข้อ 3.3.7.6 โดยทำการทดสอบภายใต้สภาวะก๊าซไนโตรเจน ได้ผลดังแสดงในภาพที่ 4.37 และ 4.38



ภาพที่ 4.37 เทอร์โมแกรม TGA ของพอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมจาก NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 230°C ที่แปรอัตราส่วนขางต่อพลาสติกเปรียบเทียบกับไนลอน6

จากภาพที่ 4.37 พบว่าน้ำหนักของพอลิเมอร์แต่ละตัวอย่าง จะลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น จากเทอร์โมแกรมที่แสดงน้ำหนักของพอลิเมอร์แต่ละตัวอย่างที่สลายไป ทำให้สามารถหาอุณหภูมิสลายตัวของแต่ละตัวอย่าง ได้ดังภาพที่ 4.38 และตารางที่ 4.14



ภาพที่ 4.38 เทอร์โมแกรม DTG ของพอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมจาก NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 230°C ที่แปรอัตราส่วนยางต่อพลาสติกเปรียบเทียบกับไนลอน6

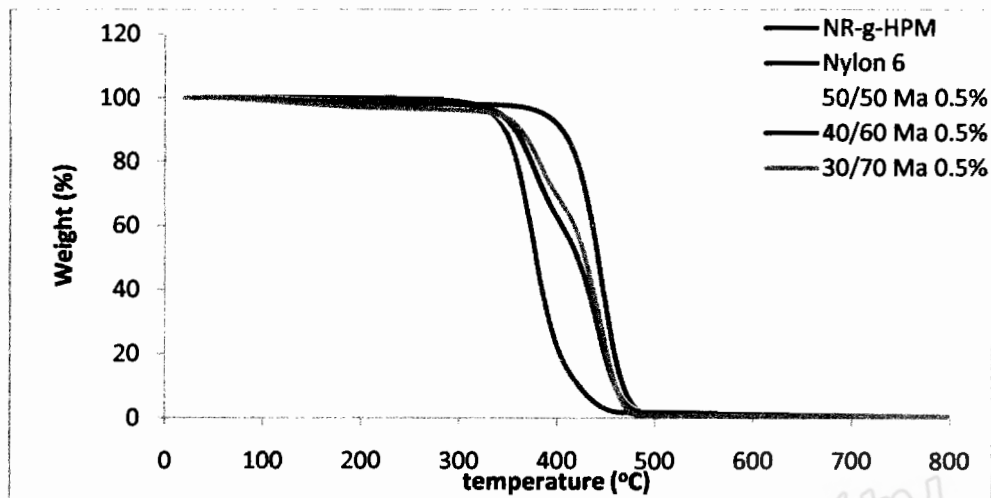
ตารางที่ 4.14 แสดงอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์เบลนค์เมื่อแปรอัตราส่วนที่อุณหภูมิ 230°C

Sample	Decomposition temperature (T_p) (°C)*	
	1 st step	2 nd step
50/50 Physical	378.40	439.29
50/50 Ma 0.5%	377.94	441.40
50/50 Ma 1%	370.09	439.59
40/60 Physical	378.54	442.79
40/60 Ma 0.5%	377.82	444.15
40/60 Ma 1%	375.81	443.14
30/70 Physical	380.53	435.82
30/70 Ma 0.5%	372.72	437.24
30/70 Ma 1%	398.39	462.84
Nylon 6	-	441.28

* T_p คือ อุณหภูมิการสลายตัวที่อ้างอิงจากพีคของ Derivative weight (%) (DTG) ซึ่งมีอัตราการสลายตัวของพอลิเมอร์สูงที่สุด

