

## รายงานฉบับสมบูรณ์

การเตรียมและสมบัติของโฟมพอลิยูรีเทนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วดัดแปรเพื่อประยุกต์ใช้เป็นวัสดุกันเสียง  
Preparation and properties of polyurethane foam based on modified used palm oil for  
application as sound insulator materials

### คณะนักวิจัย

ดร. นิธินาถ แซ่ตั้ง หัวหน้าโครงการ

ผศ. ดร. อนุวัติ แซ่ตั้ง ผู้ร่วมโครงการ

ผศ. ดร. นายสมบัติ พุทธจักร ผู้ร่วมโครงการ

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากเงินงบประมาณแผ่นดิน (ยุทธศาสตร์รัฐบาล)

ประจำปีงบประมาณ 2558 รหัสโครงการ SCI580774S

ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) ...การเตรียมและสมบัติของโฟมพอลิยูรีเทนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วตัดแปรเพื่อ  
ประยุกต์ใช้เป็นวัสดุกันเสียง

(ภาษาอังกฤษ) ...Preparation and properties of polyurethane foam based on modified  
used palm oil for application as sound insulator materials

### คณะนักวิจัย

**ดร. นิธินาถ แซ่ตั้ง** หัวหน้าโครงการ

ภาควิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีวัสดุ คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่

**ผศ. ดร. อรุณี แซ่ตั้ง** ผู้ร่วมโครงการ

ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี

**ผศ. ดร. นายสมบัติ พุทธิจักร** ผู้ร่วมโครงการ

แผนกวิชาฟิสิกส์ ภาควิชาวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ด้วยความอนุเคราะห์ของกลุ่มแม่ค้าขายของทอด ตลาด  
ศรีตรัง หลังมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อ. หาดใหญ่ จ. สงขลา ที่ให้ความอนุเคราะห์น้ำมันปาล์มใช้  
แล้วในการนำมาสกัดเตรียมเป็นพอลิออลเพื่อเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมโพลิเมอร์

สุดท้ายนี้ผู้วิจัยขอขอบพระคุณครูอาจารย์ทุกท่านที่มอบความรู้ และทักษะด้านต่าง ๆ รวมถึง  
บิดา มารดา และสมาชิกในครอบครัวทุกคน ที่เป็นกำลังใจและให้การสนับสนุนการทำงานวิจัยแก่ผู้วิจัย  
เสมอมา

พฤษภาคม 2561

## บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการดัดแปลงโครงสร้างน้ำมันปาล์มใช้แล้วเป็นพอลิออล โดยใช้เทคนิคแบบขั้นตอนเดียว ผ่านปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันและปฏิกิริยาไฮดรอกซิลเลชัน โดยพอลิออลที่เตรียมได้อยู่ช่วง 100 -250 mgKOH/g ขึ้นกับปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และเวลาในการทำปฏิกิริยา โดยทำการยืนยันโครงสร้างที่ได้ด้วย FT-IR และ  $^1\text{H-NMR}$  โดยทำการศึกษาอิทธิพลของปริมาณไฮดรอกซิลของพอลิออล จากน้ำมันใช้แล้ว อิทธิพลของสัดส่วนผสมระหว่างพอลิออลน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้า (100/0, 95/5, 85/15 และ 75/25) อิทธิพลของไดเอทิลีนไกลคอล (สารขยายสายโซ่) (0, 1, 3 และ 5% โดยน้ำหนักของพอลิออล และศึกษาอิทธิพลของดัชนีไดไอโซไซยานาต (ดัชนี 90, 100, 110 และ 130) จากผลการศึกษาพบว่า ลักษณะเซลล์ของโฟมที่ได้เป็นเซลล์ปิด การเพิ่มปริมาณไฮดรอกซิลของพอลิออล เพิ่มปริมาณไดเอทิลีนไกลคอล และเพิ่มดัชนีไดไอโซไซยานาต จะใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาในการก่อเกิดโฟมนานขึ้น แต่การเพิ่มสัดส่วนของพอลิออลทางการค้าเพิ่มขึ้น จะใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาในการก่อเกิดโฟมเร็วขึ้น ความสูงของโฟมเพิ่มสูงขึ้น โดยทุกปัจจัยจะส่งผลให้สมบัติด้านการต้านทานต่อการกดเพิ่มสูงขึ้น ส่วนสมบัติทางความร้อนพบว่า การเพิ่มดัชนีไดไอโซไซยานาตมีความสามารถในการทนความร้อนในช่วงอุณหภูมิประมาณ 320-330 °C มีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย ในขณะที่ปัจจัยอื่น ๆ จะให้โฟมที่ทนความร้อนเพิ่มสูงขึ้นเล็กน้อยในช่วงอุณหภูมิดังกล่าว สำหรับ สมบัติด้านการดูดซับเสียงพบว่าการเพิ่มปริมาณไฮดรอกซิลของพอลิออลมากขึ้นมีแนวโน้มให้สัมประสิทธิ์การดูดซับเสียงที่สูงขึ้นที่ความถี่สูงขึ้นไป แต่การเพิ่มสัดส่วนของพอลิออลทางการค้ามากขึ้นมีแนวโน้มให้สัมประสิทธิ์การดูดซับเสียงที่สูงขึ้นที่ความถี่ต่ำ จากผลงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าน้ำมันปาล์มใช้แล้วสามารถนำมาใช้เตรียมโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งได้ และสามารถประยุกต์ใช้เป็นวัสดุดูดซับเสียงได้

## Abstract

This work was studied on modifying structure of used palm oil as polyol by one shot technique via epoxidation and hydroxylation reactions. The polyols have hydroxyl value in the range from 100-250 mgKOH/g depend on amount of hydrogen peroxide and reaction time. The chemical structure of polyol was confirmed by FT-IR and  $^1\text{H-NMR}$ . The effect of hydroxyl value of used palm oil, the ratio of used palm oil (100/0, 95/5, 85/15 and 75/25), ethylene glycol contents (0, 1, 3 and 5% wt of polyol), and isocyanates index (90, 100, 110 and 130) on properties of polyurethane foams were investigated. It was found that cell morphology of polyurethane was close cell. The increasing of hydroxyl value of used palm oil, ethylene content and isocyanate index had an effect on increasing of foam reaction but the ratio of commercial polyol was increased, the foam reaction and height of polyurethane foam were increased. In addition, all factors had an effect on increasing of compressive strength of polyurethane foam. The thermal stability of polyurethane foam was slightly trend to decrease in the range from 320 to 330 °C Whereas the others factors gave a trend to increase at the same range of temperature. For acoustic property, it was showed that the increasing of hydroxyl value of used palm oil had a trend to increase acoustic coefficient of polyurethane foam at high frequency. However, the increasing of commercial polyol content showed the increasing of acoustic coefficient at low frequency. The results showed that the used palm oil is able to successfully prepare solid polyurethane foam and apply to acoustic material.

## สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อ	ข
Abstract	ค
สารบัญ	ง
สารบัญรูป	ฉ
สารบัญตาราง	ณ
1. บทนำ	1
2. วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	2
3. การตรวจสอบเอกสาร	2
3.1 น้ำมันปาล์ม	3
3.2 น้ำมันปาล์มที่ใช้แล้ว	5
3.3 พอลิออลน้ำมันพืช	9
3.4 โฟมพอลิยูรีเทน	11
3.5 สมบัติเกี่ยวกับเสียง	12
4. วิธีดำเนินการวิจัย	14
4.1 การเตรียมพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว	14
4.2 ศึกษาปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และเวลาในการเตรียมพอลิออล	14
4.3 การเตรียมโฟมพอลิยูรีเทน	15
4.3.1 อิทธิพลของปริมาณไฮดรอกซิลของพอลิออล	16
4.3.2 อิทธิพลของอัตราส่วนระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้า	16
4.3.3 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารขยายสายโซ่	17
4.3.4 ศึกษาอิทธิพลของดัชนีของไดไอโซไซยาเนต	18
4.4 วิธีการทดสอบ	19
4.4.1 Iodine number	19
4.4.2 Acid number	19
4.4.3 OH number	20
4.4.4 Foam charecteristic	20
4.4.5 Shrinkage percentage	20
4.4.6 Collapse percentage	21
4.4.7 Cell size and Cell count	21
4.4.8 Density	21

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.4.9 Compressive strength	21
4.4.10 Fourier Transform Infrared Spectrometer	21
4.4.11 <sup>1</sup> H Nuclear magnetic resonance spectroscopy, <sup>1</sup> H NMR	22
4.4.12 Gel permeation chromatography	22
4.4.13 Scanning Electron Microscope	22
4.4.14 Thermal analysis	22
4.4.15 Impedance and absorption of acoustical materials using a tube	22
5. ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง	24
5.1 ลักษณะพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว	24
5.2 ผลของปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และเวลาการเตรียมพอลิออล	24
5.3 ผลของปริมาณไฮดรอกซิลของพอลิออลต่อสมบัติโฟมพอลิยูรีเทน	30
5.4 ผลของอัตราส่วนระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้า	38
5.5 ผลของปริมาณสารขยายสายโซ่	48
5.6 ผลของดัชนีของไอโซไซยานต	53
6. สรุปผลการทดลอง	58
เอกสารอ้างอิง	59
ภาคผนวก	63
- ผลงานตีพิมพ์	

## สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
1.1	ปริมาณการส่งออกน้ำมันปาล์มของประเทศไทย ในปี พ.ศ. 2559	1
3.1	ลักษณะของผลปาล์ม	3
3.2	การเปลี่ยนแปลงทางฟิสิกส์และทางเคมีของน้ำมันพีชขณะทอด	6
3.3	การไฮโดรไลซ์ของน้ำมันพีชขณะทอด	7
3.4	การออกซิไดซ์ของน้ำมันพีชขณะทอด	8
3.5	การเกิดพอลิเมอร์เซชันของโมเลกุลน้ำมันพีชขณะทอด	9
3.6	ลักษณะโครงสร้างของพอลิออลจากน้ำมันพีชที่ตัดแปรผ่านปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันและไฮดรอกซีเลชัน	10
3.7	การเกิดโฟมพอลิยูรีเทนจากปฏิกิริยาระหว่างพอลิออลกับไอโซไซยาเนตและน้ำ	11
3.8	ค่าความนำความร้อนของโฟมจนวนกันความร้อนชนิดต่าง ๆ	12
3.9	พลังงานเสียงชนกระทบต่อวัสดุดูดซับเสียง	13
3.10	ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับเสียง	14
4.1	กระบวนการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทน	15
4.2	Impedance tube ที่ใช้ทดสอบการดูดซับเสียงตาม ASTM E 1050-90	21
4.3	ลักษณะชั้นทดสอบสมบัติการดูดซับเสียง	22
5.1	(a) ลักษณะน้ำมันปาล์มใช้แล้ว (b) น้ำมันปาล์มใช้แล้วหลังกรอง (c) น้ำมันพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว	24
5.2	ปฏิกิริยาการตัดแปรโครงสร้างน้ำมันปาล์มใช้แล้ว (A) การเกิดกรดเปอร์ออกซี (B) ปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน และ (C) ปฏิกิริยาไฮดรอกซีเลชัน	26
5.3	กราฟแสดงการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว	27
5.4	FTIR สเปกตรัมของพอลิออลสังเคราะห์จากน้ำมันปาล์มใช้แล้วที่สัดส่วนปาล์มใช้แล้วต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อกรดฟอร์มิกเป็น 1 : 5.0 : 5.0 โมล	28
5.5	<sup>1</sup> H NMR สเปกตรัมของพอลิออลสังเคราะห์จากน้ำมันปาล์มใช้แล้วที่สัดส่วนปาล์มใช้แล้วต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อกรดฟอร์มิกเป็น 1 : 5.0 : 5.0 โมล	29
5.6	ลักษณะโฟมพอลิยูรีเทนเตรียมจากพอลิออลน้ำมันปาล์มใช้แล้วที่มีค่า OHV ระดับต่าง ๆ (a) OHV = 100 (b) OHV = 160 (c) OHV = 170 (d) OHV = 200 (e) OHV = 240 (f) OHV = 250 mgKOH/g	30
5.7	ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของโฟมพอลิยูรีเทนจากพอลิออลน้ำมันปาล์มใช้แล้วที่มีค่า OHV ระดับต่าง ๆ (a) OHV = 100 (b) OHV = 160 (c) OHV = 170 (d) OHV = 200 (e) OHV = 240 (f) OHV = 250 mgKOH/g	32





## สารบัญรูป (ต่อ)

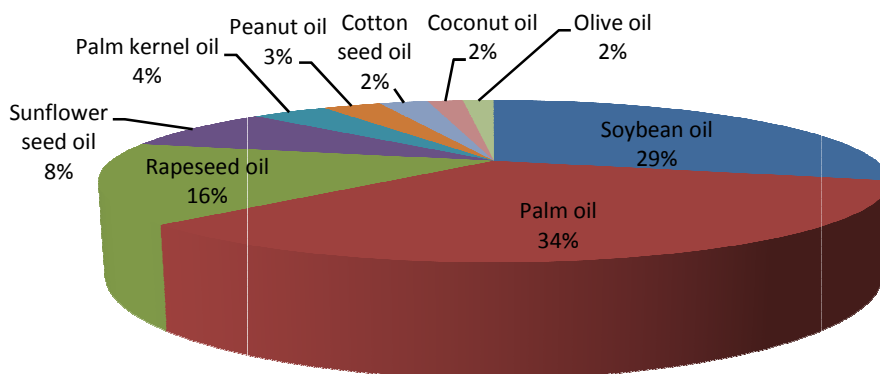
รูปที่		หน้า
5.24	ค่าความต้านทานการกวดของโฝมพอลิยูริเทนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 200 mgKOH/g ที่ปริมาณเอทธิลีนไกลคอลระดับต่าง ๆ	50
5.25	การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่ออุณหภูมิของโฝมพอลิยูริเทนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 200 mgKOH/g ที่ปริมาณเอทธิลีนไกลคอลระดับต่าง ๆ	51
5.26	กราฟ DTG ต่ออุณหภูมิของโฝมพอลิยูริเทนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 200 mgKOH/g ที่ปริมาณเอทธิลีนไกลคอลระดับต่าง ๆ	52
5.27	ผลของดัชนีไอโซไซยานเตตของโฝมพอลิยูริเทนต่อพฤติกรรมเกิดการเกิดโฝมและสมบัติทางกายภาพ	54
5.28	การเกิดพันธะอัลโลโฝเนตจากปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานเตตกับยูริเทน	54
5.29	ค่าความต้านทานการกวดของโฝมพอลิยูริเทนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ปริมาณดัชนีไดไอโซไซยานเตตระดับต่าง ๆ	54
5.30	การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่ออุณหภูมิของโฝมพอลิยูริเทนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ปริมาณดัชนีไดไอโซไซยานเตตระดับต่าง ๆ	56
5.31	กราฟ DTG ต่ออุณหภูมิของโฝมพอลิยูริเทนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ปริมาณดัชนีไดไอโซไซยานเตตระดับต่าง ๆ	56

## สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3.1	อัตราส่วนของกรดไขมันอิ่มตัวต่อกรดไขมันไม่อิ่มของน้ำมันปาล์มที่สกัดจากเปลือกปาล์มและเมล็ดในของปาล์ม	3
3.2	ปริมาณของกรดไขมันในน้ำมันพืชชนิดต่าง ๆ	5
4.1	สูตรการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนที่พอลิออล MUPO ที่ค่าไฮดรอกซิลระดับต่าง ๆ	16
4.2	สูตรการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนที่อัตราส่วนระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้า	17
4.3	สูตรการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนที่ปริมาณเอทรีลีนไกลคอลระดับต่าง ๆ	18
4.4	สูตรการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนที่ปริมาณดัชนีไดไอโซไซยาเนตระดับต่าง ๆ	18
5.1	สมบัติของพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว	25
5.2	ผลของปริมาณไฮดรอกซิลในพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วต่อพฤติกรรม การเกิดโฟมและสมบัติทางกายภาพ	31
5.3	สมบัติทางความร้อนของโฟมพอลิยูรีเทนจากพอลิออลน้ำมันปาล์มใช้	36
5.4	ผลอัตราส่วนระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้า ต่อพฤติกรรมเกิดโฟมและสมบัติทางกายภาพ	39
5.5	สมบัติทางความร้อนของโฟมพอลิยูรีเทนจากพอลิออลผสมระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้า	45
5.6	ผลปริมาณสารขยายสายโซ่ของพอลิออลผสมระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้าต่อพฤติกรรมเกิดโฟมและสมบัติทางกายภาพ	48
5.7	สมบัติทางความร้อนของโฟมพอลิยูรีเทนที่ปริมาณเอทรีลีนไกลคอลระดับต่าง	52
5.8	ผลของดัชนีไดไอโซไซยาเนตของโฟมพอลิยูรีเทนต่อพฤติกรรมเกิดโฟมและสมบัติทางกายภาพ	53
5.9	สมบัติทางความร้อนของโฟมพอลิยูรีเทนที่ปริมาณดัชนีไดไอโซไซยาเนตระดับต่าง ๆ	57

## 1. บทนำ

ในปัจจุบันนี้ทุกคนมีความตื่นตัวเกี่ยวกับสภาวะโลกร้อนที่เพิ่มมากขึ้น จึงได้มีการปรับเปลี่ยนการใช้วัตถุดิบหลักที่ได้มาจากปิโตรเคมีมาใช้เป็นวัตถุดิบชีวภาพเพื่อให้เกิดการพัฒนาที่ยั่งยืน น้ำมันปาล์มมีปริมาณการใช้มากที่สุดในตลาดโลกคิดเป็นร้อยละ 41.28 รองลงมาได้แก่ น้ำมันถั่วเหลือง ร้อยละ 34.84 น้ำมันเมล็ดทานตะวันร้อยละ 10.09 และน้ำมันชนิดอื่น ๆ ดังแสดงในรูปที่ 1.1 น้ำมันปาล์มยังจัดเป็นพืชเศรษฐกิจที่สำคัญของประเทศไทย ในปี 2559 [1] ประเทศไทยมีปริมาณการส่งออกน้ำมันปาล์ม 39.04 ล้านตันต่อปี สูงเป็นอันดับ 3 ของโลก รองจากมาเลเซียและอินโดนีเซีย ตามลำดับ[2] แสดงให้เห็นว่าประเทศไทยมีจุดแข็งในด้านความมั่นคงทางด้านอาหารประเภทน้ำมัน โดยเฉพาะการนำน้ำมันปาล์มมาใช้ในการทำอาหารประเภททอดที่ต้องใช้น้ำมันปริมาณมาก เนื่องจากน้ำมันปาล์มมีความคงตัวที่อุณหภูมิสูง มีกรดลิโนเลอิกซึ่งเป็นกรดไขมันไม่อิ่มตัวในปริมาณน้อย ทำให้เกิดกลิ่นน้อยมาก ดังนั้นจึงมีการนำน้ำมันปาล์มมาใช้สำหรับกระบวนการทอดทั้งในระดับภาคอุตสาหกรรมรายใหญ่ พ่อค้าแม่ค้าผู้ประกอบการย่อย และในระดับครัวเรือน จึงทำให้มีน้ำมันปาล์มใช้แล้วเหลือในปริมาณมาก อีกทั้งศูนย์ปฏิบัติการความปลอดภัยด้านอาหาร กระทรวงสาธารณสุขได้รณรงค์ให้ผู้บริโภคตระหนักถึงโทษของการใช้น้ำมันทอดซ้ำ ทำให้ผู้บริโภคหลีกเลี่ยงอาหารที่ใช้ไขมันทอดซ้ำมากขึ้น จึงทำให้ปริมาณน้ำมันปาล์มใช้แล้วมีปริมาณเพิ่มมากขึ้น ถ้าหากมีการกำจัดอย่างไม่ถูกวิธีก็ทำให้เป็นมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้นจึงจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องคิดค้นวิธีการที่สามารถนำน้ำมันที่ใช้แล้ว มาทำให้เกิดประโยชน์เพื่อทำให้มีคุณค่าทางเศรษฐกิจต่อไป การนำน้ำมันปาล์มใช้แล้วกลับมาใช้ให้เกิดประโยชน์นั้น ส่วนใหญ่มักจะใช้เป็นวัตถุดิบสำหรับผลิตเป็นพลังงานทดแทนในรูปของไบโอดีเซล[3-6] การผลิตสบู่[7] โดยนำมาผ่านกระบวนการและกรรมวิธีต่าง ๆ เช่นเดียวกับการผลิตจากน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์



รูปที่ 1.1 ปริมาณการส่งออกน้ำมันปาล์มของประเทศไทย ในปี พ.ศ. 2559 [1]

นอกจากนี้มีการรายงานถึงการนำน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์มาตัดแปรโครงสร้างโดยผ่านปฏิกิริยาที่ตำแหน่งพันธะคู่ในโครงสร้างและตัดแปรโครงสร้างให้ได้เป็นพอลิออลเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมพอลิยูรีเทน[8-10] เพื่อทดแทนพอลิออลทางการค้า ซึ่งล้วนแล้วผลิตจากปิโตรเลียมที่นับวันจะมีแนวโน้มลดลง จนขาดแคลน และมีราคาที่สูงขึ้น แต่การเตรียมพอลิออล จากน้ำมันปาล์มได้รับความสำคัญลดลง เนื่องจากอาจจะมีปัญหาการแย่งชิงการใช้งานน้ำมันปาล์มจากการอุปโภค บริโภค แต่ยังไม่มีการรายงานถึงการนำน้ำมันปาล์มใช้แล้วมาเตรียมเป็นพอลิออลเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมพอลิยูรีเทน โดยเฉพาะอย่างยิ่งโพรพอลิยูรีเทน ซึ่งสามารถนำมาขึ้นรูปได้ง่าย มีน้ำหนักเบา ลอยน้ำได้ รับแรงกระแทกได้ดี เป็นฉนวนกันความร้อนหรือฉนวนกันเสียงได้ ดังนั้นโพรพอลิยูรีเทนถูกมาใช้กันอย่างกว้างขวาง เช่น อุตสาหกรรมเฟอร์นิเจอร์ อุตสาหกรรมยานยนต์ อุตสาหกรรมก่อสร้าง อุตสาหกรรมกีฬา เป็นต้น

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมีความสนใจในการนำน้ำมันปาล์มใช้แล้วมาเตรียมเป็นพอลิออลเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมโพรพอลิยูรีเทน เพื่อใช้ในงานด้านการดูดซับเสียงเช่นแผ่นโพรพอนัน ฉนวนลดเสียงสะท้อน และเป็นแนวทางการช่วยลดมลพิษจากการทิ้งน้ำมันพืชใช้แล้ว และเพิ่มช่องทางการนำน้ำมันพืชใช้แล้วมาใช้ให้เกิดประโยชน์ได้หลากหลายมากขึ้น

## 2. วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

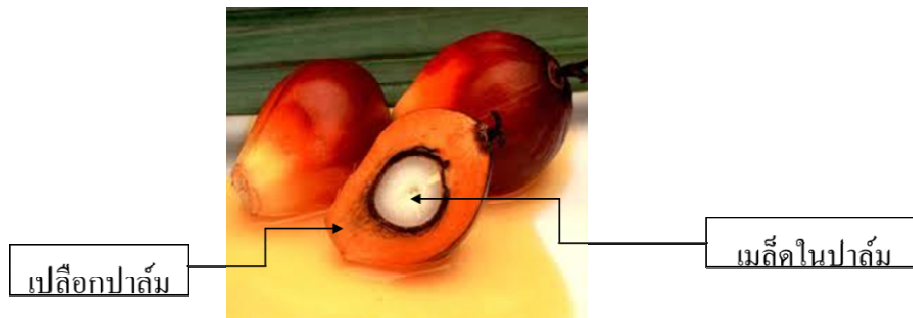
- 2.1 ศึกษาการเตรียมพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วตัดแปร
- 2.2 ศึกษาการเตรียมโพรพอลิยูรีเทนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วตัดแปร
- 2.3 ศึกษาสมบัติทางกายภาพ เชิงกล เชิงความร้อน สภาพความต้านทานและความนำความร้อน และสมบัติด้านดูดซับเสียงของโพรพอลิยูรีเทนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วตัดแปร

## 3. การตรวจสอบเอกสาร

ในปัจจุบันนี้มีน้ำมันปาล์มใช้แล้วปริมาณมากที่เหลือทิ้งจากกระบวนการทอดทั้งในครัวเรือน ร้านอาหารและโรงงานต่าง ๆ ซึ่งทางกระทรวงสาธารณสุขได้และหน่วยงานที่เกี่ยวข้องได้มีการรณรงค์ให้ผู้บริโภคตระหนักถึงโทษของการใช้น้ำมันทอดซ้ำทำให้ผู้บริโภคหลีกเลี่ยงอาหารที่ใช้น้ำมันทอดซ้ำมากขึ้น จึงทำให้ปริมาณน้ำมันพืชใช้แล้วมีปริมาณเพิ่มมากขึ้นน้ำมันพืชใช้แล้วเหล่านี้ อาจก่อให้เกิดโรคต่าง ๆ หากรับประทานอาหารที่ผ่านการเตรียมจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว นอกจากนี้ อาจก่อมล- ภาวะต่อสิ่งแวดล้อมจากการทิ้งน้ำมันพืชใช้แล้ว หากมีการปนเปื้อนไปยังสิ่งแวดล้อมดังนั้น ทำให้ผู้วิจัยมีกรอบแนวคิดในการแก้ไขปัญหาดังกล่าวโดยตัดแปรน้ำมันพืชเหลือทิ้งดังกล่าวให้มีโครงสร้างที่เหมาะสม ที่จะนำไปเป็นสารตั้งต้นในการผลิตโพรพอลิยูรีเทนสำหรับการประยุกต์ใช้งานในด้านวัสดุกันเสียง ดังนั้นในที่นี้บทวนทฤษฎีที่เกี่ยวข้องคือ น้ำมันปาล์ม น้ำมันปาล์มใช้แล้ว โพรพอลิยูรีเทน พื้นฐานของการทดสอบวัสดุดูดซับเสียงซึ่งเป็นส่วนสำคัญหลักของงานวิจัยนี้

### 3.1 น้ำมันปาล์ม

น้ำมันปาล์มเป็นน้ำมันที่สกัดได้เป็นน้ำมันผสมระหว่างน้ำมันปาล์มจากเปลือก และน้ำมันเมล็ดในปาล์มดังแสดงในรูปที่ 3.1 ปาล์มน้ำมันเป็นพืชน้ำมันที่ให้ปริมาณน้ำมันสูงถึง 0.6 – 0.8 ตัน/ไร่/ปี เมื่อเปรียบเทียบกับพืชน้ำมันชนิดอื่น[11] สามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมผลิตภัณฑ์อาหาร และใช้ในการประกอบอาหารเนื่องจากมีคุณสมบัติทนความร้อนได้สูง ไม่ทำให้เกิดสารก่อมะเร็ง น้ำมันปาล์มมีราคาต่ำกว่าน้ำมันพืชชนิดอื่น[12]



รูปที่ 3.1 ลักษณะของผลปาล์ม

โดยทั่วไปน้ำมันปาล์มดิบมีประกอบด้วยไตรกลีเซอไรด์ (Triglyceride) ประมาณ 95 % กรดไขมันอิสระ (Fatty acids) ประมาณ 3 – 5 % ส่วนประกอบอื่น ๆ ประมาณ 1% ซึ่งประกอบไปด้วย ฟิโตนิวเทรียนต์ (Phytonutrient) ที่มีคุณค่าทางอาหารสูง และสารอื่น ๆ เช่น คาโรทีนอยด์ (Carotenoid) โทโคฟีรอล (Tocopherols) โทโคโทริโนล (Tocotrienols) สเตอรอล (Sterols) ไตรเตอเพนแอลกอฮอล์ (Triterpene alcohols) ฟอสโฟลิพิด (Phospholipids) ไกลโคลิพิด (Glycolipids) เทอเพนิคไฮโดรคาร์บอน (Terpenic hydrocarbons) ไช (Waxes) น้ำมันปาล์มจากกระบวนการสกัดมาจากน้ำมันในส่วนของเปลือกปาล์มและน้ำมันจากเมล็ดในปาล์มดิบ ซึ่งมีองค์ประกอบกรดไขมันอิ่มตัวต่อกรดไขมันไม่อิ่มตัว ที่แตกต่างกันโดยประมาณ 50:50 และ 82:18 ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนของกรดไขมันอิ่มตัวต่อกรดไขมันไม่อิ่มตัวของน้ำมันปาล์มที่สกัดจากเปลือกปาล์มและเมล็ดในของปาล์ม [13]

กรดไขมัน	น้ำมันจากเปลือกของปาล์ม	น้ำมันจากเมล็ดในปาล์ม
กรดไขมันอิ่มตัว	50 %	82 %
C 6:0 (Caproic acid)	-	0.1 - 0.5
C 8:0 (Caprylic acid)	-	3.4 - 5.9
C10:0 (Capric acid)	-	3.3 - 4.4

ตารางที่ 3.2 (ต่อ) อัตราส่วนของกรดไขมันอิ่มตัวต่อกรดไขมันไม่อิ่มของน้ำมันปาล์มที่สกัดจากเปลือกปาล์มและเมล็ดในของปาล์ม[13]

กรดไขมัน	น้ำมันจากเปลือกของปาล์ม	น้ำมันจากเมล็ดในปาล์ม
กรดไขมันอิ่มตัว	50 %	82 %
C12:0 (Lauric acid)	0.1 - 0.4	46.3 - 51.1
C16:0 (Palmitic acid)	40.9 - 47.5	6.5 - 8.9
C18:0 (Stearic acid)	3.8 - 4.8	1.6 - 2.6
C20:0 (Arachidic acid)	0 - 0.8	-
กรดไขมันไม่อิ่มตัว	50 %	18 %
C16:1 (Palmitoleic acid)	0 - 0.6	-
C18:1 (Oleic acid)	36.4 - 41.2	13.2 - 16.4
C18:2 (Linoleic acid)	9.2 - 11.6	2.2-3.4
C18:3 (Linolenic acid)	0 - 0.5	-
Others	-	0 - 0.9
C18:3 (Linolenic acid)	0 - 0.5	-
Others	-	0 - 0.9

กรดไขมันเป็นเป็นสารประกอบอินทรีย์ ที่มีกลุ่มคาร์บอกซิลิก (-COOH) เป็นองค์ประกอบหลัก เพียงแต่ต่างกันที่จำนวนของคาร์บอนในโมเลกุลซึ่งหากขึ้นชื่อว่า กรดไขมัน จะต้องคาร์บอนมากกว่า 12 เป็นต้นไป กรดไขมันส่วนประกอบเล็ก ๆ ในน้ำมันพืช สามารถแบ่งเป็นประเภทใหญ่ได้ 2 ชนิด[14] คือ

3.1.1 กรดไขมันอิ่มตัว (Saturated Fatty Acid) เป็นกรดไขมันที่คาร์บอนในโมเลกุลไม่สามารถมีไฮโดรเจนเข้าไปจับในโมเลกุลได้อีก แขนของคาร์บอนเป็นแขนเดี่ยว ไขมันชนิดนี้จะจับตัวแข็ง เมื่อถูกความเย็นเพียงเล็กน้อยตัวอย่างของกรดไขมันอิ่มตัว เช่น กรดลอริก (Lauric acid) กรดปาล์มมิติก (Palmitic acid) กรดสเตียริก (Stearic acid) เป็นต้น

3.1.2 กรดไขมันไม่อิ่มตัว (Unsaturated Fatty Acid) เป็นกรดไขมันที่คาร์บอนในโมเลกุลมีไฮโดรเจนจับเกาะไม่เต็มที่สามารถรับไฮโดรเจนเข้าไปจับโมเลกุลได้อีก พันธะหรือแขนของคาร์บอนนั้นมีทั้งพันธะเดี่ยวและพันธะคู่ ซึ่งจำนวนพันธะคู่ที่มีโมเลกุลนี้เอง ทำให้แบ่งประเภทของกรดไขมันไม่อิ่มตัวออกได้อีก 2 ประเภท

3.1.2.1 กรดไขมันไม่อิ่มตัวเชิงเดี่ยว (Monounsaturated Fatty Acid) เป็นกรดไขมันไม่อิ่มตัวที่มีพันธะคู่เพียง 1 ตำแหน่ง ไขมันชนิดนี้จะเป็นของเหลวไม่จับตัวแข็ง แม้อุณหภูมิจะเย็นลง

ตัวอย่างของกรดไขมันไม่อิ่มตัว เช่น กรดโอเลอิก (Lauric acid) กรดปาล์มมีโตเลอิก (Palmitoleic acid) เป็นต้น

3.1.2.2 กรดไขมันไม่อิ่มตัวเชิงซ้อน (Polyunsaturated Fatty Acid) เป็นกรดไขมันไม่อิ่มตัวที่มีพันธะคู่มากกว่า 1 ตำแหน่ง ตัวอย่างของกรดไขมันไม่อิ่มตัว เช่น กรดโอเลอิก (Lauric acid) กรดปาล์มมีโตเลอิก (Palmitoleic acid) เป็นต้น ปริมาณของกรดไขมันอิ่มตัว และกรดไขมันไม่อิ่มตัว ของน้ำมันแต่ละชนิด ดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ปริมาณของกรดไขมันในน้ำมันพืชชนิดต่าง ๆ [14]

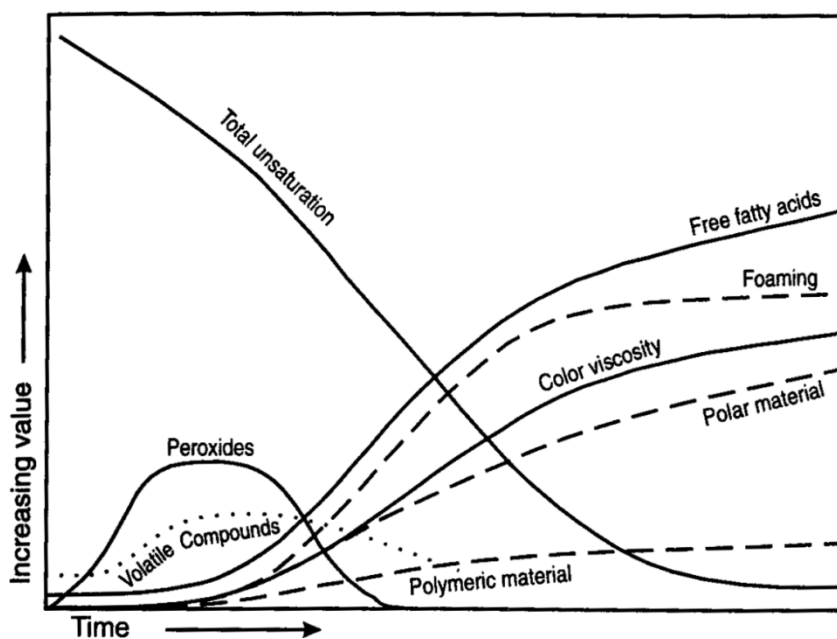
ชนิดของไขมัน	กรดไขมันอิ่มตัว	กรดไขมันไม่อิ่มตัว	
		เชิงเดี่ยว	เชิงซ้อน
น้ำมันมะกอก	14	77	9
น้ำมันคาโนลา	6	58	36
น้ำมันรำข้าว	18	45	37
น้ำมันปาล์ม	50	39	10
น้ำมันถั่วลิสง	17	37	40
น้ำมันถั่วเหลือง	16	24	60
น้ำมันทานตะวัน	12	21	67
น้ำมันข้าวโพด	13	20	62
น้ำมันดอกคำฝอย	10	15	75

น้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ ได้จากการกลั่นน้ำมันปาล์มดิบ มีลักษณะเป็นน้ำมันชั้นสีเหลืองขุ่น อนุญาตให้มีสีเจือปน ใช้สำหรับการทอดในอุตสาหกรรมอาหาร เช่น ทอดขนมปังสำเร็จรูป ขนมขบเคี้ยว น้ำมันปาล์มบริสุทธิ์มีข้อดีสามารถทอดได้หลายครั้งกว่าน้ำมันชนิดอื่น เนื่องจากมีจุดเดือดต่ำ อาหารมีความกรอบอร่อย และใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรม เนยเทียม ครีมเทียม ไอศกรีม นมข้นหวานและจืด มาการีน สบู่ เป็นต้น

### 3.2 น้ำมันปาล์มที่ใช้แล้ว

การใช้น้ำมันทอดอาหาร จะมีการเปลี่ยนแปลงของน้ำมันที่เห็นได้ชัดเจนขณะทอด คือน้ำมันเปลี่ยนเป็นสีดำ ความหนืดเพิ่มขึ้น จุดเกิดควันลดลง เกิดฟองเพิ่มขึ้น ซึ่งจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีและทางฟิสิกส์ ดังแสดงในรูปที่ 3.2

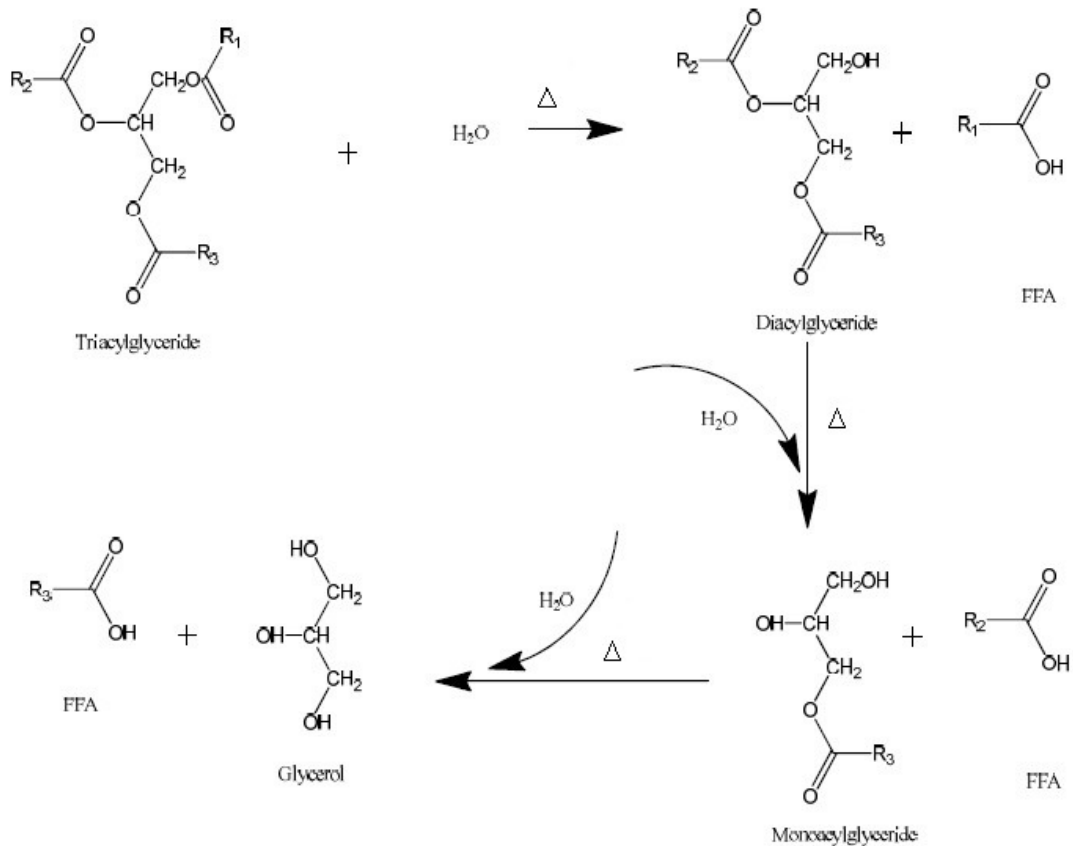




รูปที่ 3.2 การเปลี่ยนแปลงทางฟิสิกส์และทางเคมีของน้ำมันพืชขณะทอด[15]

โดยในขณะทอดจะมีปฏิกิริยาหลัก ๆ ที่เกิดขึ้น 3 รูปแบบ คือ

1. การไฮโดรไลซิสของน้ำมัน (Hydrolysis of oil) จะเกิดขึ้นได้ โดยมีน้ำและความร้อน เป็นองค์ประกอบ ซึ่งน้ำจะมีอิทธิพลในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis reaction) มากกว่าความร้อน น้ำจะเป็นโมเลกุลที่เป็นกลางโดยมีอิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยว (Nucleophile) จะไปทำลายพันธะเอส-เทอร์ในไตรกลีเซอไรด์ (Triglyceride) ทำให้เกิดกรดไขมันอิสระโมโนและไดกลีเซอไรด์ (Mono and diglycerides) ดังแสดงในรูปที่ 3.3 โดยน้ำมันที่มีส่วนประกอบของกรดไขมันไม่อิ่มตัวสายโซ่สั้นปริมาณสูงจะทำให้เกิดการไฮโดรไลซิสได้ง่ายกว่าน้ำมันที่มีส่วนประกอบเป็นกรดไขมันอิ่มตัวสายโซ่ยาว เนื่องจาก กรดไขมันไม่อิ่มตัวสายโซ่สั้น จะเกิดการละลายน้ำและแตกตัวในน้ำขณะนำไปทอดได้ง่ายกว่า ซึ่งปริมาณกรดไขมันอิสระจะเป็นตัวบ่งชี้คุณภาพของน้ำมันทอดซ้ำ โดยถ้าหากนำน้ำมันมาทอดซ้ำหลาย ๆ ครั้ง จะทำให้มีกรดไขมันอิสระเพิ่มมากขึ้น



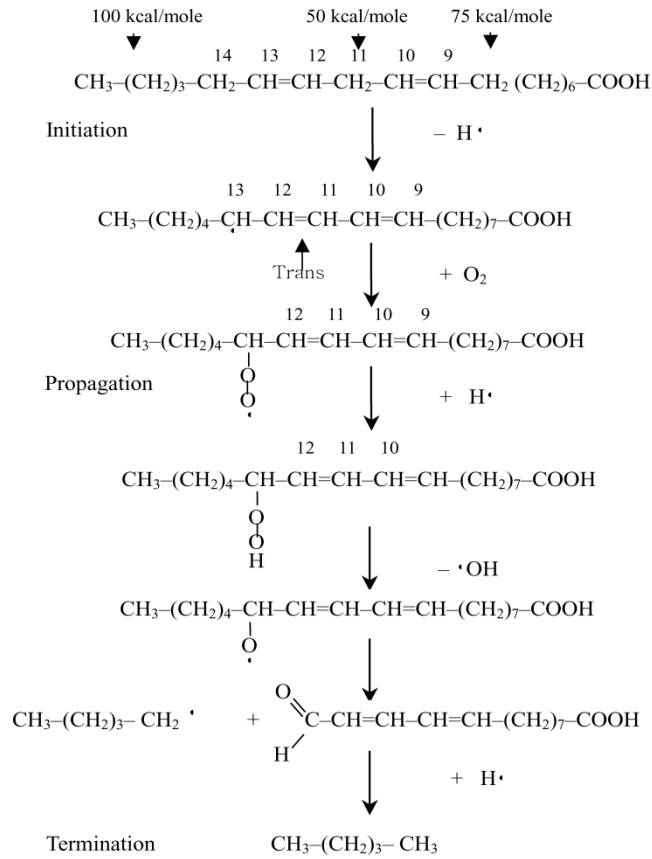
รูปที่ 3.3 การไฮโดรไลซ์ของน้ำมันพืชขณะทอด [16]

2. การออกซิไดซ์น้ำมัน (Oxidation of oil) โดยออกซิเจนจะทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation reaction) กับน้ำมันทอด ดังแสดงในรูปที่ 3.4 ซึ่งในการเกิดปฏิกิริยาจะประกอบด้วย 3 ขั้นตอน คือ

2.1 ขั้นเริ่มต้น (Initiation) โดยที่คาร์บอนตรงตำแหน่งพันธะคู่จะเกิดการสูญเสียไฮโดรเจนอะตอม ซึ่งเกิดจากการกระตุ้นด้วยความร้อน ทำให้เกิดเป็นอนุมูลอิสระ ไฮโดรคาร์บอน ทำให้อะตอมอนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นเป็น Unpair electron วงไวต่อการเกิดปฏิกิริยา

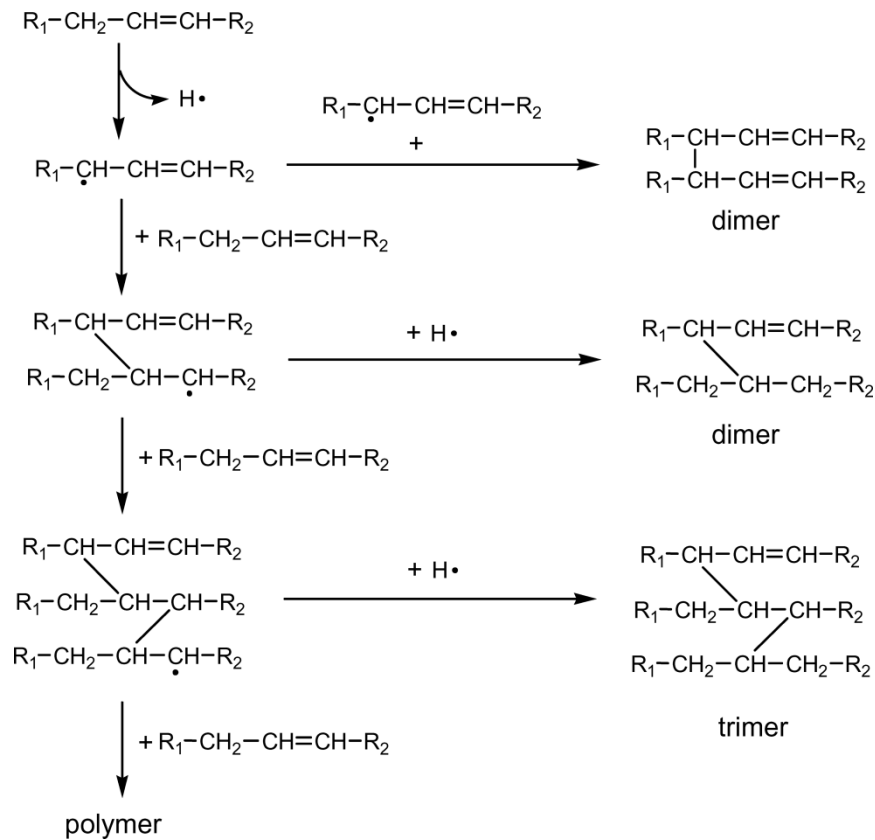
2.2 ขั้นขยายสายโซ่ (Propagation) เกิดจากออกซิเจนเข้าไปทำปฏิกิริยาที่ตำแหน่งพันธะคู่เกิดเป็น Peroxy radical ( $ROO^\circ$ ) ซึ่งขั้นตอนนี้เป็นปฏิกิริยาลูกโซ่เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง ทำให้เกิดอนุมูลอิสระมากมาย โดย Peroxy radical ทำปฏิกิริยาต่อเนื่องกับกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวได้ ไฮโดรเปอร์ออกไซด์( $ROOH$ )

3.3 ขั้นสุดท้าย (Termination) อนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นมารวมตัวกันเองเกิดเป็นสารใหม่ (Secondary product) หลายชนิดซึ่งระเหยได้ เช่น ไฮโดรเปอร์ออกไซด์ (Hydroperoxide) คอนจูเกตเตทไดอินอิกแอซิด (Conjugated dienoic acid) อีพอกไซด์ (Epoxide) ไฮดรอกไซด์และคีโตน สารประกอบเหล่านี้อาจเกิดการแตกตัวต่อไปอีกหรืออาจยังคงเป็นโมเลกุลไตรกลีเซอไรด์ และเกิดพันธะข้าม (Cross-link) ซึ่งกันและกันทำให้เกิดไดเมอร์และพอลิเมอร์ไตรกลีเซอไรด์ที่สูงขึ้น



**รูปที่ 3.4** การออกซิไดซ์ของน้ำมันพืชขณะทอด [15]

2.3 การเกิดพอลิเมอร์ไซโซชันของโมเลกุลน้ำมัน (Polymerization of oil) เป็นการเกิดพันธะใหม่ระหว่างคาร์บอนกับคาร์บอนโดยไม่มีอะตอมของออกซิเจนในโมเลกุลของไขมัน ถ้าพันธะเหล่านี้เกิดขึ้นในกรดไขมัน 1 โมเลกุลจะทำให้เกิดกรดไขมันต่อกันเป็นวง (Cyclic fatty acid) ถ้าเกิดพันธะระหว่างกรดไขมัน 2 โมเลกุล อาจเกิดภายในโมเลกุลเดียวหรือระหว่างโมเลกุลของไตรกลีเซอไรด์ทำให้เกิดกรดไขมัน ริคและถ้าการเกิดพันธะข้ามระหว่างโมเลกุลเหล่านี้ต่อไปก็ทำให้เกิดพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงขึ้นอีก ดังแสดงในรูปที่ 3.5



**รูปที่ 3.5** การเกิดพอลิเมอร์ไซโซของโมเลกุลน้ำมันพืชขณะทอด[15]

สารประกอบที่เกิดขึ้นจากการเปลี่ยนแปลงในน้ำมันทอดที่กล่าวแล้วข้างต้นสามารถตรวจวิเคราะห์ได้ซึ่งแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ

1. สารประกอบสลายตัวที่สามารถระเหยได้ (Volatile decomposed product) สามารถกลั่นแยกออกจากน้ำมันที่ใช้ทอดได้

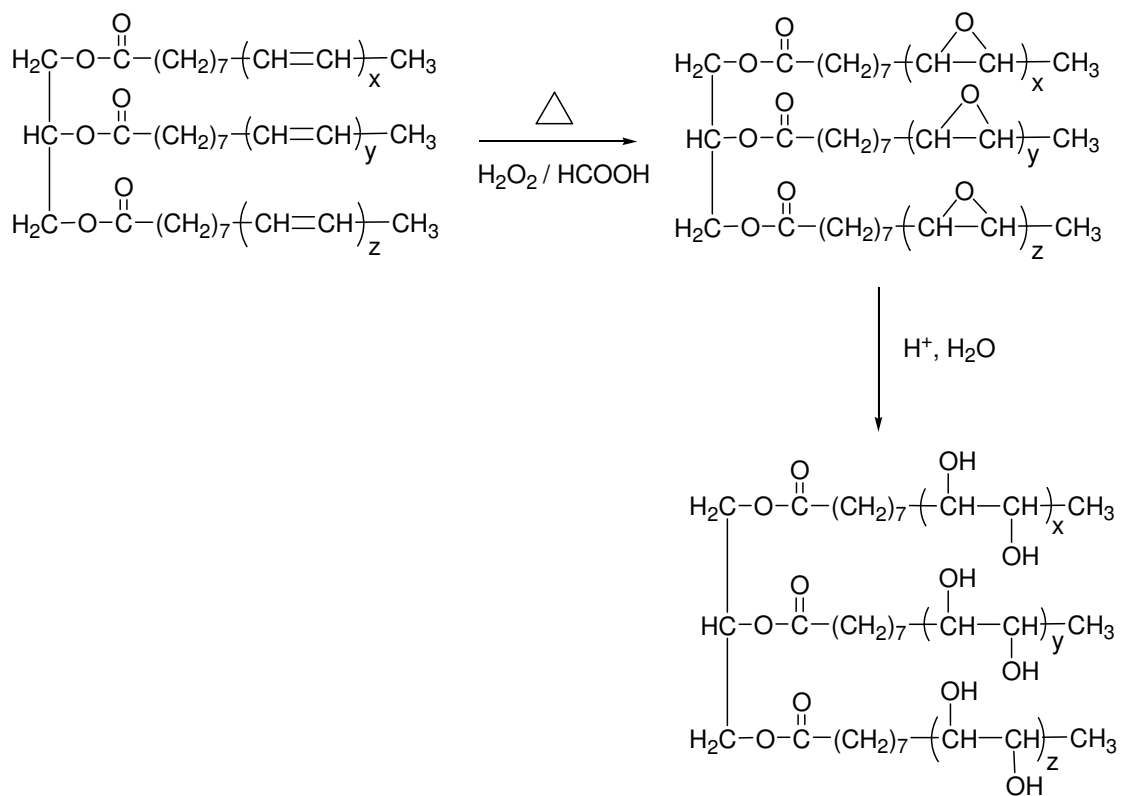
2. สารประกอบสลายตัวที่ไม่ระเหย (Nonvolatile decomposed product) สารที่ไม่ระเหยเหล่านี้ยังคงอยู่ในน้ำมันทอด และจะเสื่อมสลายต่อไปทุกครั้งที่ใช้ น้ำมันทอดอาหาร และอาหารจะดูดซึมสารเหล่านี้ไว้ เชื่อกันว่าถ้าใช้น้ำมันทอดหลาย ๆ ครั้ง จะทำให้เกิดสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงสะสมอยู่ในน้ำมันและไม่ระเหย ทำให้ลักษณะทางกายภาพของน้ำมันเปลี่ยนแปลงไป คือความหนืดเพิ่มขึ้น เกิดสีและฟอง ส่วนการเปลี่ยนแปลงทางเคมี ได้แก่ ปริมาณกรดไขมันอิสระ ค่าคาร์บอนิล ปริมาณไฮดรอกซิลและค่าสaponification เพิ่มขึ้น ปริมาณกรดไขมันไม่อิ่มตัวลดลง

### 3.3 พอลิออลจากน้ำมันพืช

พอลิออลจากน้ำมันพืช (Polyol derived from vegetable oil) สามารถเตรียมผ่านกระบวนการตัดแปรรูปโครงสร้าง เพื่อเปลี่ยนพันธะคู่ภายในโครงสร้างของน้ำมันพืช เป็นหมู่ไฮดรอกซิล โดยกระบวนการตัดแปรรูปโครงสร้างของน้ำมันพืชมีหลายกระบวนการ เช่น อีพอกซิเดชัน ตาม