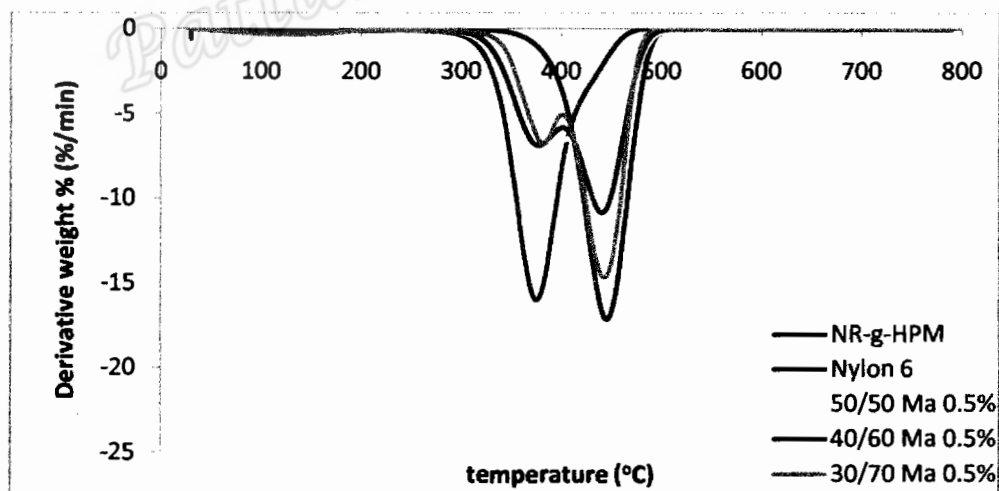
จากภาพที่ 4.38 และตารางที่ 4.14 พบว่าเกิดการสลายตัวเป็นสองขั้น นั่นคือขั้นแรกเป็นการสลายตัวของเฟสยางธรรมชาติดัดแปลง และขั้นที่สองเป็นการสลายตัวของเฟสไนลอน6 เมื่อพิจารณาในเฟสของยางพบว่า การเบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่สัดส่วน 30/70 Ma 1% มีอุณหภูมิการสลายตัวที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากมีสัดส่วนของไนลอน6 มากขึ้น ทำให้ปริมาณพันธะคู่ซึ่งว่องไวต่อความร้อนน้อยลง ความเป็นขั้วจะทำให้มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลที่สูง ทำให้สลายตัวได้ยากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับสัดส่วนอื่น ๆ เมื่อพิจารณาในเฟสของพลาสติกพบว่าสัดส่วน 30/70 Ma 1% มีอุณหภูมิการสลายตัวที่สูงกว่าสัดส่วนอื่นเช่นเดียวกัน

นำพอลิเมอร์เบลนค์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 240°C ไปวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค TGA ได้ผลแสดงดังภาพที่ 4.39



ภาพที่ 4.39 เทอร์โมแกรม TGA ของพอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมจาก NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 240°C ที่แปรอัตราส่วนยางต่อพลาสติกเปรียบเทียบกับไนลอน6

จากภาพที่ 4.39 พบว่าน้ำหนักของพอลิเมอร์แต่ละตัวอย่าง จะลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น จากเทอร์โมแกรมที่แสดงน้ำหนักของพอลิเมอร์แต่ละตัวอย่างที่สลายไป ทำให้สามารถหาอุณหภูมิสลายตัวของแต่ละตัวอย่างได้ดังภาพที่ 4.40 และตารางที่ 4.15



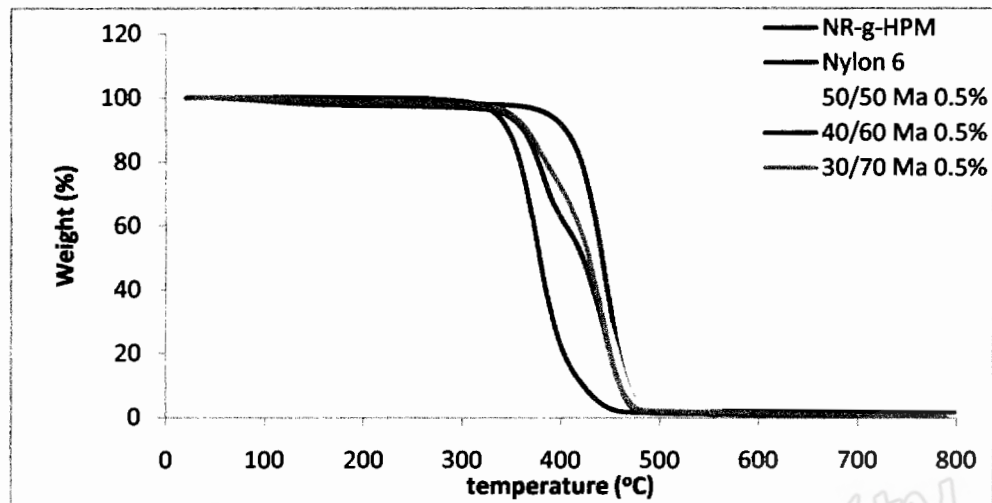
ภาพที่ 4.40 เทอร์โมแกรม DTG ของพอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมจาก NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 240°C ที่แปรอัตราส่วนยางต่อพลาสติกเปรียบเทียบกับไนลอน6

ตารางที่ 4.15 แสดงอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์เบลนด์เมื่อแปรอัตราส่วนที่อุณหภูมิ 240°C

Sample	Decomposition temperature (T_p) (°C)*	
	1 st step	2 nd step
50/50 Ma 0.5%	372.41	435.56
40/60 Ma 0.5%	371.88	436.83
30/70 Ma 0.5%	378.71	439.92