ด้วยปฏิกิริยาเปิดวงออกซิ-เลน[17-21] โอโซนไลซิส (Ozonolysis) ตามด้วยปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชัน [22-23] และไฮโดรฟอไมเลชัน (Hydroformylation) [24-25]

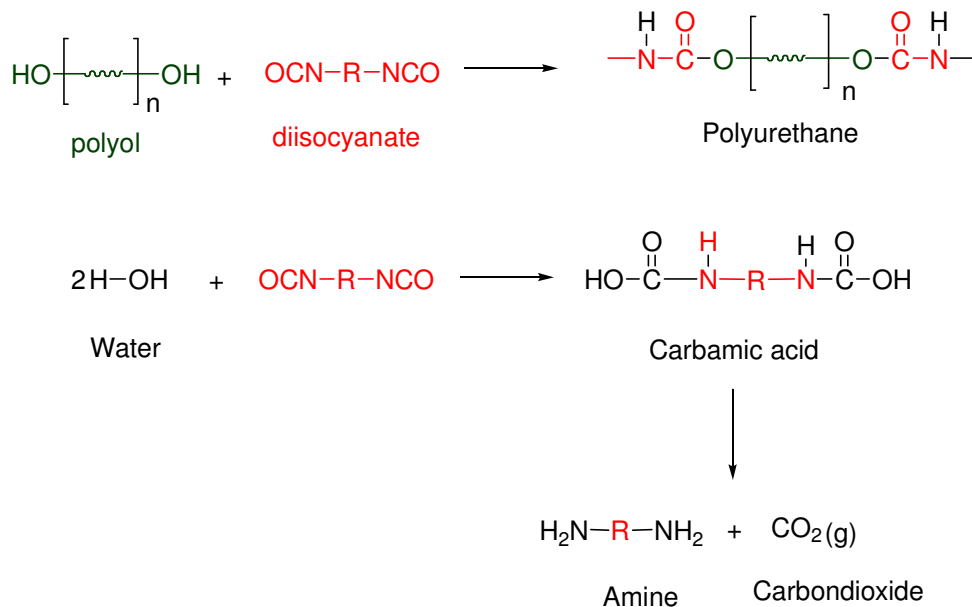
โดยกระบวนการอ็อกซิเดชันเป็นกระบวนการที่ง่าย ไม่ซับซ้อน ใช้สารตั้งต้นที่มีทั่วไป ราคาไม่แพง โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นคือ อ็อกซิเดชันและไฮดรอกซิเดชัน ตามลำดับ ทำให้เกิดหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลบนโครงสร้างของน้ำมัน ซึ่งจากสูตรโครงสร้างของน้ำมันพืช พบว่า โครงสร้างของน้ำมันพืชประกอบด้วย ไตรกลีเซอไรด์ของกรดไขมัน ซึ่งมีความไม่อิ่มตัวหรือพันธะคู่ในโครงสร้าง ทำให้สามารถเปลี่ยนรูปเป็นพอลิออลได้ผ่านกระบวนการอ็อกซิเดชันโดยใช้กรดเปอร์ออกซี (Peroxy acid) ที่เกิดจากการผสมระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์กับกรด เช่น กรดฟอร์มิก (Formic acid) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อเพิ่มหมู่ฟังก์ชันอ็อกซิตรงตำแหน่งพันธะคู่และเปิดหมู่ฟังก์ชันอ็อกไซด์ ผ่านปฏิกิริยา ไฮดรอกซิเลชัน (Hydroxylation) เกิดเป็นหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl group) ดังแสดงในรูปที่ 3.6 ซึ่งปฏิกิริยานี้จะถูกนำมาใช้เป็นปฏิกิริยาหลักในการตัดแปรโครงสร้างของน้ำมันพืชใช้แล้ว



รูปที่ 3.6 ลักษณะโครงสร้างของพอลิออลจากน้ำมันพืชที่ตัดแปรผ่านปฏิกิริยาอ็อกซิเดชันและไฮดรอกซิเลชัน [26]

### 3.4 โฟมพอลิยูรีเทน

การสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทน สามารถเตรียมได้จากโครงสร้างหลัก 2 ส่วน [27] คือพอลิโออล (Polyol) ซึ่งแบ่งพอลิโออลออกได้เป็น 2 ชนิด คือ พอลิเอสเทอร์พอลิโออล (Polyester polyol) และ พอลิอีเทอร์พอลิโออล (Polyether polyol) และอีกส่วนคือไดไอโซไซยาเนต (Diisocyanate) ชนิดที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์พอลิยูรีเทน คือโทลูอินไดไอโซไซยาเนต (Toluene diisocyanate, TDI) และพอลิเมอริกไอโซไซยาเนต (Polymeric isocyanate, PMDI) ร่วมกับสารช่วยให้เกิดโฟม (Blowing agent) ซึ่งจะใช้น้ำในการทำให้โฟมพุดตัว โดยไอโซไซยาเนตจะทำปฏิกิริยากับน้ำ แต่ไม่เสถียร ทำให้เกิดการแตกตัวเป็นเอมีนกับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ หลังจากนั้นเอมีนทำปฏิกิริยากับไอโซไซยาเนตเกิดเป็นยูเรียและคาร์บอนไดออกไซด์ทำหน้าที่เป็นสารฟู โฟมมีลักษณะเป็นรูพรุน รวมทั้งอาจจะมีตัวเร่งปฏิกิริยาและสารตัวเติมอื่น ๆ ดังแสดงในรูปที่ 3.7



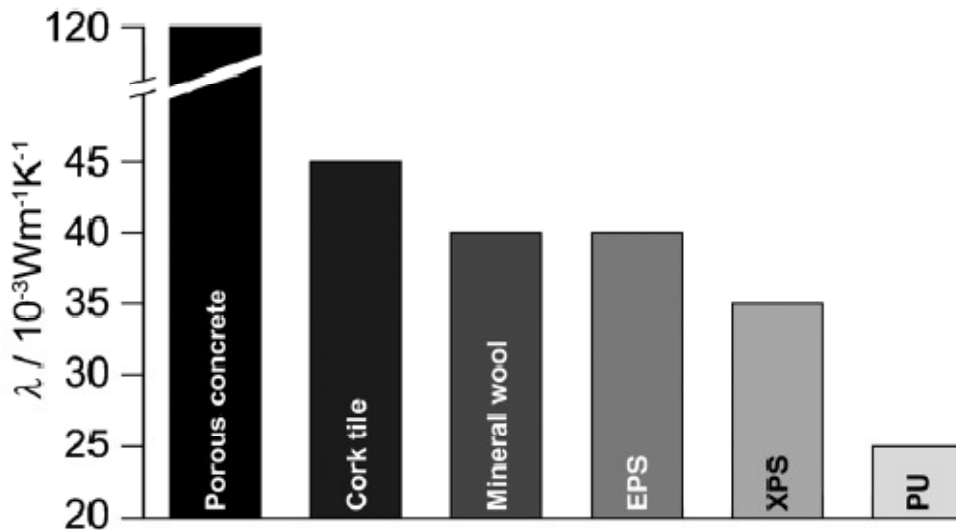
รูปที่ 3.7 การเกิดโฟมพอลิยูรีเทนจากปฏิกิริยาระหว่างพอลิโออลกับไอโซไซยาเนตและน้ำ [27]

โฟมพอลิยูรีเทนแบ่งออกเป็น 2 ชนิด คือ

3.4.1 โฟมพอลิยูรีเทนชนิดยืดหยุ่น (Flexible polyurethane foam) โฟมพอลิยูรีเทนชนิดยืดหยุ่นลักษณะโครงสร้างเซลล์เป็นเซลล์เปิด เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างพอลิอีเทอร์หรือพอลิเอสเทอร์กับไดไอโซไซยาเนต ความหนาแน่นของพอลิยูรีเทนชนิดยืดหยุ่นขึ้นกับสารฟูหรือคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาระหว่างน้ำและไอโซไซยาเนต โฟมพอลิยูรีเทนชนิดยืดหยุ่นมีความอ่อนนุ่ม สามารถรับแรงกระแทก และทนต่อการกดอัดได้ดี

3.4.2 โฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็ง (Rigid polyurethane foam) โฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งประกอบด้วยเซลล์ปิด โฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งมีสมบัติด้านฉนวนความร้อน ซึ่งสามารถนำโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งประยุกต์ใช้ในงานด้านโครงสร้าง (Construction application) เช่น ฝ้าเพดานหรือปู-

หลังคาภายใน ซึ่งประสิทธิภาพของโฟมขึ้นอยู่กับขนาดของเซลล์ซึ่งโฟมที่มีขนาดเซลล์เล็ก สามารถนำความร้อนได้ต่ำ โฟมพอลิยูรีเทนมีสมบัติด้านฉนวนดีกว่าโฟมชนิดอื่นที่ใช้ด้านการค้า และโฟมพอลิยูรีเทนสามารถทนความร้อนได้ประมาณ  $0.024 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  ดังแสดงในรูปที่ 3.8

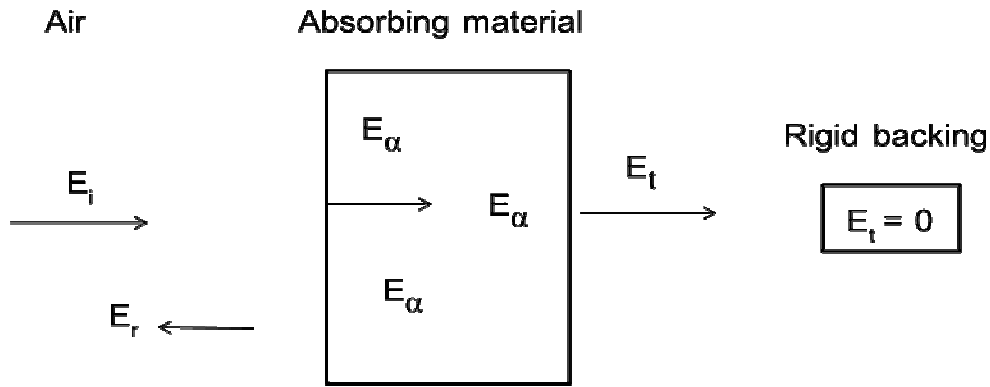


รูปที่ 3.8 ค่าความนำความร้อนของโฟมฉนวนกันความร้อนชนิดต่าง ๆ [28]

จากสมบัติและลักษณะเด่นของโฟมพอลิยูรีเทนทั้งชนิดยืดหยุ่นและชนิดแข็ง มีทำให้มีการนำใช้ประโยชน์ในด้านอุตสาหกรรมต่าง ๆ มากมาย อาทิเช่น อุตสาหกรรมการก่อสร้าง อุตสาหกรรมยานยนต์ และเฟอร์นิเจอร์ เป็นต้น นักวิจัยและผู้ประกอบการได้ตระหนักถึงปัญหาสิ่งแวดล้อม จึงได้มีหันมาเลือกใช้พอลิเมอร์ทางชีวภาพเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมพอลิยูรีเทน ปัจจุบันนี้มีการนำพอลิออลจากน้ำมันถั่วเหลืองและน้ำมันละหุ่งมาใช้ในการผลิตพอลิออลทางการค้า[26] นอกจากนี้ ยังมีการรายงานถึงการนำน้ำมันพืชชนิดต่าง ๆ มาผลิตเป็นโฟมพอลิยูรีเทน อาทิเช่น การตัดแปรโครงสร้างของน้ำมันปาล์ม[9, 29] น้ำมันคาแรนจา[30] และน้ำมันเรพซิด [17]

### 3.7 สมบัติเกี่ยวกับเสียง

สมบัติเกี่ยวกับเสียง (Acoustic properties) เป็นสมบัติเกี่ยวกับการดูดซับเสียง เกิดขึ้นเมื่อคลื่นเสียงชนพื้นผิว เศษส่วนของเสียงถูกดูดซับและเสียงส่วนที่เหลือถูกสะท้อนกลับ[31] ดังแสดงในรูป 3.9



รูปที่ 3.9 พลังงานเสียงชนกระทบต่อวัสดุดูดซับเสียง[32]

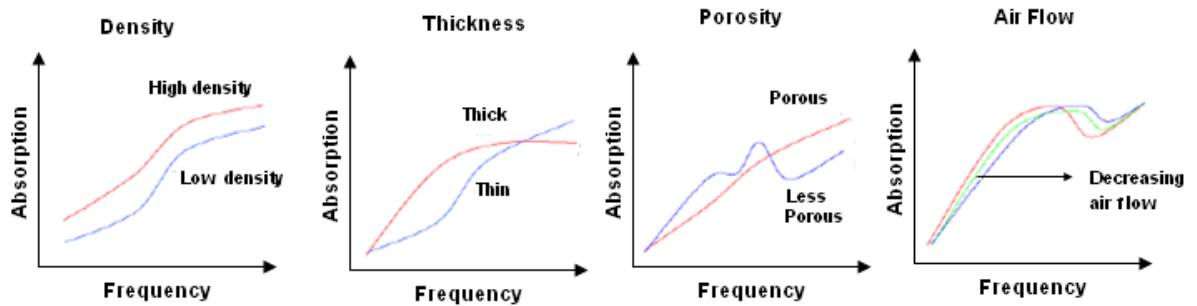
โดยค่าคงที่ของการดูดซับเสียงบนพื้นผิวหาได้จากอัตราส่วนของพลังงานดูดซับต่อพลังงานตกกระทบ สำหรับวัสดุ คือ อัตราส่วนของพลังงานที่เข้าไปในวัสดุ (พลังงานดูดซับหรือพลังงานส่งผ่าน) ต่อพลังงานตกกระทบ ค่าคงที่การดูดซับ ดังแสดงสมการ (3.1)

$$\alpha = \frac{E_i - E_r}{E_t} = \frac{E_\alpha + E_t}{E_i} \quad (3.1)$$

- เมื่อ  $\alpha$  = สัมประสิทธิ์การดูดซับ  
 $E_i$  = พลังงานเสียงที่ตกกระทบพื้นผิว  
 $E_r$  = พลังงานเสียงที่สะท้อน  
 $E_t$  = พลังงานเสียงที่ส่งผ่าน  
 $E_\alpha$  = พลังงานเสียงที่ถูกดูดซับ

สัมประสิทธิ์การดูดซับเสียงของพอลิเมอร์ขึ้นกับ 2 ปัจจัย คือสมบัติทางกายภาพของโพลีเมอร์ เช่น รูปร่างสัญญาณ ความพรุน ความหนาและความหนาแน่น การดูดซับเสียงเพิ่มมากขึ้น เมื่อความหนาแน่น ความหนา ความพรุนและการไหลของอากาศเพิ่มขึ้น [33] ดังแสดงในรูป 3.10 และสมบัติทางด้านโครงสร้างโมเลกุลของพอลิเมอร์ เช่น ความยืดหยุ่น ความหนาแน่นและการเชื่อมขวาง โดยหลักการ เสียงสัมผัสบนพื้นผิวของโพลีเมอร์ที่มีโครงสร้างเซลล์ที่มีลักษณะเปิด คลื่นเสียงจะเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อน เนื่องจากผลของแรงเสียดทานของอากาศและส่วนหนึ่งของพลังงานเสียงเกิดการกระจายในรูปของพลังงานความร้อน เนื่องจากผลของการปลดปล่อยพลังงานของสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์





รูปที่ 3.10 ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับเสียง [34]

การตรวจสอบสมบัติการรับเสียงทำได้ทั้งทางตรงและทางอ้อม ดังนี้

1. การตรวจสอบการดูดซับเสียงทางตรง มีวิธีการตรวจสอบดังนี้
  - Kundt's tube
  - Alpha cabin
  - Reverberation room
2. การตรวจสอบการดูดซับเสียงทางอ้อม มีวิธีการตรวจสอบดังนี้
  - การวัดการไหลของอากาศผ่านความดัน (Airflow measurement as function of pressure drop)
  - การวัดความคดเคี้ยวโดยตรง (Direct tortuosity measurements)

#### 4. วิธีดำเนินการวิจัย

##### 4.1 การเตรียมพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว

นำน้ำมันปาล์มใช้แล้ว (Used palm oil, UPO) ที่มาจากน้ำมันทอดไก่ อ. หาดใหญ่ จ. สงขลา มาดัดแปรโครงสร้างเพื่อผลิตเป็นพอลิออล เป็นสารตั้งต้นสำหรับผลิตโพลีเอสเตอร์ โดยการนำน้ำมันปาล์มใช้แล้วมาทำการกรองเพื่อแยกกากอาหารออกจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว และกรองแยกตะกอนขุ่น และและคำนวณหา % ของปริมาณน้ำมันที่ได้หลังจากการกรอง (% yield) หลังจากนั้นนำน้ำมันปาล์มใช้แล้ว มาทดสอบสมบัติเบื้องต้นของน้ำมัน ได้แก่ หาชนิดและปริมาณของกรดไขมัน OH value, Acid number และ Iodine number

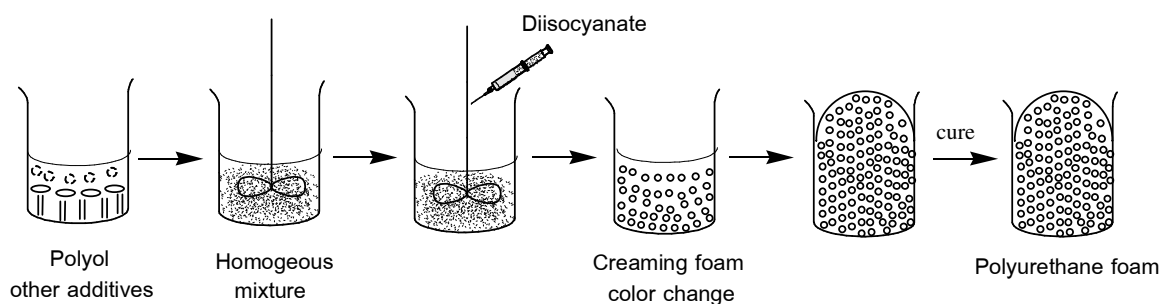
##### 4.2 ศึกษาปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และเวลาในการเตรียมพอลิออล

นำน้ำมันปาล์มใช้แล้วที่ได้จากหัวข้อ 4.1 มาดัดแปรโครงสร้างเพื่อให้เกิดหมู่ไฮดรอกซิล (R-OH) ขึ้นในโครงสร้างโดยผ่านปฏิกิริยาปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน (Epoxidation) และปฏิกิริยาไฮดรอกซิเลชัน (Hydroxylation) แบบขั้นตอนเดียว โดยทำการศึกษาสัดส่วนระหว่างน้ำมันปาล์มใช้แล้วต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อกรดฟอร์มิกที่ระดับ 1 : 2.5 : 5.0 และ 1 : 5.0 : 5.0 โมล ตัวอย่างขั้นตอนการเตรียมน้ำมันปาล์มดัดแปรที่สัดส่วนระหว่างน้ำมันปาล์มใช้แล้วต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อ

กรดฟอสฟอริกที่ระดับ 1: 2.5 : 5.0 ดังนั้นคือ ชั่งน้ำมันปาล์มใช้แล้วมา 250 กรัม (0.295 โมล) ทำการเติมกรดฟอสฟอริกเข้มข้น 99% ลงไป 55.69 มิลลิลิตร (5 โมล) ตามด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้น 35 % ลงไป 64.62 มิลลิลิตร (2.5 โมล) โดยทำการศึกษาระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 2 4 และ 8 ชั่วโมงตามลำดับ ที่อุณหภูมิ 65 °C หลังจากทำปฏิกิริยาตามที่กำหนดไว้ข้างต้น นำน้ำมันปาล์มใช้แล้วตัดแปรที่ได้มาสกัดและล้างด้วยสารละลายผสมระหว่างเอทิลอะซิเตทกับน้ำในอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตร (ปริมาตรรวม 500 มิลลิลิตร) แล้วทำการกำจัดกรดด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนตอิ่มตัว และน้ำเกลือ ตามลำดับ หลังจากนั้นจึงเติมแมกนีเซียมซัลเฟตเพื่อทำการดูดน้ำออกจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วตัดแปร แล้วทำการกลั่นระเหยเอาตัวทำละลายออกไปด้วยเครื่องกลั่นระเหยลดความดัน ได้เป็นพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วตัดแปร (Modified used palm oil, MUPO) แล้วนำมาคำนวณหา % ของปริมาณน้ำมันปาล์มใช้แล้วตัดแปรที่ได้ และนำไปวิเคราะห์หาค่า OH value, Acid number, Iodine number วิเคราะห์โครงสร้างโดยเทคนิค FT-IR และ <sup>1</sup>H-NMR เปรียบเทียบกับน้ำมันปาล์มใช้แล้ว (Used palm oil, UPO) น้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ (Palm oil, PO) และพอลิออลจากน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ตัดแปร (Modified palm oil, MPO)

### 4.3 การเตรียมโฟมพอลิยูรีเทน

นำพอลิออล MPO และพอลิออล MUPO ที่เตรียมได้จากหัวข้อ 4.2 มาเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทน สำหรับกระบวนการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนได้ใช้เทคนิคแบบ One-shot process มีขั้นตอนการเตรียมโฟม ดังแสดงในรูปที่ 4.1 โดยทำการศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ต่อการเกิดโฟมและสมบัติของโฟมพอลิยูรีเทนที่เตรียมได้ ได้แก่ ปริมาณของหมู่ไฮดรอกซิล สัดส่วนของน้ำมันปาล์มใช้แล้วต่อพอลิออลทางการค้า และปริมาณของสารขยายสายโซ่



รูปที่ 4.1 กระบวนการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทน

#### 4.3.1 อิทธิพลของปริมาณไฮดรอกซิลของพอลิออล

นำพอลิออลที่เตรียมจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วมาทำการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทน โดยในสูตรการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนได้กำหนดไดไอโซไซยานเนต (PMDI) มีดัชนีเท่ากับ 100 หมายความว่า ไดไอโซไซยานเนตจะทำปฏิกิริยากับสารที่มีไฮโดรเจนว่องไว (Hydrogen active) ของสารแต่ละชนิดในสูตร (ตัวอย่างการคำนวณดังแสดงในภาคผนวก 1) ดังนั้นสัญลักษณ์ของพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วจะเปลี่ยนจากสัดส่วนของสารและเวลาการทำปฏิกิริยาเป็นค่าไฮดรอกซิลแทน โดยพอลิออลมีค่าไฮดรอกซิลเท่ากับ 100, 160, 170, 200, 240 และ 250 mgKOH/g สูตรในการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนดังแสดงในตารางที่ 4.1 มีขั้นตอนการเตรียมโฟมดังแสดงในรูปที่ 4.1 และศึกษาพฤติกรรมของการเกิดโฟมได้แก่ เวลาการก่อครีม (Cream time) เวลาการฟูตัว (Rise time) เวลาไม่เหนียวติด (Tack free time) ความสูงของโฟม (Top of cup) เปอร์เซ็นต์การยุบตัว (Collapse percentage) และเปอร์เซ็นต์การหดตัว (Shrinkage percentage) เป็นต้น หลังจากคงรูปโฟมพอลิยูรีเทนที่เตรียมได้แล้ว จึงนำมาวัดความหนาแน่น (Density) ตรวจวัดลักษณะเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทน ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron microscope, SEM) วัดขนาดเซลล์และจำนวนเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทน โดยใช้โปรแกรม Image J เวอร์ชัน 4.1 และความต้านทานต่อการกด (Compressive strength) สมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric analysis, TGA)

ตาราง 4.1 สูตรการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนที่พอลิออล MUPO ที่ค่าไฮดรอกซิลระดับต่าง ๆ

Ingredient	Weight (g)
MUPO_100 (OHV = 100 mgKOH/g)	20
B8110	1.6
Water	0.8
Dabco 33LV	0.04
Dabco T-12	0.08
PMDI* (index 100)	13.57

\*ปริมาณ PMDI ปรับตามค่า OHV ของพอลิออล

OHV = 160, 170, 200, 240 และ 250 mgKOH/g ใช้ PMDI = 16.06, 16.37, 17.72, 18.91 และ 19.44 g ตามลำดับ

#### 4.3.2 อิทธิพลของอัตราส่วนระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้า

ศึกษาอัตราส่วนระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิอีเทอร์พอลิออลทางการค้า (Polyether polyol, PEO (OHV = 35 mgKOH/g,  $\overline{M}_n = 5,000$  g/mol) ที่ระดับ 100/0, 95/5, 85/15

และ 75/25 ตามลำดับ โดยพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว ที่ใช้ในการทดลองมีค่า OHV เท่ากับ 100 (MUPO\_100) และ 200 mgKOH/g (MUPO\_200) สูตรที่ใช้การเตรียมโฟมดังแสดงในตารางที่ 4.2 มีขั้นตอนการเตรียมโฟมดังแสดงในรูปที่ 4.1 และศึกษาพฤติกรรมการเกิดโฟม ความหนาแน่น ตรวจวัดลักษณะเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทน ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด วัดขนาดเซลล์และจำนวนเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทน โดยใช้โปรแกรม Image J เวอร์ชัน 4.1 ความต้านทานต่อการกด สมบัติทางความร้อน สมบัติการดูดซับเสียง

**ตาราง 4.2** สูตรการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนที่อัตราส่วนระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้า

Ingredient	Part by Weight (%)	
MUPO polyol_100 (OHV = 100 mgKOH/g)	100, 95, 85, 75	-
MUPO polyol_200 (OHV = 200 mgKOH/g)	-	100
Polyether polyol (OHV = 35 mgKOH/g)	0, 5,15, 25	0, 5,15, 25
B8110	8	8
Water	4	4
Dabco 33LV	0.2	0.2
Dabco T-12	0.4	0.4
PMDI* (index 100)	67.85 <sup>1</sup>	89.50 <sup>2</sup>

\*ปริมาณ PMDI ปรับตามค่าสัดส่วนของ MUPO: PEO

<sup>1</sup>MUPO (OHV =100 mgKOH/g) / PEO 95/5, 85/5 และ 75/25 ใช้ PMDI = 64.96, 59.11, 53.05 ตามลำดับ

<sup>2</sup>MUPO (OHV =200 mgKOH/g) / PEO 95/5, 85/5 และ 75/25 ใช้ PMDI = 85.88, 76.98 และ 69.04 ตามลำดับ

### 4.3.3 อิทธิพลของปริมาณสารขยายสายโซ่

ศึกษาอิทธิพลของสารขยายสายโซ่ โดยใช้เอทิลีน ไกลคอล (Ethylene glycol, EG) ที่ระดับ 0, 5, 15 และ 25% โดยน้ำหนักของพอลิออล ตามสูตรในตารางที่ 4.3 มีขั้นตอนการเตรียมโฟมดังแสดงในรูปที่ 4.1 และศึกษาพฤติกรรมการเกิดโฟม ความหนาแน่น ตรวจวัดลักษณะเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทน ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด วัดขนาดเซลล์และจำนวนเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทน โดยใช้โปรแกรม Image J เวอร์ชัน 4.1 ความต้านทานต่อการกด สมบัติทางความร้อน

**ตารางที่ 4.3** สูตรการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนที่ปริมาณเอทิลีนไกลคอลระดับต่าง ๆ

Ingredient	Part by Weight (%)
MUPO polyol_200 (OHV = 200 mgKOH/g)	75
Polyether polyol (OHV = 35 mgKOH/g)	25
Ethylene glycol (EG)	0, 1, 3, 5
B8110	8
Water	4
Dabco 33LV	0.2
Dabco T-12	0.4
PMDI* (index 100)	

\*ปริมาณ PMDI ปรับตามปริมาณของ Ethylene glycol

EG = 5, 15, 25% ใช้ PMDI = 87.45, 90.40, 97.40 และ 104.40

**4.5 ศึกษาอิทธิพลของดัชนีของไดไอโซไซยาเนต**

การศึกษามวลของดัชนีไอโซไซยาเนตที่ระดับ 90 100 110 และ 130 ของโฟมพอลิยูรีเทนที่เตรียมจากอัตราส่วนระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้าพบว่าที่สัดส่วนของพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว (OHV=200 mgKOH/g) ต่อพอลิออลทางการค้าเป็น 75/25 ตามสูตรในตารางที่ 4.4 มีขั้นตอนการเตรียมโฟมดังแสดงในรูปที่ 4.1 และศึกษาพฤติกรรมการเกิดโฟม ความหนาแน่น ตรวจวัดลักษณะเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด วัดขนาดเซลล์และจำนวนเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทน โดยใช้โปรแกรม Image J เวอร์ชัน 4.1 ความต้านทานต่อการกด สมบัติทางความร้อน

**ตารางที่ 4.4** สูตรการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนที่ปริมาณดัชนีไดไอโซไซยาเนตระดับต่าง ๆ

Ingredient	Part by Weight (%)
MUPO polyol_200 (OHV = 200 mgKOH/g)	75
Polyether polyol (OHV = 35 mgKOH/g)	25
B8110	8
Water	4
Dabco 33LV	0.2
Dabco T-12	0.4
PMDI* (index 100)	89.50

\*Index 90, 110 และ 130 ใช้ PMDI = 80.55, 98.45 และ 116.35

#### 4.6 วิธีการทดสอบสมบัติน้ำมัน

##### 4.6.1 Iodine number

การทดสอบปริมาณไอโอดีน (Iodine number) ในโครงสร้างน้ำมันปาล์มใช้แล้วก่อนและหลังตัดแปรรูปโครงสร้าง เพื่อศึกษาปริมาณพันธะคู่ในโครงสร้างน้ำมัน ตามมาตรฐาน ASTM D4671 โดยเติมสารละลาย Wji's solution ปริมาณ 20 ml ลงในตัวอย่างน้ำมัน 0.05 กรัม และตั้งทิ้งไว้ในที่มืดเป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นทำการไตเตรตด้วยสารละลายโซเดียมไฮโดรเจนไธโอซัลเฟต ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) ความเข้มข้น 0.1N โดยใช้น้ำแบ่งเป็นสารอินดิเคเตอร์ ปริมาณไอโอดีนสามารถคำนวณได้ตาม **ดั่งสมการที่ 4.1**

$$\text{Iodine number} = \left[ \frac{(V_1 - V_2)N \times 100 \times 126.9}{W \times 1000} \right] \quad (4.1)$$

เมื่อ : 126.9 คือน้ำหนักสมมูล (equivalent weight) ของ  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (g)

$V_1$  คือ ปริมาตรของสารละลาย  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  สำหรับการไตเตรตสารละลายเทียบ (ml)

$V_2$  คือ ปริมาตรของสารละลาย  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  สำหรับการไตเตรตตัวอย่าง (ml)

W คือ น้ำหนักของตัวอย่าง (g)

N คือ ความเข้มข้นของ  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (N)

##### 4.6.2. Acid number

การทดสอบปริมาณของกรด (acid number) ในโครงสร้างน้ำมันปาล์มใช้แล้วก่อนและหลังตัดแปรรูปโครงสร้าง เพื่อศึกษาปริมาณกรดไขมันอิสระในโครงสร้างน้ำมัน ตามมาตรฐาน ASTM D4662 โดยเติมสารละลาย เบนซีนและเอทานอล ปริมาณ 50 ml ลงในตัวอย่างน้ำมัน 5.0 กรัม หลังจากนั้นทำการไตเตรตด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ความเข้มข้น 0.1N โดยใช้ฟีนอล์ฟทาไลน์เป็นสารอินดิเคเตอร์ ปริมาณกรดสามารถคำนวณได้ตามสมการที่ (4.2)

$$\text{Acid number} = 56.1 \left[ \frac{A - B}{w} \right] N \quad (4.2)$$

เมื่อ: 56.1 คือน้ำหนักสมมูล (equivalent weight) ของ KOH (g)

A คือ ปริมาตรของสารละลาย KOH สำหรับการไตเตรตตัวอย่าง (ml)

B คือ ปริมาตรของสารละลาย KOH สำหรับการไตเตรตสารละลายเทียบ (ml)

W คือ น้ำหนักของตัวอย่าง (g)

#### 4.6.3 OH number

การทดสอบปริมาณของไฮดรอกซิล (OH number) ในโครงสร้างน้ำมันปาล์มใช้แล้วก่อนและหลังดัดแปรโครงสร้าง เพื่อศึกษาปริมาณไฮดรอกซิล ในโครงสร้างน้ำมัน ตามมาตรฐาน ASTM D4274 โดยเติม phthalic anhydride ปริมาณ 20 ml ลงในน้ำมันปาล์มใช้แล้วดัดแปร หลังจากนั้นทำรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 1 ชม. จากนั้นหล่อเย็นสารผสมจนอุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิห้อง ทำการไตเตรตด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ความเข้มข้น 1.0 N โดยใช้ฟีนอล์ฟทาลีนเป็นสารอินดิเคเตอร์ ปริมาณกรดสามารถคำนวณได้ตามสมการที่ (4.3)

$$\text{OH number} = 56.1 \left[ \frac{B-A}{W} \right] + \text{acid number} \quad (4.3)$$

เมื่อ: 56.1 คือ น้ำหนักสมมูล (equivalent weight) ของ KOH (g)

A คือ ปริมาตรของสารละลาย KOH สำหรับการไตเตรตตัวอย่าง (ml)

B คือ ปริมาตรของสารละลาย KOH สำหรับการไตเตรตสารละลายเทียบ (ml)

W คือ น้ำหนักของตัวอย่าง (g)

#### 4.6.4 Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR)

การวิเคราะห์โครงสร้างของน้ำมันปาล์มใช้แล้วก่อนและหลังดัดแปร มาทดสอบด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR) ยี่ห้อ Nicolet 460 FTIR spectrometer ในช่วงความถี่ระหว่าง 400 – 4000  $\text{cm}^{-1}$  ด้วยเทคนิคแบบส่งผ่าน (Transmission) ในโหมดของ ATR

#### 4.6.5 $^1\text{H}$ Nuclear magnetic resonance spectroscopy, $^1\text{H}$ NMR

การวิเคราะห์โครงสร้างของน้ำมันปาล์มใช้แล้วก่อนและหลังดัดแปร ด้วยเครื่อง Nuclear magnetic resonance (NMR) spectra ที่สนามแม่เหล็กแบบซูเปอร์คอนดักเตอร์ (Superconducting Magnet) โปรตอนอิสระเรโซแนนซ์ที่ความถี่ 500 MHz ในการเตรียมตัวอย่างใช้สารตัวอย่างน้ำหนักประมาณ 1 – 10 mg ละลายในตัวทำละลาย Chloroform-d ( $\text{CDCl}_3$ ) ประมาณ 0.5 – 0.6 ml

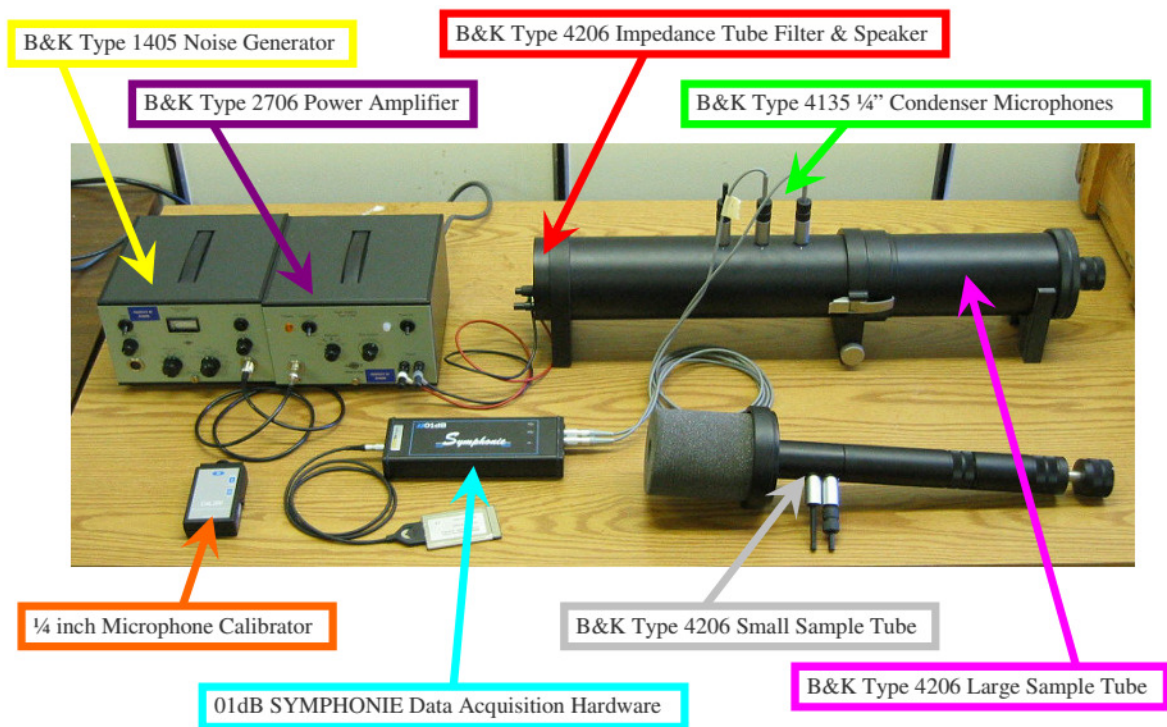
#### 4.6.6 Gel permeation chromatography

การวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลของน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์และน้ำมันปาล์มใช้แล้ว โดยใช้เครื่องเจลเพอเมชันโครมาโตกราฟี (Gel permeation chromatography, GPC) รุ่น prominence ผลิตโดยบริษัท Shimadzu ซึ่งสภาวะทดสอบดังนี้ คอลัมน์ชนิด Shodex GPC KF-806M เส้นผ่านศูนย์กลางภายในขนาด 8 มม. ยาว 300 มม. และ Shodex GPC KF-803L เส้นผ่านศูนย์กลางภายในขนาด 8 มม. ยาว 300 มม. เฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) คือ THF ที่อัตราการไหลเท่ากับ 1 ml/min อุณหภูมิ 40°C สารมาตรฐานชนิดพอลิสไตรีน (Polystyrene, PS) ตัววัดชนิด refractive index และ

ตัวทำละลาย THF เตรียมตัวอย่างความเข้มข้นประมาณ 0.1%w/v และปริมาณตัวอย่างที่ฉีดเท่ากับ 20  $\mu$ l

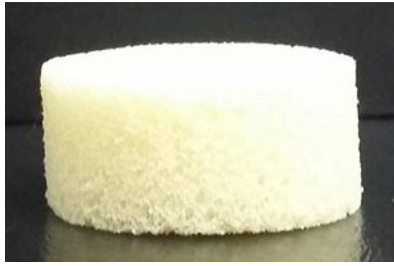
#### 4.6.7 Impedance and absorption of acoustical materials using a tube

ตรวจสอบสมบัติการดูดซับเสียงของโพลียูรีเทน ตามมาตรฐาน ASTM E 1050-90 ใช้ B&K Type 4206 Impedance Tube ซึ่ง Impedance Tube ประกอบด้วย ตัวกรอง (Filter) ลำโพง (Speaker) ท่อขยายเสียง (Propagation tube) และไมโครโฟน (Microphone holders) ดังแสดงในรูปที่ 4.2 ตัวอย่างชิ้นทดสอบ ตัดโพลีให้มีเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 25 มิลลิเมตร และมีความหนาเท่ากับ 1 เซนติเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.2 Impedance tube ที่ใช้ทดสอบการดูดซับเสียงตาม ASTM E 1050-90





รูปที่ 4.3 ลักษณะชั้นทดสอบสมบัติการดูดซับเสียง

ในการทดสอบการดูดซับเสียงใช้คลื่นเสียงในช่วงความถี่ 500-6400 Hz ค่าการดูดซับเสียงวัดผ่านค่าสัมประสิทธิ์การดูดซับเสียง (Acoustic absorption coefficient,  $\alpha$ ) ตามสมการที่ (4.4)

$$\alpha = \frac{I_{\text{incident}} - I_{\text{reflected}}}{I_{\text{incident}}} \quad (4.4)$$

เมื่อ  $\alpha$  = สัมประสิทธิ์การดูดซับเสียง  
 $I_{\text{incident}}$  = พลังงานการดูดซับตกกระทบ  
 $I_{\text{reflected}}$  = พลังงานการดูดซับสะท้อน

#### 4.7 วิธีการทดสอบสมบัติโฟมพอลิยูรีเทน

##### 4.7.1 พฤติกรรมโฟม

4.7.1.1 Cream time คือ เวลาที่สารผสมเริ่มเปลี่ยนจากสถานะของเหลวเปลี่ยนเป็นครีม (สีขาวขุ่น) มีหน่วยเป็นวินาที

4.7.1.2 Gel time คือ เวลาที่โฟมเริ่มเป็นเจล

4.7.1.3 Rise time คือ ช่วงเวลาที่เริ่มเกิดการผสม จนเกิดโฟม โดยสมบูรณ์

4.7.1.4 Tack free time คือ ความแตกต่างของช่วงระยะเวลาระหว่างเทสารประกอบเหลวกับเวลาที่ผิวหน้าของโฟมไม่ยึดติดกับใบพาย เมื่อนำไปทดสอบ แสดงว่าปฏิกิริยาเคมีสิ้นสุดแล้ว

##### 4.7.2 เปอร์เซนต์การหดตัวและเปอร์เซนต์การยุบตัว

4.7.2.1 เปอร์เซนต์การหดตัว (Shrinkage percentage) การศึกษาเปอร์เซนต์การหดตัวทำได้หลังจากโฟมฟูเต็มที่ เมื่อเทียบกับแม่พิมพ์ (mold) หลังจากอบโฟมที่ 50 °C เป็นเวลา 48 ชม. โดยการวัดค่าเฉลี่ยของเส้นรอบวงบริเวณบน กลาง และล่างของโฟม เปอร์เซนต์การหดตัวสามารถคำนวณได้ตามสมการที่ (4.4)

$$\text{Percentage of shrinkage} = \left( \frac{A - B}{A} \right) \times 100 \quad (4.4)$$

- เมื่อ A คือ ค่าเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางบริเวณบน กลาง และล่างของโฟม ก่อนอบ (cm)  
 B คือ ค่าเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางบริเวณบน กลาง และล่างของโฟม หลังอบ (cm)

**4.7.2.2 เปอร์เซนต์การยุบตัว (Collapse percentage)** การศึกษาเปอร์เซนต์การยุบตัว ทำได้หลังจากโฟมฟูหลังจากอบโฟมที่ 50°C เป็นเวลา 48 ชม. โดยการวัดค่าเฉลี่ยของส่วนสูงของโฟม เปอร์เซนต์การยุบตัวสามารถคำนวณได้จากสมการที่ (4.5)

$$\text{Percentage of collapse} = \left( \frac{A - B}{A} \right) \times 100 \quad (4.5)$$

- เมื่อ A คือ ความสูงโดยเฉลี่ยของโฟม ก่อนการอบ (cm)  
 B คือ ความสูงโดยเฉลี่ยของโฟม หลังการอบ (cm)

#### 4.7.3 จำนวนเซลล์และขนาดเซลล์โฟม

จำนวนเซลล์และขนาดเซลล์โฟมสามารถตรวจสอบโดยใช้ Image J program เวอร์ชัน 4.1

#### 4.7.4 ความหนาแน่นของโฟม (Density)

การตรวจสอบความหนาแน่นของโฟมตามมาตรฐาน ASTM D1622สามารถทำได้โดยตัดชิ้นตัวอย่างโฟมขนาด 50 × 50 × 30 mm (กว้าง×ยาว×สูง) วัดขนาด โดยใช้เวอร์เนีย คาลิปเปอร์ และชั่งน้ำหนักชิ้นตัวอย่างด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง ความหนาแน่นของโฟม สามารถคำนวณได้ตามสมการที่ (4.6)

$$\text{Density} = \frac{m}{V} \quad (4.6)$$

เมื่อ m = น้ำหนักของโฟมเริ่มต้น (Kg)

V = ปริมาตรของโฟมหลังการอบ (m<sup>3</sup>)

#### 4.7.5 ความต้านทานต่อแรงกด (Compressive strength)

การทดสอบความต้านทานต่อแรงกดของโฟม ตามมาตรฐาน ASTM D1621-00สามารถทำได้โดยตัดชิ้นตัวอย่างโฟมขนาด 50 × 50 × 30 mm (กว้าง×ยาว×สูง) วัดขนาด โดยใช้เวอร์เนีย คาลิปเปอร์ โดยใช้เครื่อง Instron universal อ่านแรงที่ระยะกด 10% ของความสูงของโฟม

#### 4.7.6 การตรวจลักษณะทางสัณฐานวิทยาของโพลีเอทิลีนด้วยเครื่อง SEM

การตรวจลักษณะทางสัณฐานวิทยาของโพลีเอทิลีนทำได้โดยนำชิ้นตัวอย่างโพลีเอทิลีนมาติดบนแท่นทองเหลือง (stub) จากนั้นนำชิ้นตัวอย่างไปเคลือบทอง หลังจากนั้นนำชิ้นตัวอย่างไปตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเครื่อง SEM (Jeol JSM-5800 LV) โดยใช้กำลังขยาย 30 เท่า

#### 4.7.7 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของโพลีเอทิลีนด้วยเครื่อง TGA

ความเสถียรทางความร้อนของโพลีเอทิลีนสามารถตรวจสอบได้โดยใช้เครื่อง Simultaneous Thermal analysis (STA, STA 449 F3 Jupiter ®) Netzsch Comp ให้ความร้อนในอัตรา 10°C/min ที่อุณหภูมิ 20 ถึง 600 °C

#### 4.7.8 สมบัติการดูดซับเสียง

การตรวจสอบสมบัติการดูดซับเสียงของโพลีเอทิลีน ตามมาตรฐาน ASTM E 1050 90 ใช้ Kundt's tube โดยสมบัติการดูดซับเสียงของโพลีเอทิลีนสามารถตรวจสอบผ่านค่าสัมประสิทธิ์การดูดซับเสียง (acoustic absorption coefficient,  $\alpha$ ) ดังสมการที่ 4.7 ในช่วงความถี่ 500-6400 Hz

$$\alpha = \frac{I_{\text{incident}} - I_{\text{reflected}}}{I_{\text{incident}}} \quad (4.7)$$

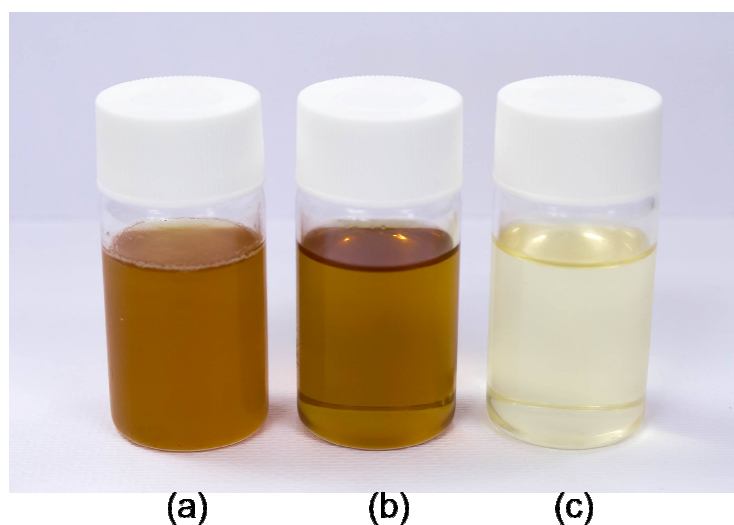
เมื่อ  $I_{\text{incident}}$  = พลังงานการดูดซับตกกระทบ

$I_{\text{reflected}}$  = พลังงานการดูดซับสะท้อน

## 5. ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

### 5.1 ลักษณะพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้

เมื่อนำน้ำมันปาล์มใช้มีสีน้ำตาลเข้ม (รูปที่ 5.1(a)) เมื่อนำมาผ่านกระบวนการกรองจะได้ น้ำมันปาล์มใช้มีสีน้ำตาลใสจากเดิม (รูปที่ 5.1(b)) โดยปริมาณของน้ำมันปาล์มใช้แล้วหลังการกรอง คิดเป็น 54.21 % ของน้ำหนักน้ำมันปาล์มก่อนกรอง และเมื่อนำน้ำมันปาล์มใช้แล้วหลังจากกรองมา ผ่านปฏิกิริยาดัดแปรเปลี่ยนเป็นพอลิออล น้ำมันปาล์มใช้แล้วดัดแปรจะมีสีเหลืองใสขึ้น ดังแสดงใน รูปที่ 5.1(c)



รูปที่ 5.1 (a) ลักษณะน้ำมันปาล์มใช้แล้ว (b) น้ำมันปาล์มใช้แล้วหลังกรอง (c) น้ำมันพอลิออลจาก น้ำมันปาล์มใช้แล้ว

### 5.2 ผลของปริมาณไฮโดรเจน เปอร์ออกไซด์และเวลาการเตรียมพอลิออล

การดัดแปรน้ำมันปาล์มใช้แล้วเป็นพอลิออล ผ่านปฏิกิริยาปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน (Epoxidation) และปฏิกิริยาไฮดรอกซิเลชัน (Hydroxylation) แบบขั้นตอนเดียว โดยทำการศึกษา สัดส่วนระหว่างน้ำมันปาล์มใช้แล้วต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อกรดฟอร์มิกที่ระดับ 1 : 2.5 : 5.0 และ 1 : 5.0 : 5.0 โมล และทำการศึกษาระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 2 4 และ 8 ชั่วโมง ตามลำดับ ที่อุณหภูมิ 65 °C โดยน้ำหนักพอลิออลที่สังเคราะห์ได้โดยเฉลี่ยคิดเป็น 90% ของน้ำหนัก น้ำมันปาล์มหลังกรอง แล้วนำพอลิออลดังกล่าวไปวิเคราะห์หาค่า OH value, Acid number, Iodine number ดังแสดงในตารางที่ 5.1 และทำการยืนยันโครงสร้างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว โดย นำไปวิเคราะห์โครงสร้างโดยเทคนิค FT-IR และ <sup>1</sup>H-NMR และทำการวัดค่าน้ำหนักโมเลกุลโดย เฉลี่ย ดังแสดงในรูปที่ 5.1 และ 5.2 ตามลำดับ

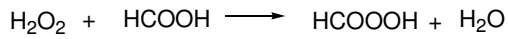
ตารางที่ 5.1 สมบัติของพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว

	Unmodified used palm oil	Polyol based on UPO UPO:H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> :HCOOH (mol)					
		(1.0 : 2.5: 5.0)			(1.0 : 2.5: 5.0)		
		2	4	8	2	4	8
Reaction time (hr)							
Properties							
Iodine Number (mgI <sub>2</sub> /g)	39.51	10.22	7.40	0.50	5.31	2.22	0
Acid Number (mgKOH/g)	1.39	0.08	0.39	0.54	0.28	0.47	0.47
Hydroxyl value (mgKOH/g)	0	100	160	170	200	240	250
Yield (%)	-	87	100	86	97	99	97

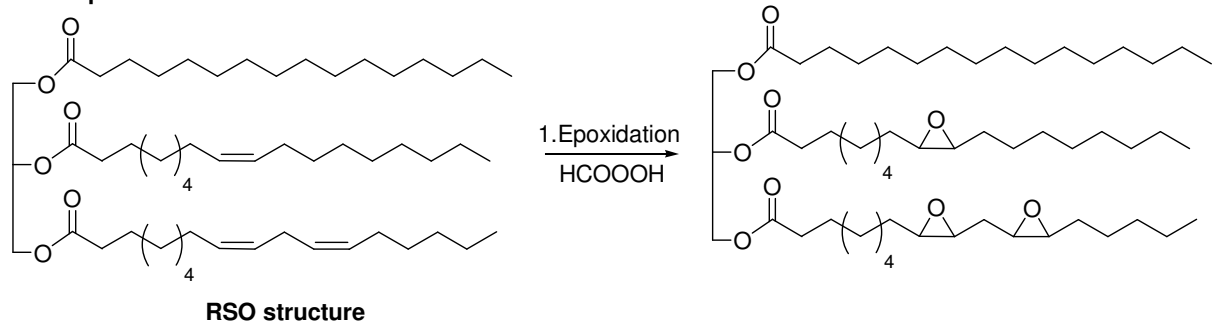
จากตารางที่ 5.1 พบว่าน้ำมันปาล์มใช้มีปริมาณกรดสูงสุดเท่ากับ 1.39 mg KOH/g แต่หลังจากทำการตัดแปรโครงสร้างน้ำมันปาล์มใช้ พบว่าปริมาณกรดลดลง อาจเนื่องจากหลังทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน และไฮดรอกซิเลชัน มีการล้างกรดออกเพื่อให้พอลิออลที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์มากขึ้น สำหรับค่าไฮดรอกซิล ของพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว ทั้งที่สัดส่วนระหว่างน้ำมันปาล์มใช้แล้วต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อกรดฟอร์มิกที่ระดับ 1: 2.5 : 5.0 และ 1 : 5.0 : 5.0 โมล มีค่าเพิ่มสูงขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา แต่ที่เวลาการทำปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง ไม่ได้ให้ค่าไฮดรอกซิล ต่างจากพอลิออลสังเคราะห์จากการทำปฏิกิริยา 4 ชั่วโมง และเมื่อเปรียบเทียบระหว่างสัดส่วนน้ำมันปาล์มใช้แล้วต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อกรดฟอร์มิก พบว่าที่สัดส่วน 1 : 5.0 : 5.0 โมล ให้พอลิออลที่มีค่าไฮดรอกซิลสูงกว่า ทั้งนี้เป็นเพราะว่าการเพิ่มสารไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ซึ่งเป็นสารออกซิไดซ์ เปิดหมู่อีพอกไซด์แล้วไฮโดรไซด์เป็นหมู่ไฮดรอกซิล ส่งผลให้หมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้างของน้ำมันเพิ่มขึ้น ค่าไฮดรอกซิลของพอลิออลสังเคราะห์ดังกล่าวสอดคล้องกับค่าไอโอดีนของน้ำมันปาล์มตัดแปรทั้งสองชนิดมีค่าลดลง เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยานานขึ้น ปริมาณไอโอดีนของน้ำมันปาล์มใช้แล้ว มีค่าไอโอดีน นัมเบอร์เท่ากับ 39.51 mgI<sub>2</sub>/g สำหรับน้ำมันปาล์มโดยทั่วไปจะมีค่า Iodine number ไม่เกิน 56 mgI<sub>2</sub>/g (Hayyan, *et al.* 2011 and Lai, *et al.* 2013) โดยปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันและไฮดรอกซิเลชันจะเกิดตรงตำแหน่งพันธะคู่ที่มีอยู่ในโครงสร้าง โดยจะถูกเปลี่ยนเป็นหมู่ฟังก์ชันอีพอกซี และเมื่อทำปฏิกิริยาไฮดรอกซิเลชันบริเวณหมู่ฟังก์ชันอีพอกซีจะเกิดการเปิดวงเป็นหมู่ไฮดรอกซิล ลักษณะโครงสร้างที่มีความเป็นไปได้อย่างแสดงในรูปที่ 5.1 ดังนั้นจึงส่งผลน้ำมันปาล์มใช้แล้วตัดแปร หรือพอลิออลที่สังเคราะห์จากน้ำมันปาล์มใช้มีค่าไอโอดีน นัมเบอร์ลดต่ำลง แต่ค่า OH value เพิ่มขึ้น เมื่อเวลาในการเกิดปฏิกิริยาและปริมาณของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์นี้ประสบความสำเร็จในการตัดแปรโครงสร้าง