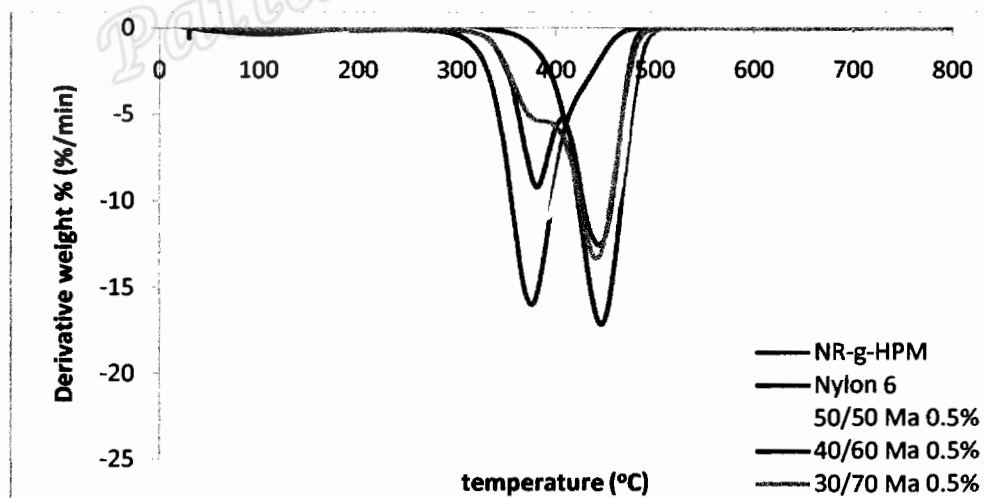
จากภาพที่ 4.40 และตารางที่ 4.15 พบว่าเกิดการสลายตัวเป็นสองขั้น นั่นคือขั้นแรกเป็นการสลายตัวของเฟสยาง และขั้นที่สองเป็นการสลายตัวของเฟสพลาสติก เมื่อพิจารณาในเฟสของยางพบว่า การเบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ที่สัดส่วน 30/70 มีอุณหภูมิการสลายตัวที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากมีสัดส่วนของไนลอน6 มากขึ้น ทำให้ปริมาณพันธะคู่ซึ่งไวต่อความร้อนน้อยลงความเป็นขั้วจะทำให้มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลที่สูง ทำให้สลายตัวได้ยากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับสัดส่วนอื่น ๆ เมื่อพิจารณาในเฟสของพลาสติกพบว่าสัดส่วน 30/70 Ma มีอุณหภูมิการสลายตัวที่สูงกว่าสัดส่วนอื่น

นำพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง NR-g-HPM/Nylon6 ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 250°C ไปวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค TGA ได้ผลแสดงดังภาพที่ 4.41



ภาพที่ 4.41 เทอร์โมแกรม TGA ของพอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมจาก NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 250°C ที่แปรอัตราส่วนยางต่อพลาสติกเปรียบเทียบกับ ไนลอน6

จากภาพที่ 4.41 พบว่าน้ำหนักของพอลิเมอร์แต่ละตัวอย่าง จะลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น จากเทอร์โมแกรมที่แสดงน้ำหนักของพอลิเมอร์แต่ละตัวอย่างที่สลายไป ทำให้สามารถหาอุณหภูมิสลายตัวของแต่ละตัวอย่าง ได้ดังภาพที่ 4.42 และตารางที่ 4.16



ภาพที่ 4.42 เทอร์โมแกรม DTG ของพอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมจาก NR-g-HPM/Nylon6 ที่อุณหภูมิ 250°C ที่แปรอัตราส่วนยางต่อพลาสติกเปรียบเทียบกับ ไนลอน6

ตารางที่ 4.16 แสดงอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์เบลนด์เมื่อแปรอัตราส่วนที่อุณหภูมิ 250°C

Sample	Decomposition temperature (T _p) (°C)*	
	1 st step	2 nd step
50/50 Ma 0.5%	387.78	452.96
40/60 Ma 0.5%	379.27	441.09
30/70 Ma 0.5%	374.54	439.81

จากภาพที่ 4.42 และตารางที่ 4.16 จะพบการสลายตัว 2 ชั้น โดยขั้นแรกเป็นส่วนของยางธรรมชาติดัดแปลงด้วย HPM เกิดการสลายตัวเนื่องจากในโครงสร้างมีส่วนของพันธะคู่ที่ไวต่อความร้อนทำให้เกิดการสลายตัวก่อนไนลอน 6 โดยพบว่า เมื่อปริมาณยางลดลงอุณหภูมิการสลายตัวจะลดลงอาจเนื่องมาจากอุณหภูมิการผสมที่สูงเกินไป ส่วนขั้นที่สองเป็นการสลายตัวของไนลอน 6

Prince of Songkhla University
Pattani Campus