ของน้ำมันปาล์มใช้แล้วเป็นพอลิออล ซึ่งสอดคล้องกับค่าไอโอดีนของน้ำมันปาล์มดัดแปรทั้งสองชนิด มีค่าลดลง เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยานานขึ้น

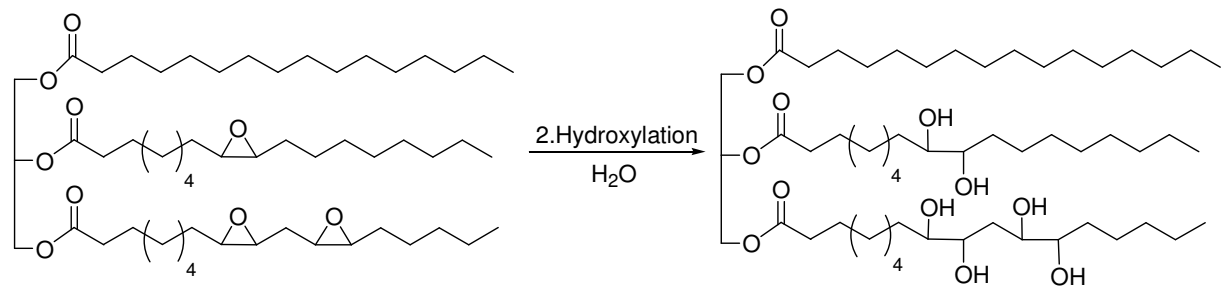
**A. Formation of peroxyacid**



**B. Epoxidation**

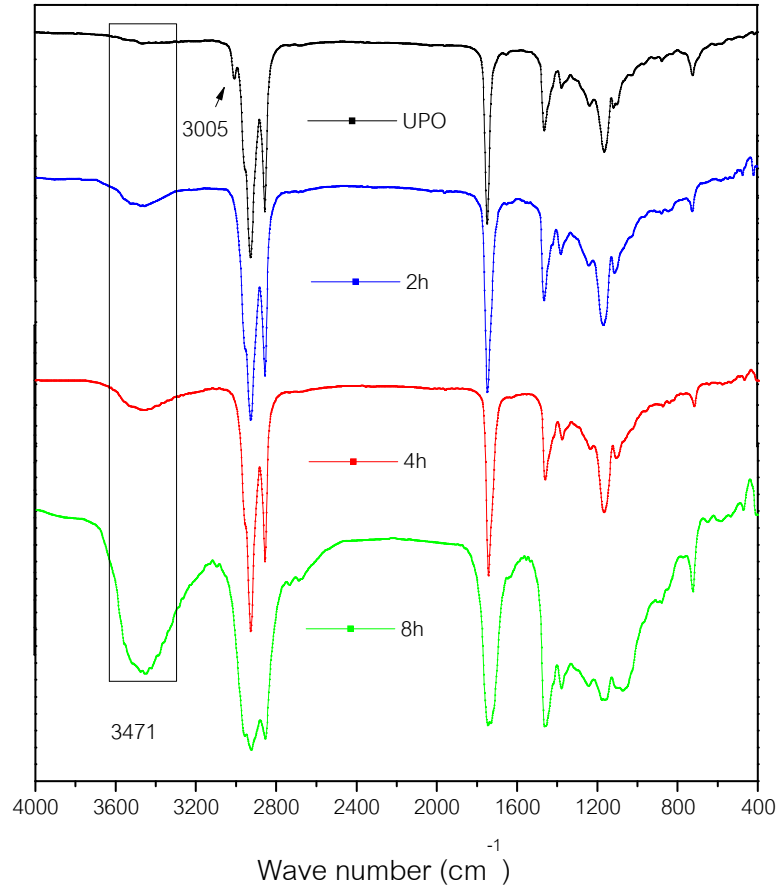


**C. Hydroxylation**



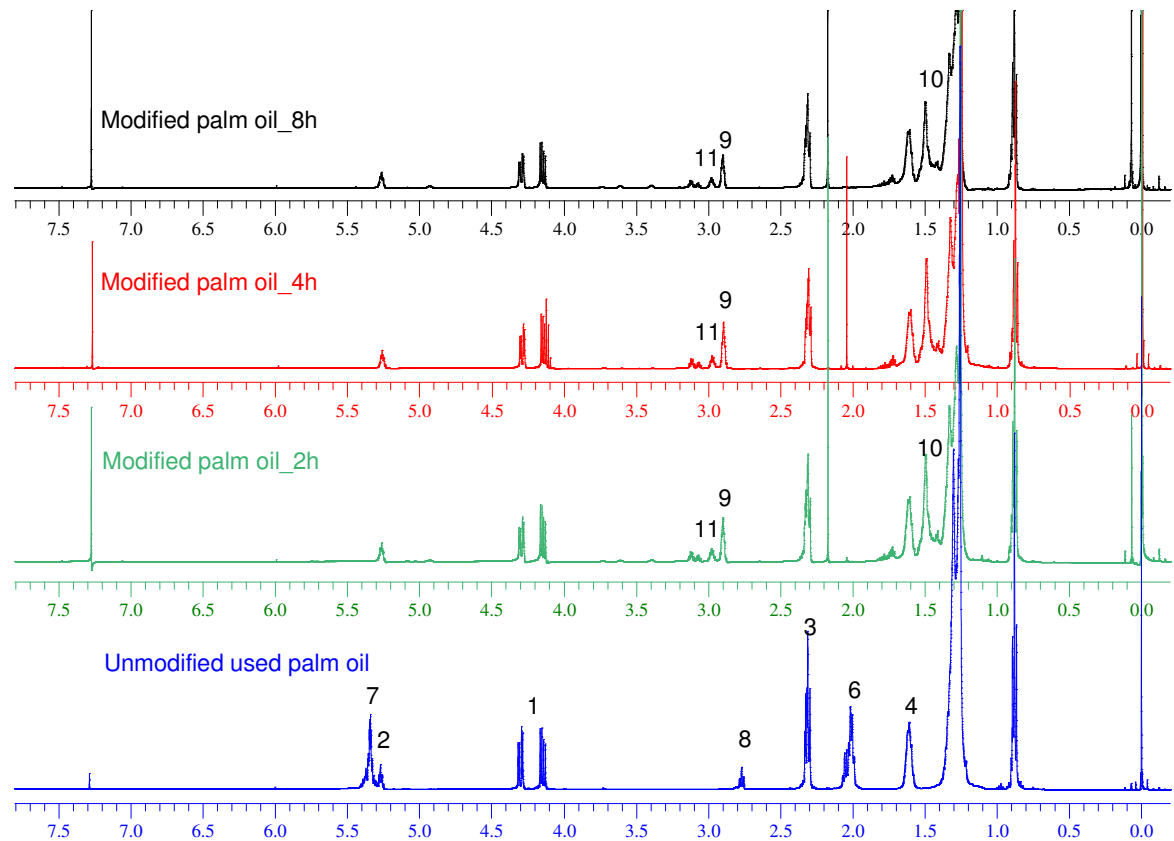
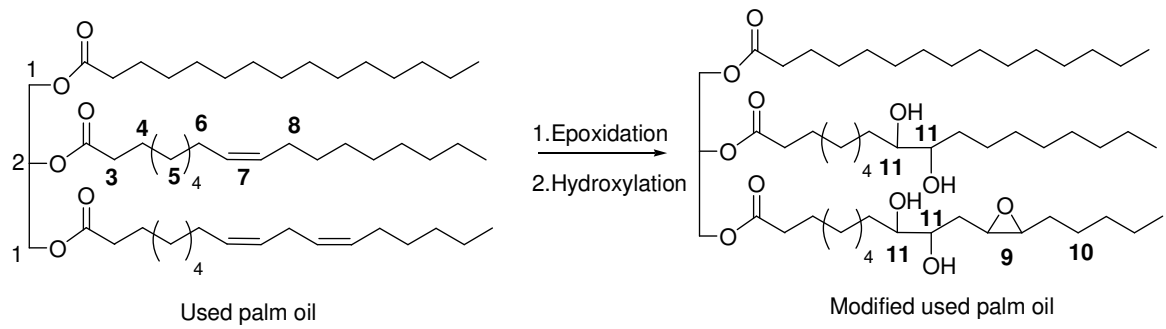
รูปที่ 5.1 ปฏิกิริยาการดัดแปรโครงสร้างน้ำมันปาล์มใช้แล้ว (A) การเกิดกรดเปอร์ออกซี (B) ปฏิกิริยาอีพอกซีเดชัน และ (C) ปฏิกิริยาไฮดรอกซีเลชัน

อย่างไรก็ตามโครงสร้างของพอลิออล ได้นำมาวิเคราะห์โครงสร้างเพิ่มเติมด้วยเทคนิค FTIR และ <sup>1</sup>H-NMR ดังแสดงในรูปที่ 5.1 และ 5.2 ตามลำดับ



รูปที่ 5.2 FTIR สเปกตรัมของพอลิออลสังเคราะห์จากน้ำมันปาล์มใช้แล้วที่สัดส่วนปาล์มใช้แล้วต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อกรดฟอร์มิกเป็น 1 : 5.0 : 5.0 โมล

จากรูปที่ 5.2 สเปกตรัมของน้ำมันปาล์มใช้แล้วที่ความยาวคลื่นสัญญาณที่  $3003\text{ cm}^{-1}$  แสดงตำแหน่งของพันธะคู่ในโครงสร้างน้ำมันปาล์มใช้แล้ว และหลังจากการตัดแปรรูปโครงสร้างน้ำมันด้วยปฏิกิริยาไฮดรอกซิเดชันและไฮดรอกซิเลชัน พบสัญญาณใหม่ที่ความยาวคลื่น  $3471\text{ cm}^{-1}$  แสดงตำแหน่งของหมู่ไฮดรอกซิลในน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ตัดแปรรูป และไม่ปรากฏพีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น  $3003\text{ cm}^{-1}$  แสดงว่าเกิดการตัดแปรรูปโครงสร้างของน้ำมันตรงบริเวณพันธะคู่เปลี่ยนเป็นหมู่ไฮดรอกซิล



รูปที่ 5.3  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรา ของพอลิออลสังเคราะห์จากน้ำมันปาล์มใช้แล้วที่สกัดส่วนปาล์มใช้แล้ว ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อกรดฟอร์มิกเป็น 1 : 5.0 : 5.0 โมล

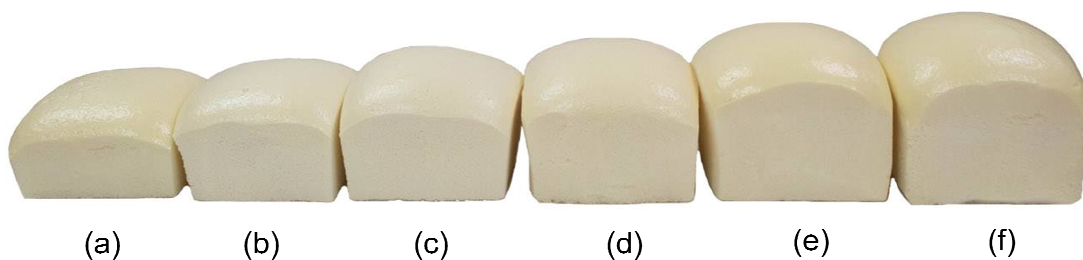
จากรูปที่ 5.3 ลักษณะของสเปกตรัมของน้ำมันปาล์มใช้แล้วจะปรากฏสัญญาณ  $\delta$  4.0-4.4 ppm (1) เป็นสัญญาณของหมู่เมทิลลีน โปรตอน และสัญญาณ  $\delta$  5.2-5.3 ppm (2) เป็นสัญญาณของหมู่เมทิล โปรตอน ของโครงสร้างหลัก และปรากฏสัญญาณ  $\delta$  5.3-5.4 ppm (7) ซึ่งเป็นสัญญาณของหมู่ฟังก์ชันโอเลฟินิก (Olefinic) ซึ่งเป็นกรดไขมันไม่อิ่มตัวที่มีอยู่ในน้ำมันปาล์มใช้แล้ว หลังจากการตัดแปรโครงสร้างน้ำมันปาล์มใช้แล้ว ปรากฏสัญญาณที่  $\delta$  3.00-3.20 ppm (11) ซึ่งเป็นสัญญาณของเมทิลที่ติดกับ  $2^\circ$  ไฮดรอกซิลแสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยาไฮดรอกซิลเลชันเกิดขึ้น ได้เป็นน้ำมันไฮดรอกซิลเลท แต่อย่างไรก็ตาม ยังคงปรากฏสัญญาณของหมู่อีพอกซีที่  $\delta$  2.80-3.00 ppm



(9) และที่  $\delta$  1.40-1.55 ppm (10) เป็นสัญญาณของ เบต้า-เมทิลีน โปรตอน ที่ติดกับหมู่อีพอกไซด์ ( $\beta$ -CH<sub>2</sub> adjacent to epoxy group) ทั้งนี้อาจเป็นไปได้ว่า การใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ซึ่งเป็นสารออกซิไดซ์ที่มากเกินไป ทำให้เกิดปฏิกิริยาผันกลับเปลี่ยนหมู่ไฮดรอกซิลบางส่วนเป็นหมู่อีพอกไซด์ แต่หมู่อีพอกไซด์ในโครงสร้างนี้ ไม่สามารถตรวจพบด้วยเทคนิค FTIR คาดว่าน่าจะมีในปริมาณน้อย อย่างไรก็ตามหมู่อีพอกไซด์ในโครงสร้างไม่รบกวนปฏิกิริยาในระบบการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทน การมีโครงสร้างอีพอกไซด์ยังน่าจะช่วยให้โครงสร้างพอลิออลมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นได้อีกด้วย

## 5.2 ผลของปริมาณไฮดรอกซิลของพอลิออลต่อสมบัติโฟมพอลิยูรีเทน

นำพอลิออลที่เตรียมจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วมาทำการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทน โดยศึกษาอิทธิพลของปริมาณไฮดรอกซิลในพอลิออลต่อพฤติกรรมเกิดโฟมและสมบัติทางกายภาพ ดังแสดงในตารางที่ 5.1 ลักษณะทางกายภาพของโฟมดังแสดงในรูปที่ 5.4



รูปที่ 5.4 ลักษณะโฟมพอลิยูรีเทนเตรียมจากพอลิออลน้ำมันปาล์มใช้แล้วที่มีค่า OHV ระดับต่าง ๆ  
(a) OHV = 100 (b) OHV = 160 (c) OHV = 170 (d) OHV = 200 (e) OHV = 240  
(f) OHV = 250 mgKOH/g

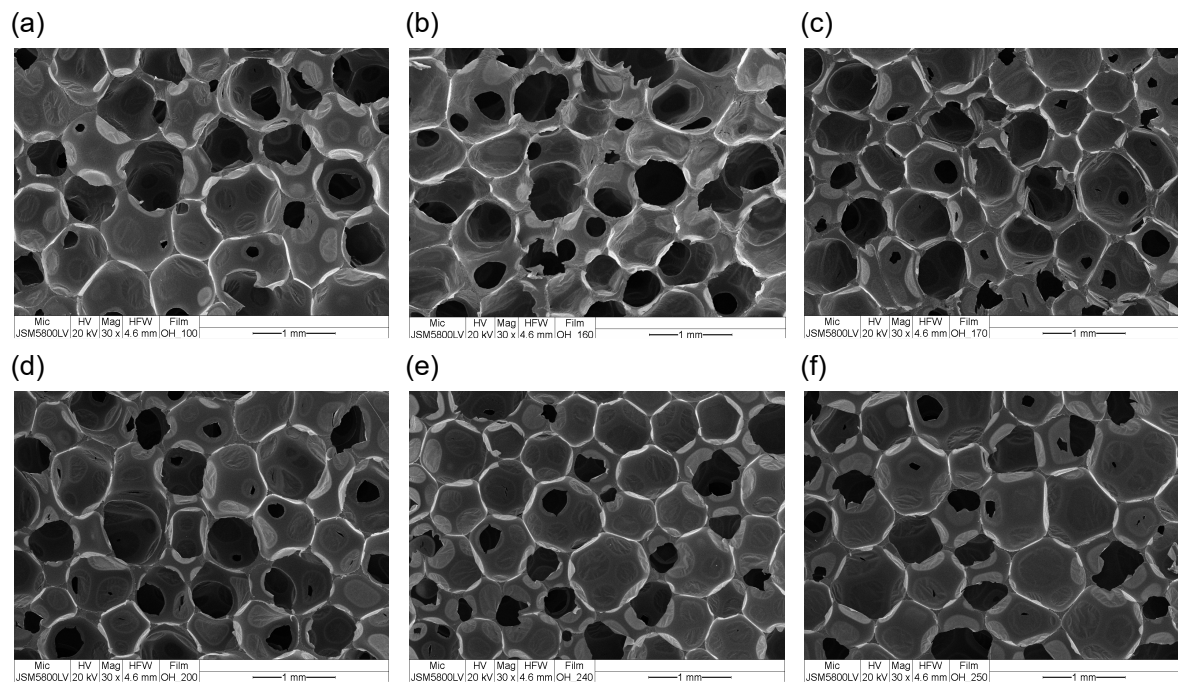
จากรูปที่ 5.4 จะเห็นได้ว่าพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วสามารถเตรียมเป็นโฟมพอลิยูรีเทนได้ จะเห็นว่าค่าไฮดรอกซิลของพอลิออลมีค่าเพิ่มสูงขึ้น ให้ความสูงของโฟมเพิ่มสูงขึ้น และโฟมมีลักษณะแข็งเปราะมากขึ้น ทั้งนี้อาจเป็นเพราะกว่าในการเกิดปฏิกิริยาโฟมพอลิยูรีเทนเป็นปฏิกิริยาการคายความร้อน การที่พอลิออลมีค่าไฮดรอกซิลเพิ่มขึ้น การใช้ไดไอโซไซยาเนตเพิ่มขึ้น เช่นเดียวกัน ความร้อนจากปฏิกิริยาคายความร้อนในระบบเพิ่มขึ้นเช่นกัน ช่วยให้การฟูตัวของโฟมเพิ่มสูงขึ้น

ตารางที่ 5.2 ผลของปริมาณไฮดรอกซิลในพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วต่อพฤติกรรมการเกิดโฟมและสมบัติทางกายภาพ

	Polyol based on modified used palm oil					
	MUPO_100	MUPO_160	MUPO_170	MUPO_200	MUPO_240	MUPO_250
<b>Foam characteristic</b>						
Cream time (s)	33	45	48	50	75	82
Rise time (s)	225	251	302	319	323	423
Tack free time (min)	1368	1536	1588	1700	1724	1947
Top of cup (mm)	73.96	86.80	86.85	87.22	93.68	95.35
Shrinkage (%)	4.08	2.07	1.85	1.68	1.01	0.42
Collapse (%)	2.30	0.31	0.21	0.16	0.13	0.11
<b>Properties</b>						
Density (Kg/m <sup>3</sup> )	43.66	45.41	45.79	47.73	38.44	36.50
Cell size (mm)	0.84	0.64	0.63	0.61	0.66	0.68
Cell count/cm	25	25	24	26	22	20
Compressive strength at 10% strain (KPa)	25.77	45.63	43.81	60.32	76.58	86.90

จากตารางที่ 5.1 พบว่าปริมาณของไฮดรอกซิลของพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว มีผลต่อพฤติกรรมของการเกิดโฟมอย่างชัดเจน โดยพบว่าเวลาการก่อกริม เวลาการฟุ้ง และเวลาไม่เหนียวติด จะใช้เวลาเพิ่มขึ้นทั้งนี้เป็นเพราะว่าปริมาณหมู่ไฮดรอกซิลเพิ่มขึ้น ทำให้ต้องใช้ไดโซไซยาเนตเพิ่มขึ้น เพื่อปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์ ทำให้เวลาในการเกิดโฟมจะเพิ่มขึ้นตามไปด้วย โฟมที่ได้มีลักษณะแข็งเปราะเพิ่มขึ้น ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์การหดตัว และยุบตัวของโฟมลดลง

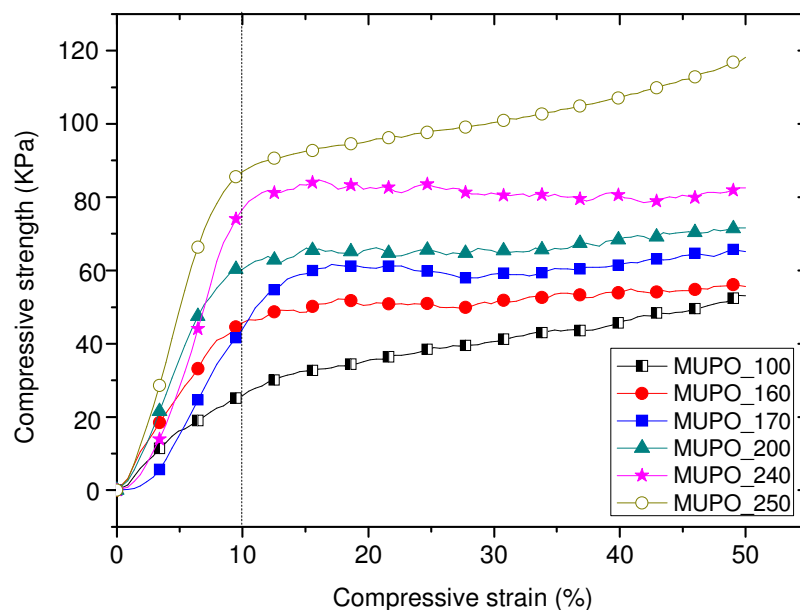
ค่าความหนาแน่นของโฟมพอลิยูรีเทนมีแนวโน้มลดลงตามปริมาณค่าไฮดรอกซิลของพอลิออลที่เพิ่มขึ้น สอดคล้องกับอัตราการฟุ้งที่เพิ่มขึ้นอันเนื่องมาจากความร้อนที่เพิ่มสูงขึ้นจากปฏิกิริยาการคายความร้อนในการเกิดโฟมพอลิยูรีเทนในระบบ ช่วยให้เกิดเซลล์ได้ง่ายขึ้น ลักษณะเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทนที่เตรียมได้ ได้นำมาตรวจวัดลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM และใช้โปรแกรม Image J เวอร์ชัน 4.1 ในการวัดขนาดเซลล์เฉลี่ย และจำนวนเซลล์ในระนาบความยาว 1 เซนติเมตร ดังแสดงในรูปที่ 5.4



รูปที่ 5.4 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของโฟมพอลิยูรีเทนจากพอลิออลน้ำมันปาล์มใช้แล้วที่มีค่า OHV ระดับต่าง ๆ (a) OHV = 100 (b) OHV = 160 (c) OHV = 170 (d) OHV = 200 (e) OHV = 240 (f) OHV = 250 mgKOH/g

จากรูปที่ 5.4 ลักษณะเซลล์ที่ได้จากพอลิออลน้ำมันปาล์มใช้แล้ว มีลักษณะเป็นเซลล์ปิด ทุกระดับที่มีค่าไฮดรอกซิลตั้งแต่ 100 – 250 mgKOH/g และขนาดเซลล์จะมีขนาดใหญ่ขึ้น เมื่อค่าไฮดรอกซิลของพอลิออลเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เป็นเพราะว่านิวคลีโอในการก่อกองเพิ่มขึ้นทำให้การเกิดฟองเกิดขึ้นได้ง่ายขึ้น ขนาดของเซลล์มีความสัมพันธ์สอดคล้องกับจำนวนเซลล์ต่อ 1 เซนติเมตร ต่อค่า

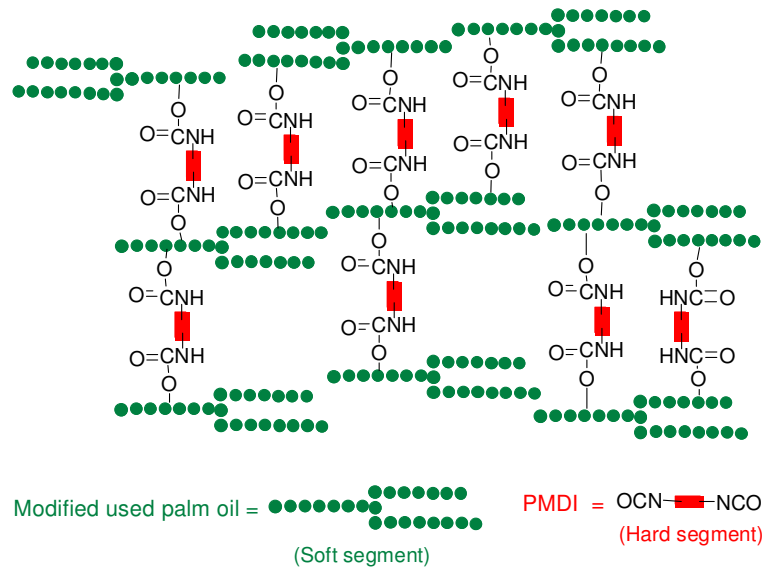
ความหนาแน่น กล่าวคือเมื่อค่าไฮดรอกซิลของพอลิโอลเพิ่มขึ้น ค่าความหนาแน่นลดน้อยลง ขนาดเซลล์ใหญ่ขึ้น จำนวนเซลล์ในหน่วย 1 เซนติเมตรมีจำนวนน้อยลง ผลการทดลองนี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Zhang, et al. (2015) [35] ที่ทำการเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็ง (rigid foam) จากการผสมระหว่างพอลิโอลจากธรรมชาติกับพอลิโอลจากอุตสาหกรรมปิโตรเคมี โดยพอลิโอลจากธรรมชาติจะเตรียมจากน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์มาทำปฏิกิริยากับกรดไขมันไม่อิ่มตัวของน้ำมันละหุ่ง (Ricinoleic acid) ที่อุณหภูมิ 130 – 170 °C ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน โดยไม่มีการใช้สารตัวเร่งและสารละลาย ได้เป็นพอลิโอลที่มีชื่อว่า Soy-castor oil based polyol, SCP (OHV 148,  $\overline{M}_n = 702$  g/mol) และพอลิโอลจากปิโตรเคมี คือ Polypropylene glycol, P450 (OHV 355,  $\overline{M}_n = 2,611$  g/mol) พบว่าการผสม P450 เพิ่มมากขึ้นส่งผลให้ความหนืดในระบบเพิ่มขึ้น ค่าไฮดรอกซิลเพิ่มขึ้น ความหนาแน่นมีแนวโน้มลดลง เนื่องจากความหนืดของพอลิโอลเพิ่มขึ้น เกิดการก่อเป็นนิวคลีโอลลดน้อยลงในการเกิดฟองได้ยากขึ้น ปฏิกิริยาการเกิดโฟมเกิดขึ้นได้เร็วขึ้นอันเนื่องมาจากทั้งปริมาณไฮดรอกซิลที่เพิ่มขึ้น และหมู่ไฮดรอกซิลเป็นแบบปฐมภูมิ (primary hydroxyl) ใน P450 จึงเกิดปฏิกิริยาได้เร็วกว่าหมู่ไฮดรอกซิลเป็นแบบทุติยภูมิ (secondary hydroxyl) ของ SCP ลักษณะเซลล์เป็นเซลล์ปิดมากขึ้น ขนาดเซลล์มีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อค่าไฮดรอกซิลเพิ่มขึ้น



รูปที่ 5.5 ค่าความต้านทานการกดของโฟมพอลิยูรีเทนที่เตรียมจากพอลิโอลน้ำมันปาล์มใช้แล้ว

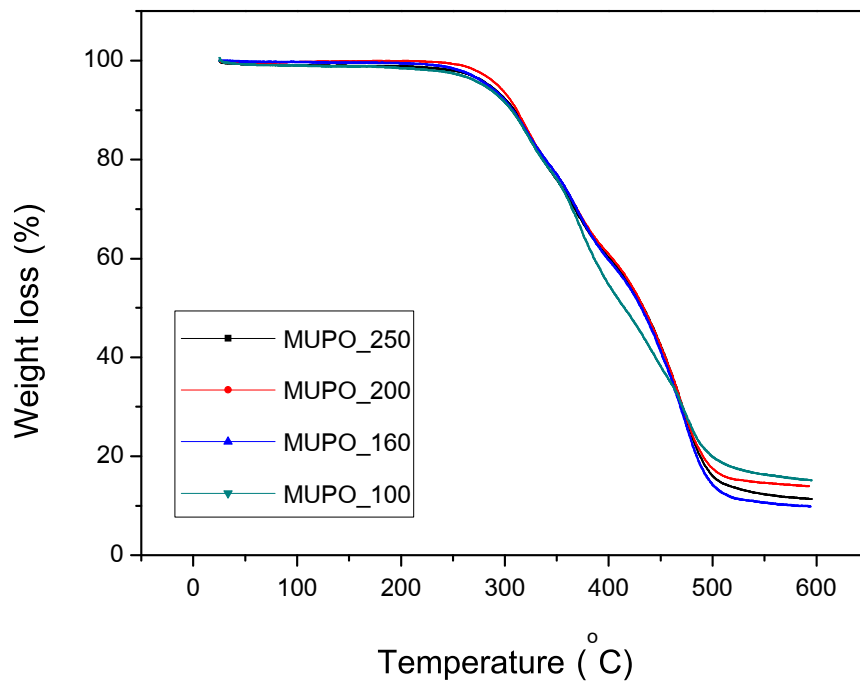
จากรูปที่ 5.5 ผลของปริมาณไฮดรอกซิลในพอลิโอลต่อค่าการทดสอบความต้านทานต่อการกดที่ระยะกด 10% (Compressive stress at 10% strain) พบว่าเมื่อค่าไฮดรอกซิลของพอลิโอลเพิ่มขึ้นความต้านทานต่อการกดมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เป็นเพราะว่าปริมาณไฮดรอกซิลของพอลิโอลเพิ่มขึ้นจะทำให้เกิดส่วนที่แข็ง (Hard segment) หรือพันธะยูรีเทน (Urethane linkage) เพิ่มขึ้น

ดังแสดงในรูปที่ 5.6 ส่งผลให้ผนังเซลล์มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น โฟมที่ได้จะมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น ให้ค่าความต้านทานต่อการกดเพิ่มสูงขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับการทดลองของ Thirumal, *et al.* (2008) [36] และ Zhang, *et al.* (2015) [35] ได้รายงานว่าค่า OH number ของพอลิออลที่เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ผนังโฟมมีความแข็งแรงมากขึ้น โฟมที่ได้มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น

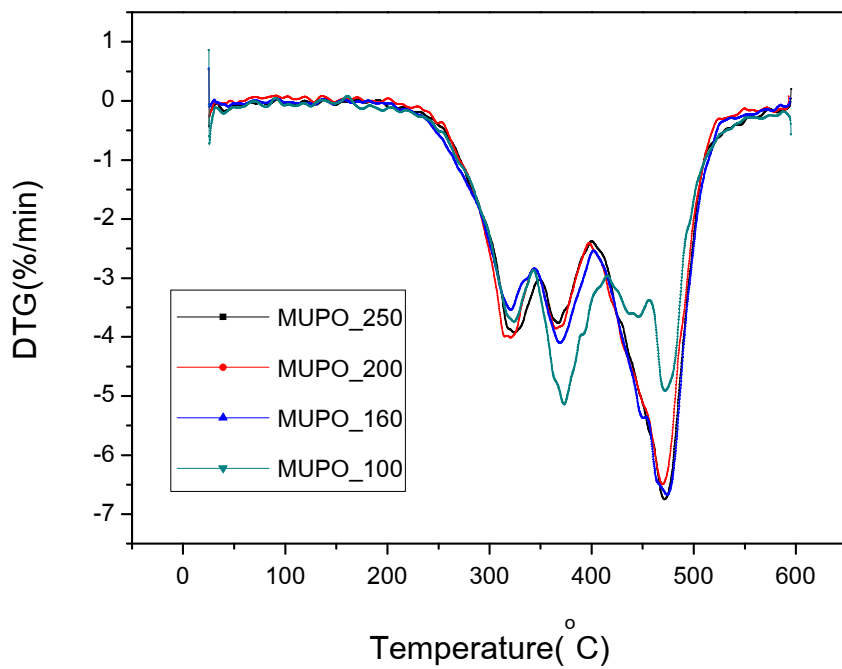


รูปที่ 5.6 ลักษณะสูตรโครงสร้างของโฟมพอลิยูรีเทนจากพอลิออลน้ำมันปาล์มใช้

### ผลของปริมาณไฮดรอกซิลต่อสมบัติทางความร้อน



รูปที่ 5.7 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่ออุณหภูมิของโพลียูรีเทนจากพอลิออลน้ำมันปาล์มใช้แล้ว



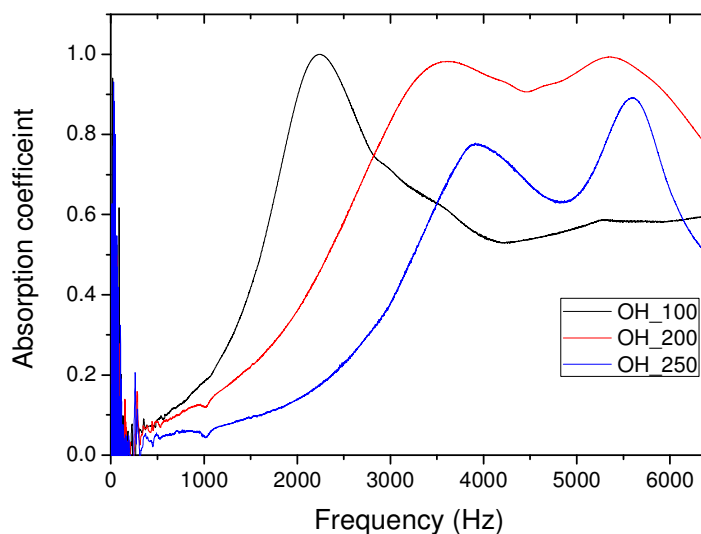
รูปที่ 5.7 กราฟ DTG ต่ออุณหภูมิอุณหภูมิของโพลียูรีเทนจากพอลิออลน้ำมันปาล์มใช้แล้ว

ตารางที่ 5.3 สมบัติทางความร้อนของโพลีเอทิลีนจากพอลิเอทิลีนน้ำมันปาล์มใช้

samples	Thermal degradation stage					
	1 <sup>st</sup> stage		2 <sup>nd</sup> stage		3 <sup>rd</sup> stage	
	T <sub>max</sub> (°C)	Weight loss (%)	T <sub>max</sub> (°C)	Weight loss (%)	T <sub>max</sub> (°C)	Weight loss (%)
MUPO_100	324.1	22.46	373.2	28.44	471.8	34.98
MUPO_160	322.6	21.66	370.7	19.21	475.7	49.26
MUPO_200	324.6	21.83	371.9	20.11	476.9	42.16
MUPO_250	328.1	26.16	372.8	17.73	472.4	44.54

ลักษณะกราฟ TGA และ DTG จากรูปที่ 5.6 - 5.7 และตารางที่ 5.3 ของโพลีเอทิลีนจากพอลิเอทิลีนน้ำมันปาล์มใช้แล้ว พบว่าทุกระดับปริมาณค่าไฮดรอกซิลที่แตกต่างกัน แสดงลักษณะกราฟในทำนองเดียวกันคือ เกิดการเสื่อมสภาพ 3 ช่วง ช่วงแรกเกิดการเสื่อมสภาพสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 320 °C น้ำหนักหายไปประมาณ 22% ช่วงที่สองการเสื่อมสภาพสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 370 °C น้ำหนักหายไปประมาณ 20% และช่วงที่สามการเสื่อมสภาพสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 475 °C น้ำหนักหายไปประมาณ 45% โดยช่วงแรกเป็นการเสื่อมของพันธะยูริเทนที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลกับหมู่ไฮดรอกซิลของพอลิเอทิลีน ช่วงที่สองเป็นการเสื่อมของพอลิเอทิลีนที่มาจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว ช่วงที่สามเป็นการเสื่อมของพันธะเอสเทอร์ที่อยู่ในพอลิเอทิลีนน้ำมันปาล์มใช้แล้ว และเมื่อเปรียบเทียบสมบัติทางความร้อนระหว่างโพลีเอทิลีนเมื่อใช้พอลิเอทิลีนที่มีค่าไฮดรอกซิลเพิ่มขึ้น พบว่าโพลีเอทิลีนทนต่อการเสื่อมสภาพทางความร้อนเพิ่มขึ้นในช่วงแรก ซึ่งเป็นการเสื่อมของพันธะยูริเทนที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลของพอลิเอทิลีน ส่วนในช่วงที่สองและช่วงสามไม่แตกต่างกัน ซึ่งเป็นการเสื่อมของพอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วและพันธะเอสเทอร์ที่อยู่ในพอลิเอทิลีนน้ำมันปาล์ม จากสมบัติทางความร้อนนี้แสดงให้เห็นว่าการใช้พอลิเอทิลีนที่มีค่าไฮดรอกซิลเพิ่มขึ้น จะช่วยเพิ่มส่วนที่แข็งในโครงสร้างของพอลิเอทิลีน ส่งผลให้สมบัติความต้านทานต่อความร้อนเพิ่มสูงขึ้นด้วย

## ผลของปริมาณไฮดรอกซิลต่อสมบัติการดูดซับเสียง



รูปที่ 5.8 สัมประสิทธิ์การดูดซับเสียงของโฟมพอลิยูรีเทนที่เตรียมจากพอลิออลน้ำมันปาล์มใช้แล้ว

การดูดซับเสียงของวัสดุเกิดเมื่อเสียงตกกระทบวัตถุใดๆ เสียงส่วนหนึ่งจะเกิดการสะท้อน อีกส่วนหนึ่งจะถูกดูดกลืน และส่งผ่านเข้าไปในวัตถุทำให้พลังงานลดลง เนื่องจากพลังงานเสียงถูกเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อน เนื่องจากเกิดความเสียดระหว่างอากาศและเซลล์โฟม หรือการสูญเสียความร้อน เนื่องจากการถ่ายโอนความร้อนระหว่าง 2 เฟส [2] ซึ่งการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นจะมากน้อยขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ เช่น ลักษณะเซลล์ ความหนาแน่นและความหนาของโฟม ผลของปริมาณของพอลิออลทางการค้า ต่อสัมประสิทธิ์การดูดซับเสียงที่ความถี่ระหว่าง 500–6400 Hz ดังแสดงในรูปที่ 5.15 ผลการทดสอบ พบว่า โฟมที่ไม่มีการผสมด้วยพอลิออลทางการค้า (OH100) แสดงสัมประสิทธิ์การดูดซับเสียงสูงที่สุด เมื่อเปรียบเทียบกับโฟมที่ประกอบด้วยพอลิออลทางการค้า (OH100\_Com\_Polyol (5%) and OH100\_Com\_Polyol (25%)) เนื่องจากโฟมมีขนาดและปริมาณของรูพรุนมากกว่าโฟมที่ประกอบด้วยพอลิออลทางการค้า[3] นอกจากนี้ พบว่าสัมประสิทธิ์การดูดซับเสียงของโฟมที่ประกอบด้วยพอลิออลทางการค้าปริมาณ 25%wt มีค่าสูงกว่าโฟมที่ประกอบด้วยพอลิออลทางการค้าปริมาณ 5%wt เนื่องจากเซลล์โฟมประกอบด้วยพอลิออลทางการค้าปริมาณ 25%wt มีขนาดใหญ่และลักษณะเซลล์เป็นเซลล์เปิดมากกว่าโฟมประกอบด้วยพอลิออลทางการค้าปริมาณ 5 %wt[2, 4] เมื่อคลื่นเสียงเคลื่อนที่ผ่านเซลล์ ทำให้พลังงานเสียงถูกเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อน เนื่องจากเกิดความเสียดทานระหว่างอากาศและเซลล์โฟมดังนั้นโฟมที่มีเซลล์ขนาดใหญ่สามารถบรรจุก๊าซได้มาก ส่งผลให้ความเสียดทานเกิดขึ้นมาก [2]



### 5.3 ผลของอัตราส่วนระหว่างพอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิเอทิลีนทางการค้า

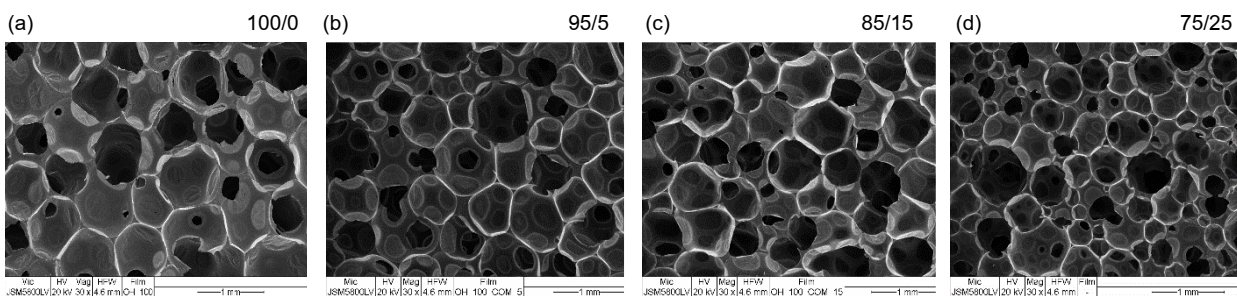
หลังจากศึกษาผลของปริมาณไฮดรอกซิลของพอลิเอทิลีนที่เตรียมจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว ต่อสมบัติต่างๆของโฟม พบว่าเมื่อปริมาณไฮดรอกซิลของพอลิเอทิลีนเพิ่มขึ้น โฟมที่เตรียมได้จะแข็งเปราะมากขึ้น เพื่อลดความแข็งเปราะของโฟมพอลิยูรีเทน ดังนั้นจึงนำ PEO มาผสมกับพอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว โดยเลือกใช้พอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วที่มีค่าไฮดรอกซิล 100 และ 200 mgKOH/g โดยศึกษาสัดส่วนของพอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วต่อพอลิเอทิลีนทางการค้าเป็น 100/0, 95/5, 85/15 และ 75/25 (โดยน้ำหนัก) ที่มีผลต่อพฤติกรรมของการเกิดโฟม สมบัติทางกายภาพ ลักษณะทางสัณฐานวิทยา สมบัติทางความร้อนและสมบัติการดูดซับเสียงของโฟมพอลิยูรีเทน ดังแสดงในตารางที่ 5.4

ตารางที่ 5.4 ผลอัตราส่วนระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้าต่อพฤติกรรมเกิดโฟมและสมบัติทางกายภาพ

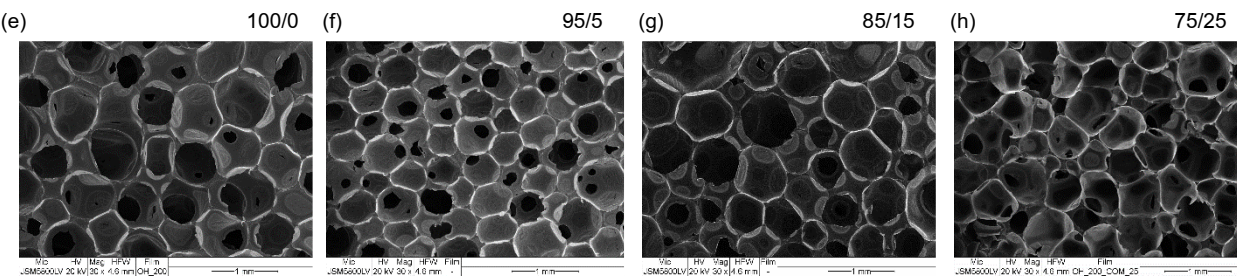
	MUPO_100/PEO (% by weight)				MUPO_200/PEO (% by weight)			
	100/0	95/5	85/15	75/25	100/0	95/5	85/15	75/25
<b>Foam characteristic</b>								
Cream time (s)	33	28	25	24	50	48	44	36
Rise time (s)	225	210	204	198	319	246	244	224
Tack free time (min)	1368	1528	1460	1375	1700	1695	1665	1658
Top of cup (mm)	73.96	68.39	70.16	76.09	87.22	72.32	76.67	78.33
Shrinkage (%)	2.16	2.31	2.60	2.88	1.68	1.83	2.05	2.57
Collapse (%)	2.30	2.70	2.26	2.14	1.16	1.10	1.22	1.31
<b>Properties</b>								
Density (Kg/m <sup>3</sup> )	43.66	42.76	43.81	44.14	47.73	45.63	43.51	38.83
Cell size (mm)	0.84	0.79	0.72	0.68	0.61	0.56	0.65	0.63
Cell count/cm	24	24	25	29	26	33	26	28
Compressive strength (KPa)	25.77	29.89	50.26	60.73	60.32	79.76	56.25	31.86

จากตารางที่ 5.4 พบว่าการเพิ่มสัดส่วนของ PEO เป็น 100/0, 95/5, 85/15 และ 75/25 (โดยน้ำหนัก) การผสมปริมาณของไฮดรอกซิลของพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว มีผลต่อเวลาการเกิดโฟม โดยเวลาการก่อครีมี เวลาการฟุ้งตัวสูงสุด และเวลาไม่เหนียวติด ใช้เวลาสั้นลง ทั้งนี้เป็นเพราะว่าเนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิลของพอลิออลทางการค้ามีโครงสร้างแบบปฐมภูมิ (Primary hydroxyl groups) ซึ่งมีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยากับไอโซไซยาเนตเร็วกว่าหมู่ไฮดรอกซิลของน้ำมันปาล์มใช้แล้วดัดแปรที่มีโครงสร้างแบบทุติยภูมิ (Secondary hydroxyl groups) ดังนั้นเวลาการเกิดปฏิกิริยาระหว่างพอลิออลและไอโซไซยาเนตจึงน้อยลง และอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยานี้ยังส่งผลต่อการหดตัวของโฟมพอลิยูรีเทนเช่นกัน โดยปฏิกิริยาการเกิดพอลิยูรีเทนเกิดขึ้นได้เร็วกว่าปฏิกิริยาการเกิดก๊าซ ทำให้ความดันที่อยู่ภายในมีน้อยกว่าความดันจากภายนอก ส่งผลให้โฟมเกิดการหดตัวและยุบตัวเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มปริมาณ PEO ได้นำมาตรวจวัดลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM และใช้โปรแกรม Image J เวอร์ชัน 4.1 ในการวัดขนาดเซลล์เฉลี่ย และจำนวนเซลล์ในระนาบความยาว 1 เซนติเมตร ดังแสดงในรูปที่ 5.13 พบว่าลักษณะเซลล์ที่เป็นเซลล์ปิด ความหนาแน่นของโฟมพอลิยูรีเทนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ขนาดเซลล์ และจำนวนเซลล์ต่อ 1 เซนติเมตร มีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย

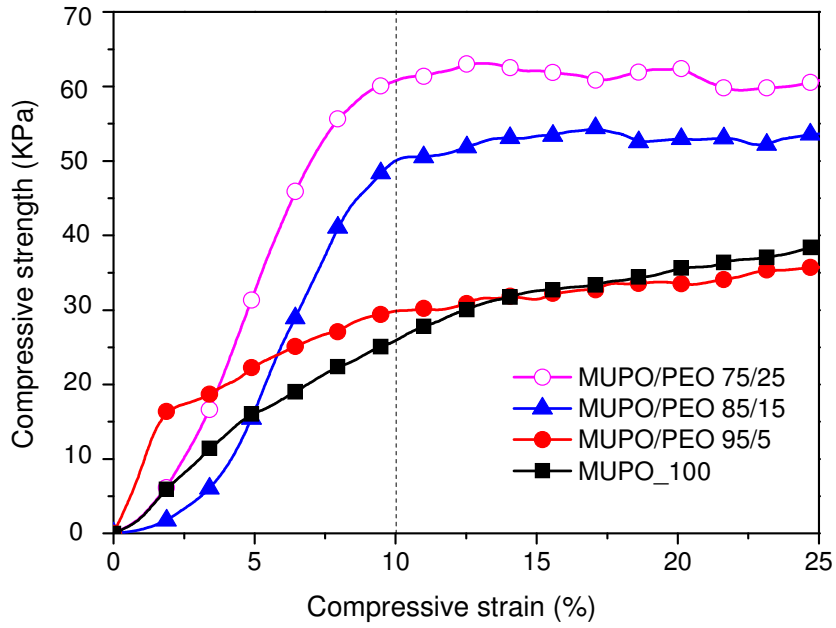
MUPO\_100/ PEO



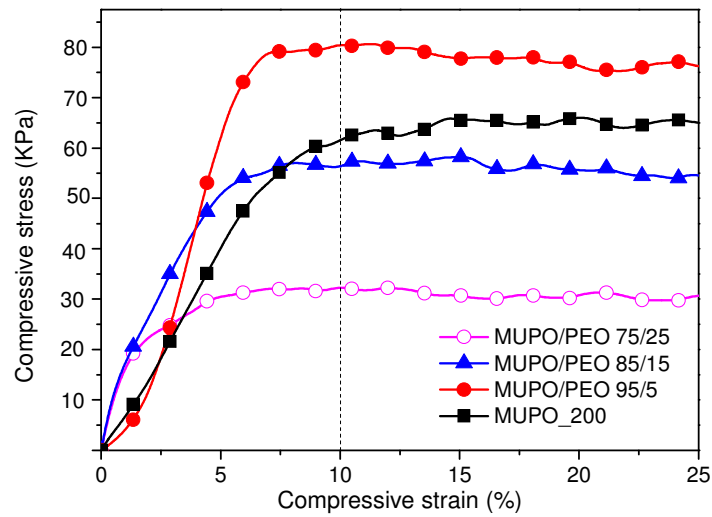
MUPO\_200/ PEO



รูปที่ 5.13 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของโฟมพอลิยูรีเทนจากพอลิออลผสมระหว่าง MUPO/PEO ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 100 mgKOH/g ที่สัดส่วน (a) 100/0 (b) 95/5 (c) 85/15 (d) 75/25 และ MUPO ที่มีค่า OHV 200 mgKOH/g ที่สัดส่วน (e) 100/0 (f) 95/5 (g) 85/15 (h) 75/25



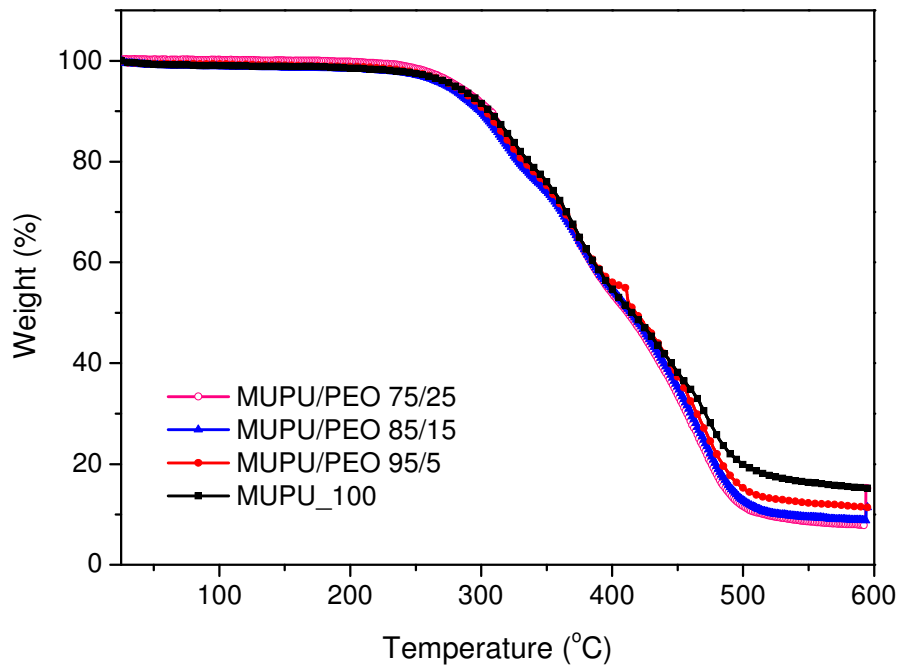
รูปที่ 5.14 ค่าความต้านทานการกดของโพลิเมอร์ที่จากพอลิออลผสมระหว่าง MUPO/PEO ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 100 mgKOH/g



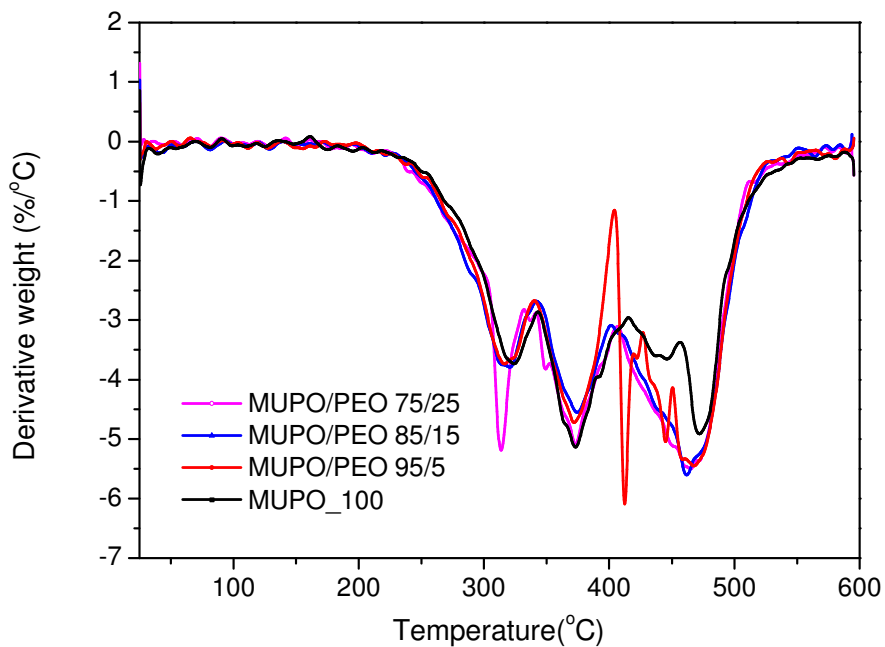
รูปที่ 5.15 ค่าความต้านทานการกดของโพลิเมอร์ที่จากพอลิออลผสมระหว่าง MUPO/PEO ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 200 mgKOH/g

จากรูปที่ 5.14 ผลของพอลิออลผสมระหว่าง MUPO/PEO ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 100 mgKOH/g ต่อค่าความต้านทานต่อการกัด ที่ระยะกัด 10% พบว่าเมื่อสัดส่วนของปริมาณ PEO เพิ่มขึ้น ค่าความต้านทานต่อการกัดมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เป็นเพราะว่า PEO ที่ใส่เพิ่มเข้าไปมีน้ำหนักโมเลกุล (5,000 กรัม/โมล) ที่สูงกว่าน้ำมันปาล์มใช้แล้ว (1,000 กรัม/โมล) และ PEO มีหมู่ฟังก์ชันแบบปฐมภูมิ ซึ่งว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยา การเพิ่ม PEO ทำให้โครงสร้างยูริเทนหรือส่วนแข็ง (hard segment) เพิ่มขึ้น ทำให้โฟมพอลิยูริเทนที่เตรียมได้มีความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้น สังเกตได้จากความชันของกราฟ มีความชันเพิ่มสูงขึ้น ส่งผลให้ค่าความต้านทานต่อการกัด ที่ระยะกัด 10% เพิ่มสูงขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ PEO

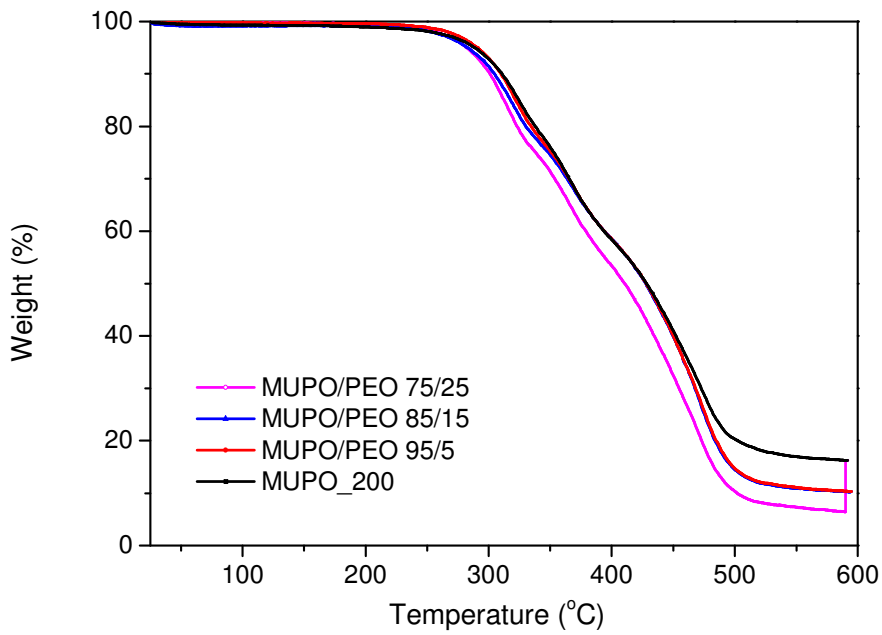
จากรูปที่ 5.15 ผลของพอลิออลผสมระหว่าง MUPO/PEO ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 200 mgKOH/g ต่อค่าความต้านทานต่อการกัด ที่ระยะกัด 10% พบว่าเมื่อสัดส่วนของปริมาณ PEO เพิ่มขึ้น เป็น 15 และ 25% ค่าความต้านทานต่อการกัดมีแนวโน้มลดลง จะเห็นได้ชัดเมื่อผสม PEO ปริมาณ 25% และความชันของกราฟมีแนวโน้มลดลง ทั้งนี้เป็นเพราะว่า MUPO มีค่า OHV 200 ทำให้โฟมส่วนของยูริเทนหรือส่วนแข็งเพิ่มสูงมากขึ้น โฟมจะแข็งกว่าสูตร MUPO มีค่า OHV 100 ดังนั้นเมื่อเพิ่ม PEO ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลสูง จะช่วยเพิ่มความยืดหยุ่นและลดความแข็งเปราะของโฟม พอลิยูริเทน สังเกตได้จากความชันของกราฟมีแนวโน้มลดลง แต่ที่สัดส่วน MUPO/PEO เท่ากับ 95/5 จะให้ค่าความต้านทานต่อการกัดสูงกว่าทุกสัดส่วน และมากกว่าสูตรที่ไม่ผสม PEO โดยสัดส่วนนี้น่าจะเป็นสัดส่วนที่เหมาะสม ที่ช่วยเสริมความแข็งแรงให้แก่โฟมพอลิยูริเทนที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 200 นอกจากนี้ยังพบว่าที่สัดส่วนดังกล่าวยังให้เซลล์ที่มีขนาดเล็กลง ลักษณะเซลล์ที่สม่ำเสมอทั่วทั้งก้อน



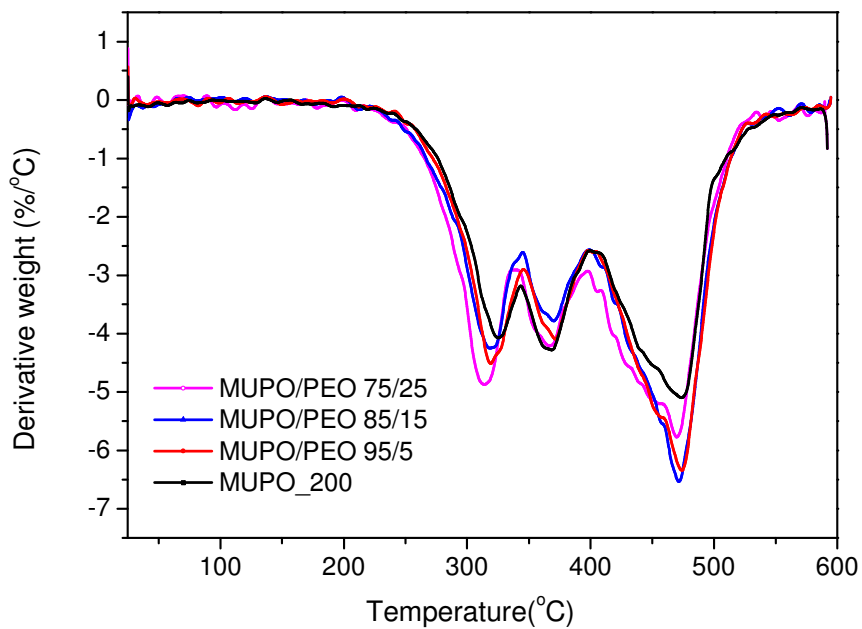
รูปที่ 5.16 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่ออุณหภูมิของโพลีเอทิลีนจากพอลิเอทิลีนผสมระหว่างพอลิ-  
เอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว (OHV=100) กับพอลิเอทิลีนทางการค้า



รูปที่ 5.17 กราฟ DTG ต่ออุณหภูมิอุณหภูมิของโพลีเอทิลีนจากพอลิเอทิลีนผสมระหว่างพอลิ-  
เอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว (OHV=100) กับพอลิเอทิลีนทางการค้า



รูปที่ 5.18 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่ออุณหภูมิของโพลีเอทิลีนจากพอลิเอทิลีนผสมระหว่างพอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้ (OHV=200) แล้วกับพอลิเอทิลีนทางการค้า



รูปที่ 5.19 กราฟ DTG ต่ออุณหภูมิของโพลีเอทิลีนจากพอลิเอทิลีนผสมระหว่างพอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว (OHV=200) กับพอลิเอทิลีนทางการค้า

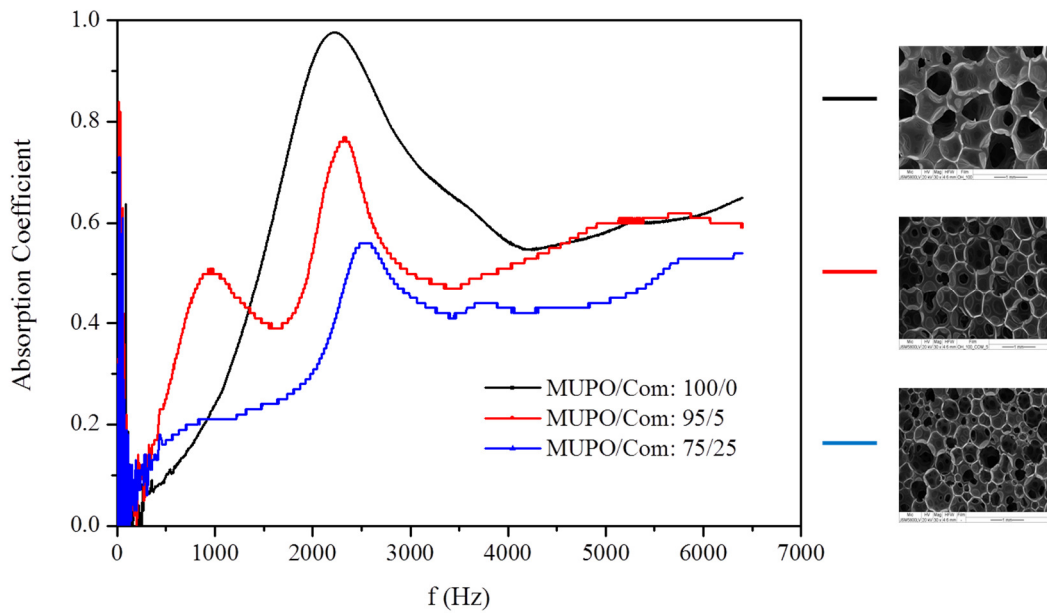
ตารางที่ 5.5 สมบัติทางความร้อนของโพลีเอทิลีนจากพอลิเอทิลีนระหว่างพอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิเอทิลีนจากการค้า

samples	Thermal degradation stage					
	1 <sup>st</sup> stage		2 <sup>nd</sup> stage		3 <sup>rd</sup> stage	
	T <sub>max</sub> (°C)	Weight loss (%)	T <sub>max</sub> (°C)	Weight loss (%)	T <sub>max</sub> (°C)	Weight loss (%)
MUPO_100	324.1	22.46	373.2	28.44	471.8	34.98
MUPO/PEO						
95/5	317.2	22.21	373.0	22.16	463.3	42.16
85/15	322.2	23.75	376.0	22.25	463.4	45.11
75/25	315.5	19.99	375.1	28.98	466.8	43.46
MUPO_200	328.6	21.83	371.9	20.11	476.9	42.16
MUPO/PEO						
95/5	319.8	23.49	372.3	17.80	474.8	48.22
85/15	320.4	23.51	372.3	17.05	473.6	48.75
75/25	319.2	25.46	372.3	20.85	475.4	47.04

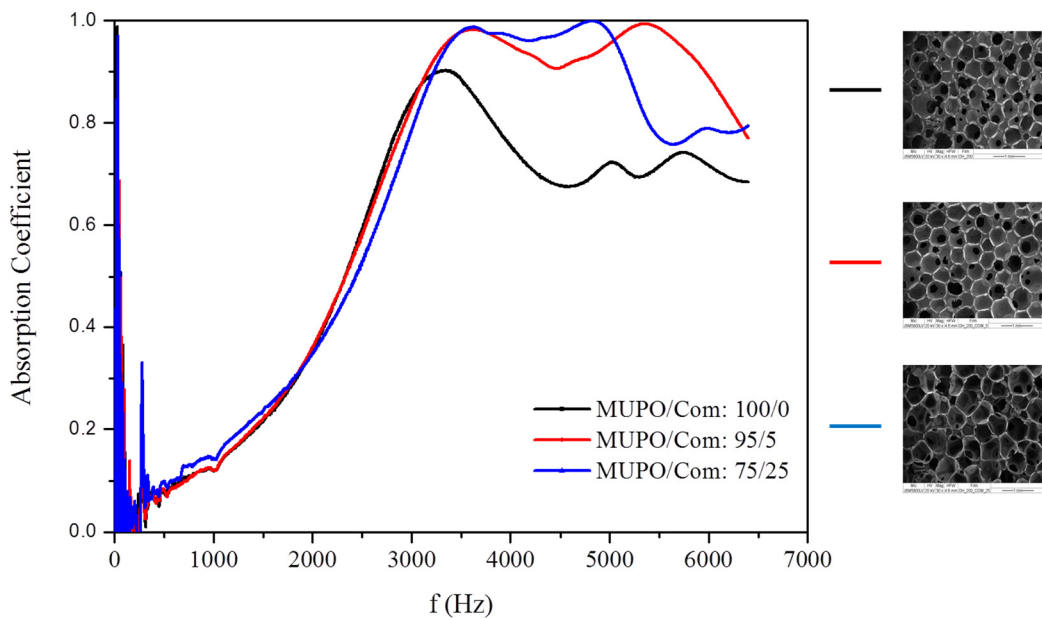
ลักษณะกราฟ TGA และ DTG จากรูปที่ 5.16 - 5.17 และตารางที่ 5.5 ของโพลีเอทิลีนจากพอลิเอทิลีนระหว่างพอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิเอทิลีนจากการค้า พบว่าทุกสัดส่วนการผสม แสดงลักษณะกราฟในทำนองเดียวกันคือ เกิดการเสื่อมสภาพ 3 ช่วง ช่วงแรกเกิดการเสื่อมสภาพสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 320-330 °C เป็นการเสื่อมของพันธะยูริเทนที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลกับหมู่ไฮดรอกซิลของพอลิเอทิลีน ช่วงที่สองเกิดการเสื่อมสภาพสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 370 °C เป็นการเสื่อมของพอลิเอทิลีนที่มาจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว ช่วงที่สามเกิดการเสื่อมสภาพสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 475 °C เป็นการเสื่อมของพันธะเอสเทอร์ที่อยู่ในพอลิเอทิลีนน้ำมันปาล์มใช้แล้ว เมื่อเปรียบเทียบกับระหว่างโพลีเอทิลีนที่เพิ่มสัดส่วนของพอลิเอทิลีนจากการค้ากับโพลีเอทิลีนจากพอลิเอทิลีนน้ำมันปาล์มใช้แล้ว จะพบว่าโพลีเอทิลีนที่เตรียมจากพอลิเอทิลีนน้ำมันปาล์มใช้แล้วมีความทนทานต่อการเสื่อมทางความร้อนได้ดีกว่าโพลีเอทิลีนที่ผสมพอลิเอทิลีนจากการค้า ทั้งนี้เป็นเพราะการเพิ่มพอลิเอทิลีนจากการค้า เป็นการลดการเกิดหมู่ยูริเทน ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างไดไฮดรอกซิลกับหมู่ไฮดรอกซิลจากพอลิเอทิลีน ซึ่งเป็นพอลิเอทิลีนที่มีค่าไฮดรอกซิลเท่า 35 mgKOH/g ซึ่งน้อยกว่าพอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มมาก (OHV = 100) ส่งผลให้พันธะยูริเทนในโครงสร้างลดลง การเสื่อมในช่วงแรกซึ่งเป็นการเสื่อมของหมู่ยูริเทน จะมีค่าอุณหภูมิการทนต่อความร้อนต่ำกว่าโพลีเอทิลีนที่ใช่พอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วเพียงอย่างเดียว และการเพิ่มสัดส่วนของพอลิเอทิลีนจากการค้ามีแนวโน้มให้อุณหภูมิการเสื่อมทางความร้อนลดลงเล็กน้อย สำหรับช่วงที่สองของการเสื่อมไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ แต่ช่วงที่สามการเสื่อมสภาพของพันธะเอสเทอร์ที่อยู่ในพอลิเอทิลีนน้ำมันปาล์มใช้แล้วมีอุณหภูมิการเสื่อมสภาพลดลงเล็กน้อยเมื่อสัดส่วนของพอลิเอทิลีนจากการค้าเพิ่มขึ้น



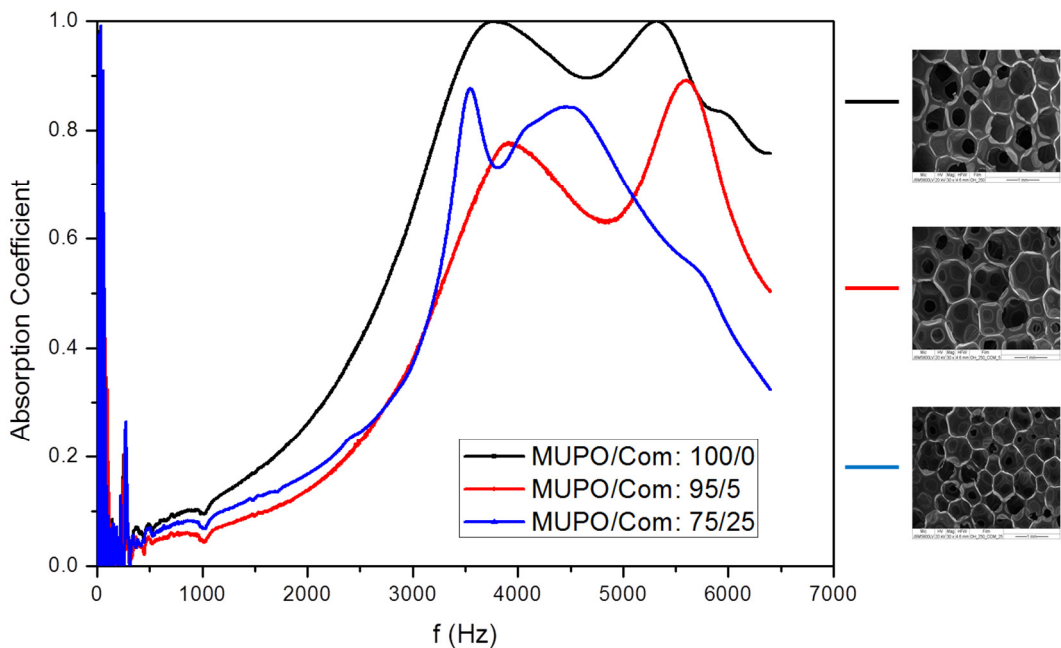
ผลของปริมาณพอลิออลทางการค้าต่อสมบัติการดูดซับเสียงของโฟมพอลิยูรีเทน



รูปที่ 5.20 สัมประสิทธิ์การดูดซับเสียงของโฟมพอลิยูรีเทนจากพอลิออลผสมระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้ (OHV=100) แล้วกับพอลิออลทางการค้า



รูปที่ 5.21 สัมประสิทธิ์การดูดซับเสียงของโฟมพอลิยูรีเทนจากพอลิออลผสมระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้ (OHV=200) แล้วกับพอลิออลทางการค้า



รูปที่ 5.22 สัมประสิทธิ์การดูดซับเสียงของโฟมพอลิยูรีเทนจากพอลิออลผสมระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้ (OHV=250) แล้วกับพอลิออลทางการค้า

จากรูปที่ 5.20 แสดงสัมประสิทธิ์การดูดซับเสียงของโฟมพอลิยูรีเทนที่เตรียมจากการผสมพอลิออลทางการค้าร่วมกับน้ำมันปาล์มใช้แล้วตัดแปร (OHV100) ที่อัตราส่วน 100/0 95/5 และ 75/25 พบว่าโฟมพอลิยูรีเทนที่เตรียมจากการผสมพอลิออลทางการค้ามากขึ้นมีแนวโน้มให้สัมประสิทธิ์การดูดซับเสียงที่สูงขึ้นที่ความถี่ต่ำ ทั้งนี้ น่าจะเป็นผลมาจากการความยืดหยุ่นที่เพิ่มมากขึ้น นอกจากนี้เมื่อพิจารณาจากกราฟพบว่า มีลักษณะยอดพีทสองยอดซึ่งน่าจะสอดคล้องกับลักษณะของเซลล์โฟมที่เกิดจากพอลิออลสองชนิด ซึ่งพีทแรกที่มีความถี่ต่ำน่าจะได้รับมาจากโฟมพอลิยูรีเทนจากพอลิออลทางการค้า ส่วนอีพีทที่มีความถี่สูงกว่าควรจะเป็นของโฟมพอลิยูรีเทนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว แต่อย่างไรก็ตามค่าสัมประสิทธิ์การดูดซับเสียงมีค่าลดลงอย่างชัดเจนในช่วงความถี่ที่ใช้ทดสอบ น่าจะเกิดจากความไม่สม่ำเสมอของเซลล์ที่เกิด ส่งผลให้การดูดซับเสียงลดลง

ในขณะที่การใช้พอลิออลทางการค้าร่วมกับน้ำมันปาล์มที่มี OHV 200 และ 250 mgKOH/g พบว่าโฟมพอลิยูรีเทนที่เตรียมได้แสดงพฤติกรรมดูดซับเสียงที่แตกต่างไปจากโฟมพอลิยูรีเทนที่ใช้พอลิออลทางการค้าร่วมกับน้ำมันปาล์มที่มี OHV 100 อย่างชัดเจนโดยเฉพาะที่ความถี่ต่ำไม่พบการดูดซับเสียงที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องมาจากโครงสร้างโฟมพอลิยูรีเทนส่วนใหญ่เป็นพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วที่มีค่าไฮดรอกซิลที่สูง (เมื่อเทียบกับที่ 100 mgKO/g) ส่งผลให้ภาพรวมของโครงสร้างโฟมมีลักษณะแข็งเปราะ ทำให้เสียงเกิดการสะท้อนมากกว่าการดูดซับเสียง ส่งผลให้พฤติกรรมดูดซับเสียงน้อยที่ความถี่ต่ำ และกราฟมีลักษณะหลายพีทเพิ่มขึ้นดังแสดงในรูปที่ 5.21 - 5.22

## 5.5 ผลของปริมาณสารขยายสายโซ่

หลังจากศึกษาผลของอัตราส่วนระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้า พบว่าที่สัดส่วนของพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว (OHV=200 mgKOH/g) ต่อพอลิออลทางการค้า เป็น 75/25 (โดยน้ำหนัก) มีค่าความต้านทานการกดต่ำที่สุด และเพื่อปรับปรุงให้โฟมที่ได้มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น โดยศึกษาปริมาณของสารขยายสายโซ่ ด้วยเอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol, EG) เป็น 1%, 3%, 5% ของน้ำหนักพอลิออล ที่มีผลต่อพฤติกรรมของการเกิดโฟม สมบัติทางกายภาพ ลักษณะทางสัณฐานวิทยา สมบัติทางความร้อนและสมบัติการดูดซับเสียงของโฟมพอลิยูรีเทน ดังแสดงในตารางที่ 5.6

ตารางที่ 5.6 ผลปริมาณสารขยายสายโซ่ของพอลิออลผสมระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว กับพอลิออลทางการค้าต่อพฤติกรรมการเกิดโฟมและสมบัติทางกายภาพ

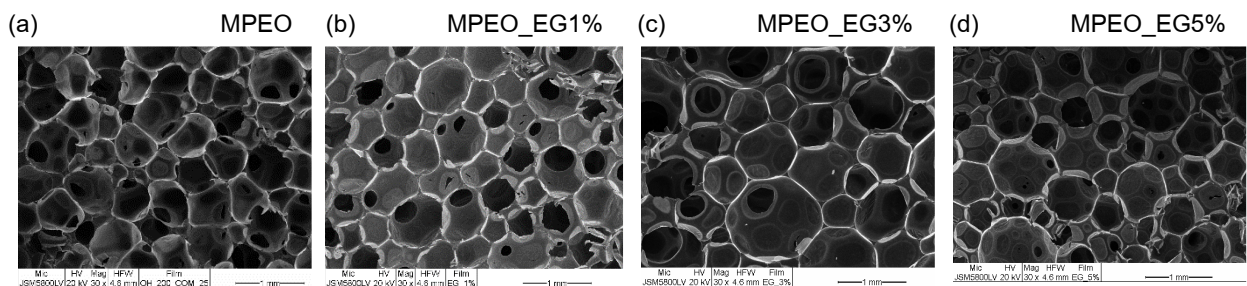
	MUPO/PEO(75/25 by weight)			
	MPEO	MPEO_EG1%	MPEO_EG3%	MPEO_EG5%
<b>Foam characteristic</b>				
Cream time (s)	36	42	55	58
Rise time (s)	224	231	234	245
Tack free time (min)	1658	1671	1688	1756
Top of cup (mm)	78.33	86	92	101
Shrinkage (%)	2.57	1.18	1.11	1.16
Collapse (%)	1.31	1.21	1.05	1.11
<b>Properties</b>				
Density (Kg/m <sup>3</sup> )	38.83	34.67	34.44	34.15
Cell size (mm)	0.63	0.76	0.77	0.77
Cell count/cm	28	26	25	26
Compressive strength (KPa)	31.86	34.66	50.00	48.10

MPEO = MUPO/PEO(75/25 by weight), without ethylene glycol

จากตารางที่ 5.6 พบว่าปริมาณของเอทิลีนไกลคอลที่ใช้เป็นสารขยายสายโซ่ มีผลต่อพฤติกรรมการเกิดโฟมอย่างชัดเจน โดยพบว่าเวลาการก่อครีม เวลาการฟูตัว และเวลาไม่เหนียวติด จะใช้เวลาเพิ่มขึ้นทั้งนี้เป็นเพราะว่าปริมาณของเอทิลีนไกลคอลเพิ่มขึ้น ทำให้ต้องใช้ไดไอโซไซยาเนตเพิ่มขึ้น เพื่อปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์ (Isocyanate Index = 100) ทำให้เวลาในการเกิดโฟมจะเพิ่มขึ้นตามไปด้วย โฟมที่ได้มีลักษณะแข็งแรงเพราะเพิ่มขึ้น ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์การหดตัว และยุบตัวของโฟมลดลง

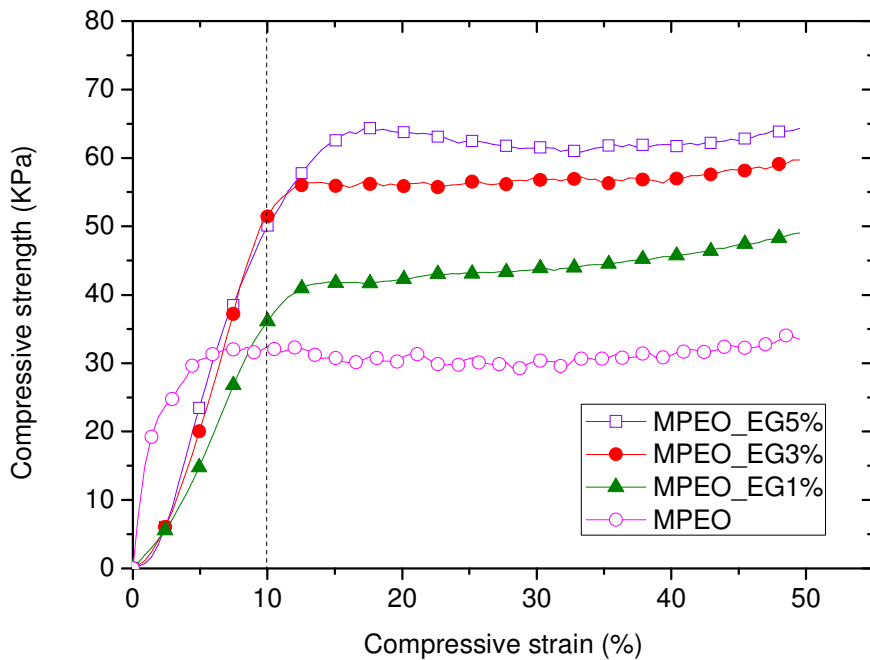
ค่าความหนาแน่นของโฟมพอลิยูรีเทนมีแนวโน้มลดลงตามปริมาณของเอทิลีนไกลคอลที่ใช้ เป็นสารขยายสายโซ่ที่เพิ่มขึ้น สอดคล้องกับอัตราการฟุ้งที่เพิ่มขึ้นอันเนื่องมาจากความร้อนที่เพิ่มขึ้นจากปฏิกิริยาการคายความร้อนในการเกิดโฟมพอลิยูรีเทนในระบบ ช่วยให้เกิดเซลล์ได้ง่ายขึ้น ลักษณะเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทนที่เตรียมได้ ได้นำมาตรวจวัดลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM และใช้โปรแกรม Image J เวอร์ชัน 4.1 ในการวัดขนาดเซลล์เฉลี่ย และจำนวนเซลล์ ในระนาบความยาว 1 เซนติเมตร ดังแสดงในรูปที่ 5.23

MUPO/PEO(75/25 by weight)



รูปที่ 5.23 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของโฟมพอลิยูรีเทนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 200 mgKOH/g ที่สัดส่วน (a) without EG (b) EG 1% (c) EG 3% (d) EG 5%

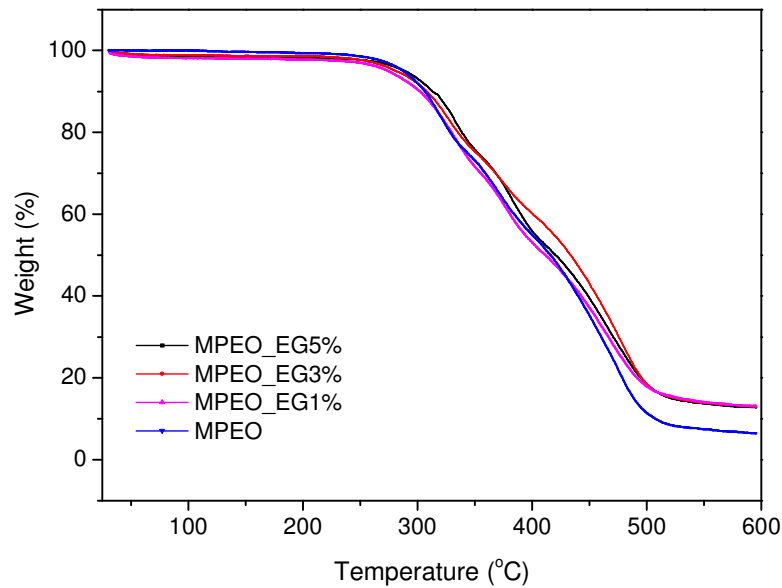
จากรูปที่ 5.23 ลักษณะเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทนที่ได้จากพอลิออลผสมระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้า (75/25 by weight) ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 200 mgKOH/g มีลักษณะเป็นเซลล์ปิดทั้งในสูตรที่มีไม่ใช้และใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นสารขยายสายโซ่ เมื่อปริมาณสารขยายสายโซ่เพิ่มขึ้นพบว่าไม่ส่งผลขนาดเซลล์ของเซลล์และความหนาแน่นไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ โดยพบว่าขนาดเซลล์มีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อปริมาณเอทิลีนไกลคอลเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ความหนาแน่นมีแนวโน้มลดลง ทั้งนี้ น่าจะเป็นเพราะการใช้สารขยายสายโซ่เปรียบเสมือนการเพิ่มปริมาณหมู่ไฮดรอกซิล หรือหมู่วงไวนในการทำปฏิกิริยากับไดไอโซไซยาเนตเพิ่มขึ้น ส่งผลให้นิวคลีโอในการก่อเกิดฟองเพิ่มขึ้นทำให้การเกิดฟองเกิดขึ้นได้ง่ายขึ้น ขนาดเซลล์ใหญ่ขึ้น จำนวนเซลล์ในหน่วย 1 เซนติเมตรมีจำนวนน้อยลง



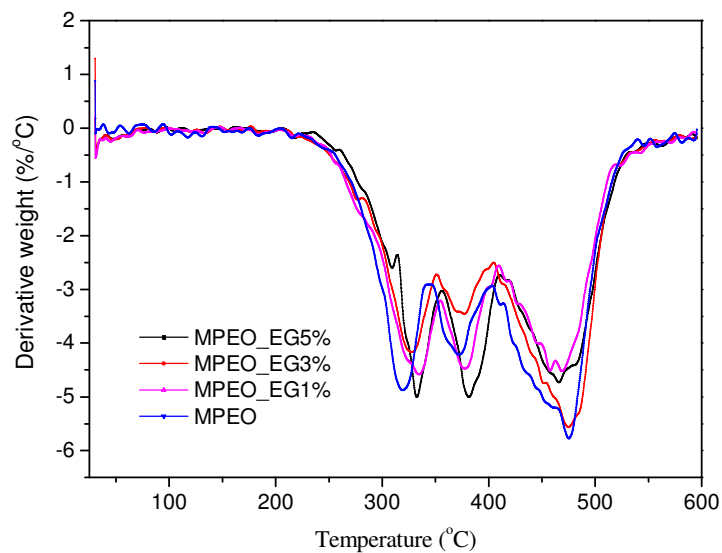
รูปที่ 5.24 ค่าความต้านทานการกดของโฟมพอลิยูรีเทนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 200 mgKOH/g ที่ปริมาณเอทิลีนไกลคอลระดับต่าง ๆ

จากรูปที่ 5.24 พบว่าผลของปริมาณเอทิลีนไกลคอลต่อค่าการทดสอบความต้านทานต่อการกด ที่ระยะกด 10% (Compressive stress at 10% strain) พบว่าเมื่อค่าไฮดรอกซิลของพอลิ-ออลเพิ่มขึ้นความต้านทานต่อการกดมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เป็นเพราะว่าหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้างของเอทิลีนไกลคอลสามารถเกิดปฏิกิริยากับหมู่ไดไอโซไซยาเนต เกิดเป็นโครงสร้างร่างเชื่อมขวางในโครงสร้างของโฟม เป็นการเพิ่มส่วนที่แข็ง (Hard segment) หรือพันธะยูรีเทน (Urethane linkage) เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ผนังเซลล์มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น โฟมที่ได้จะมีความแข็งเพิ่มขึ้น ให้ค่าความต้านทานต่อการกดเพิ่มสูงขึ้น

## ผลของปริมาณสารขยายสายโซ่ต่อสมบัติทางความร้อน



รูปที่ 5.25 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่ออุณหภูมิของโพลีเอทิลีนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 200 mgKOH/g ที่ปริมาณเอทิลีนไกลคอลระดับต่าง ๆ



รูปที่ 5.26 กราฟ DTG ต่ออุณหภูมิของโพลีเอทิลีนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 200 mgKOH/g ที่ปริมาณเอทิลีนไกลคอลระดับต่าง ๆ

ตารางที่ 5.7 สมบัติทางความร้อนของโพลีเอทิลีนไกลคอลระดับต่าง ๆ

samples	Thermal degradation stage					
	1 <sup>st</sup> stage		2 <sup>nd</sup> stage		3 <sup>rd</sup> stage	
	T <sub>max</sub> (°C)	Weight loss (%)	T <sub>max</sub> (°C)	Weight loss (%)	T <sub>max</sub> (°C)	Weight loss (%)
MUPO/PEO	319.2	25.46	372.3	20.85	475.4	47.04
MUPO/PEO_EG1%	319.2	29.61	372.3	19.72	473.8	37.08
MUPO/PEO_EG3%	323.0	25.23	372.4	16.31	473.1	45.48
MUPO/PEO_EG5%	327.2	25.80	376.2	21.80	475.5	39.12

ลักษณะกราฟ TGA และ DTG จากรูปที่ 5.25 - 5.26 และตารางที่ 5.7 ของโพลีเอทิลีนไกลคอลจากพอลิเอทิลีนไกลคอลน้ำมันปาล์มใช้แล้ว พบว่าทุกระดับปริมาณค่าไฮดรอกซิลที่แตกต่างกัน แสดงลักษณะกราฟในทำนองเดียวกันคือ เกิดการเสื่อมสภาพ 3 ช่วง ช่วงแรกเกิดการเสื่อมสภาพสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 320-330 °C น้ำหนักหายไปประมาณ 26% ช่วงที่สองการเสื่อมสภาพสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 372-376 °C น้ำหนักหายไปประมาณ 20% และช่วงที่สามการเสื่อมสภาพสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 460-475 °C น้ำหนักหายไปประมาณ 45% โดยช่วงแรกเป็นการเสื่อมของพันธะยูริเทนที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลของพอลิเอทิลีนไกลคอลกับหมู่ไฮดรอกซิลของพอลิเอทิลีนไกลคอล ส่วนในช่วงที่สองและช่วงสามไม่แตกต่างกัน ซึ่งเป็นการเสื่อมของพอลิเอทิลีนไกลคอลที่มาจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว และเมื่อเปรียบเทียบสมบัติทางความร้อนระหว่างโพลีเอทิลีนไกลคอลที่เติมปริมาณสารขยายสายโซ่เอทิลีนไกลคอล พบว่าเมื่อปริมาณสารขยายสายโซ่เพิ่มขึ้นความสามารถในการทนต่อการเสื่อมสภาพทางความร้อนเพิ่มขึ้นในช่วงแรก ซึ่งเป็นการเสื่อมของพันธะยูริเทนที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลของพอลิเอทิลีนไกลคอลกับหมู่ไฮดรอกซิลของพอลิเอทิลีนไกลคอล ส่วนในช่วงที่สองและช่วงสามไม่แตกต่างกัน ซึ่งเป็นการเสื่อมของพอลิเอทิลีนไกลคอลที่มาจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วและพันธะเอสเทอร์ที่อยู่พอลิเอทิลีนไกลคอลน้ำมันปาล์ม จากสมบัติทางความร้อนนี้แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มปริมาณสารขยายสายโซ่ จะช่วยเพิ่มส่วนที่แข็งในโครงสร้างของพอลิเอทิลีนไกลคอล ส่งผลให้สมบัติความต้านทานต่อความร้อนเพิ่มสูงขึ้นด้วย

## 5.6 ผลของดัชนีของไอโซไซยาเนต

เป็นการศึกษาผลของดัชนีไอโซไซยาเนตที่ระดับ 90 100 110 และ 130 ของโฟมพอลิยูรีเทนที่เตรียมจากอัตราส่วนระหว่างพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้าพบว่าที่สัดส่วนของพอลิออลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว (OHV=200 mgKOH/g) ต่อพอลิออลทางการค้าเป็น 75/25 (โดยน้ำหนัก) เป็นสารขยายสายโซ่ เพื่อศึกษาผลต่อพฤติกรรมของการเกิดโฟม สมบัติทางกายภาพ ลักษณะทางสัณฐานวิทยา สมบัติทางความร้อนดังแสดงในตารางที่ 5.8

ตารางที่ 5.8 ผลของดัชนีไอโซไซยาเนตของโฟมพอลิยูรีเทนต่อพฤติกรรมการเกิดโฟมและสมบัติทางกายภาพ

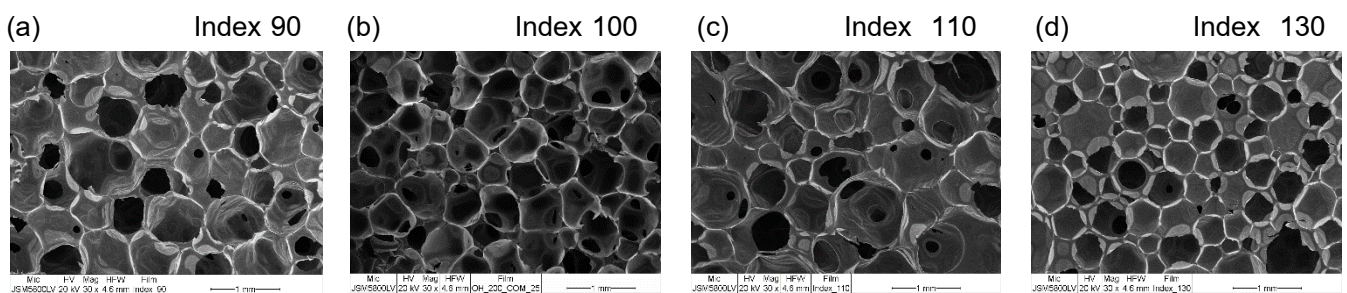
	MPEO with Diisocyanate Index			
	Index_90	Index_100	Index_110	Index_130
<b>Foam characteristic</b>				
Cream time (s)	34	36	58	74
Rise time (s)	243	224	254	256
Tack free time (min)	1295	1658	1762	1895
Top of cup (mm)	84	78.33	104	106
Shrinkage (%)	1.15	2.57	1.12	1.11
Collapse (%)	1.15	1.31	1.01	1.01
<b>Properties</b>				
Density (Kg/m <sup>3</sup> )	39.51	38.83	35.85	31.31
Cell size (mm)	0.60	0.63	0.72	0.55
Cell count/cm	24	28	27	32
Compressive strength (KPa)	32.42	31.86	55.0	75.2

MPEO = MUPO/PEO(75/25 by weight)



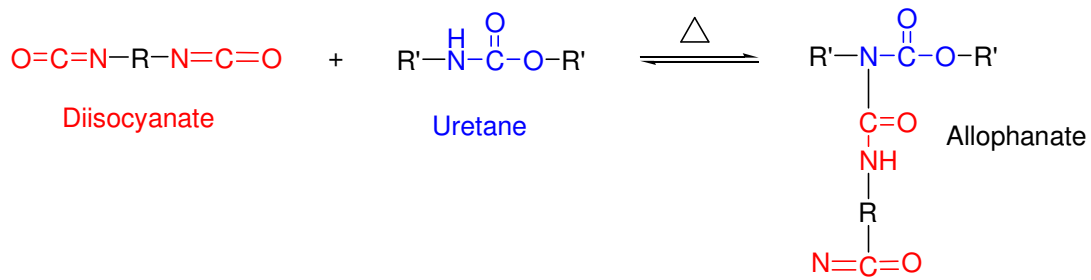
จากตารางที่ 5.8 พบว่าดัชนีไดไอโซไซยานาตมีผลต่อพฤติกรรมการเกิดโฟมอย่างชัดเจน โดยพบว่าเวลาการก่อครีမ် เวลาการฟุ้งตัว และเวลาไม่เหนียวติด จะใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นไม่ จะเป็นการเกิดเจล (Gelation reaction) และปฏิกิริยาการฟุ้งตัว (Blowing reaction) เมื่อใช้ปริมาณ ไดไอโซไซยานาตเพิ่มขึ้น นอกจากปฏิกิริยาดังกล่าวนี้อย่างเกิดปฏิกิริยาระหว่างไดไอโซไซยานาตกับ ไดไอโซไซยานาตก่อให้เกิดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์มากขึ้น ส่งผลให้ระยะฟุ้งตัวของโฟมเพิ่มสูงขึ้น สอดคล้องกับผลการทดลองของ Kim, et al (2008) โฟมที่ได้มีเปอร์เซ็นต์การหดตัวและเปอร์เซ็นต์ การยุบตัวไม่เปลี่ยนแปลง

ค่าความหนาแน่นของโฟมพอลิยูรีเทนมีแนวโน้มลดลงเมื่อดัชนีไดไอโซไซยานาตเพิ่มขึ้น สอดคล้องกับอัตราการฟุ้งตัวที่เพิ่มขึ้นอันเนื่องมาจากความร้อนที่เพิ่มสูงขึ้นจากปฏิกิริยาการคาย ความร้อนในการเกิดโฟมพอลิยูรีเทนในระบบ ช่วยให้เกิดเซลล์ได้ง่ายขึ้น ลักษณะเซลล์ของโฟมพอลิ ยูรีเทนที่เตรียมได้ ได้นำมาตรวจวัดลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM และใช้โปรแกรม Image J เวอร์ชัน 4.1 ในการวัดขนาดเซลล์เฉลี่ย และจำนวนเซลล์ในระนาบความยาว 1 เซนติเมตร ดังแสดงในรูปที่ 5.27

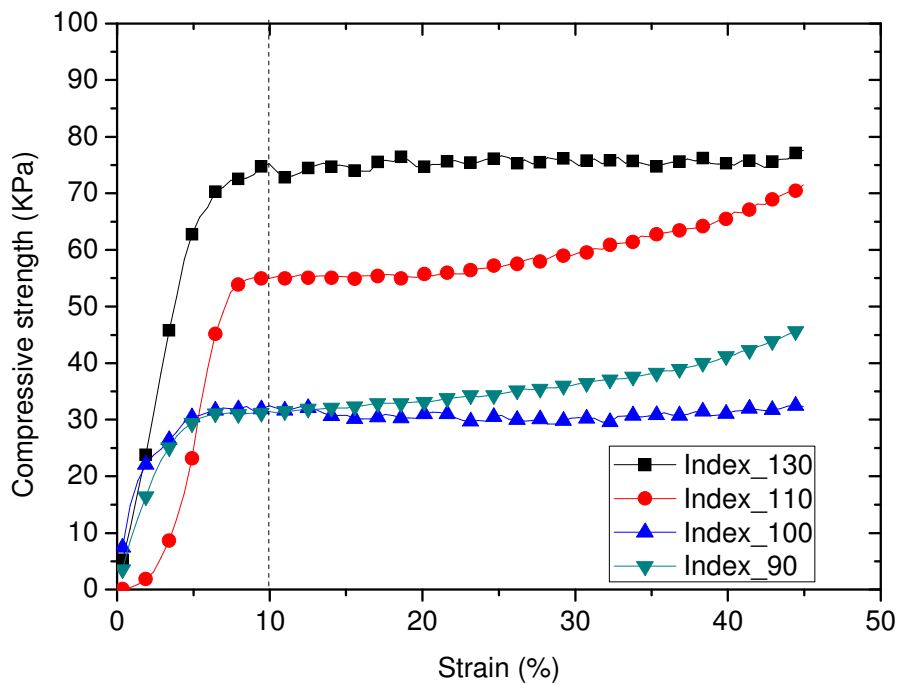


รูปที่ 5.27 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของโฟมพอลิยูรีเทนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ สัดส่วนดัชนีไดไอโซไซยานาต (a) Index 90 (b) Index 100 (c) Index 110 (d) Index 130

จากรูปที่ 5.27 ลักษณะเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทนที่ได้จากพอลิออลผสมระหว่างพอลิออลจาก น้ำมันปาล์มใช้แล้วกับพอลิออลทางการค้า (75/25 by weight) ที่ใช้ MUPO ที่มีค่า OHV 200 mgKOH/g ที่สัดส่วนดัชนีไดไอโซไซยานาต 90 100 110 และ 130 มีลักษณะเป็นเซลล์ปิดทุกสูตร เมื่อปริมาณดัชนีไดไอโซไซยานาตเพิ่มขึ้นพบว่าขนาดเซลล์ของเซลล์ไม่แตกต่างกันมากนัก ส่งผลให้ ความหนาแน่นไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ทั้งนี้ น่าจะเป็นเพราะว่าการใช้ไดไอโซไซยานาต เพิ่มขึ้น เป็นการเพิ่มปฏิกิริยาการเกิดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ และเกิดปฏิกิริยาคายความร้อน เพิ่มขึ้นระบบ ส่งผลให้โฟมเกิดการฟุ้งตัวได้สูงขึ้น และการก่อเกิดนิวคลีไอในการก่อเกิดฟองเพิ่มขึ้น ทำให้การเกิดฟองเกิดขึ้นได้ง่ายขึ้น และการเพิ่มปริมาณไดไอโซไซยานาต เป็นการเพิ่มการเกิด พันธะการเชื่อมขวางของหมู่อัลโลไฟเนต ที่เกิดจากหมู่ไอโซไซยานาตเกิดปฏิกิริยากับหมู่ยูรีเทนใน สายโซ่หลัก ดังแสดงในรูปที่ 5.28 ส่งผลให้ผนังเซลล์มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ขนาดเซลล์มี แนวโน้มลดลงเล็กน้อย



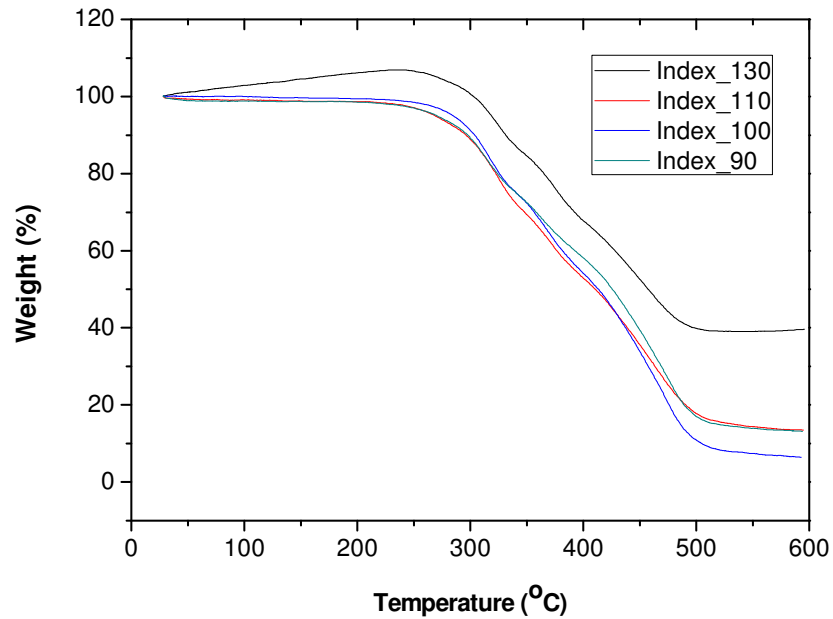
รูปที่ 5.28 การเกิดพันธะอัลโลโฟเนตจากปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยาเนตกับยูรีเทน



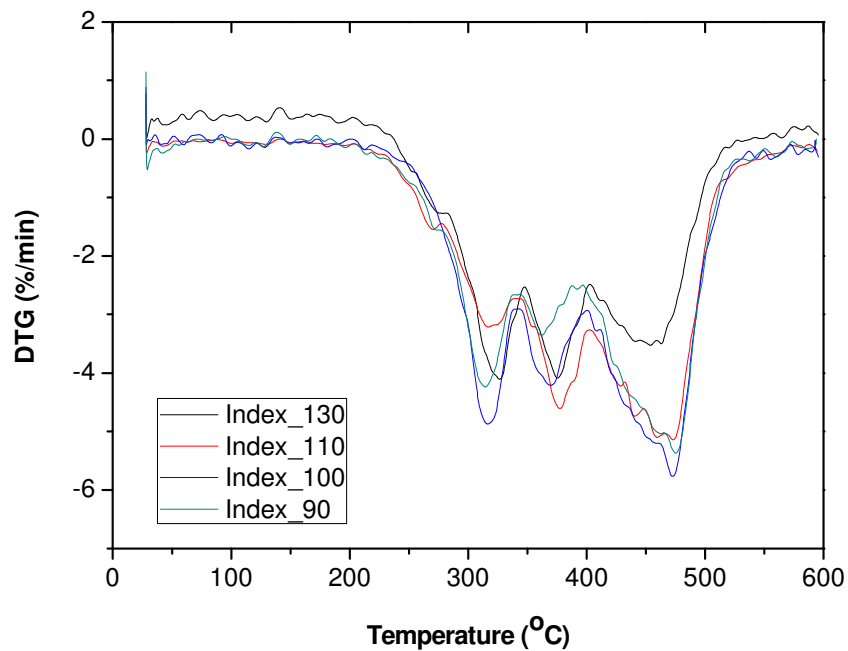
รูปที่ 5.29 ค่าความต้านทานการกดของโฟมพอลิยูรีเทนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ ปริมาณดัชนีไดไอโซไซยาเนตระดับต่าง ๆ

จากรูปที่ 5.29 พบว่าผลของปริมาณดัชนีไดไอโซไซยาเนตต่อค่าการทดสอบความต้านทานต่อการกด ที่ระยะกด 10% (Compressive stress at 10% strain) พบว่าเมื่อดัชนีไดไอโซไซยาเนตเพิ่มขึ้นความต้านทานต่อการกดมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เป็นเพราะว่าไดไอโซไซยาเนตนอกจากจะสามารถเกิดปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้างของพอลิออลแล้ว ไดไอโซไซยาเนตยังมีปริมาณมากเกินพอสามารถเกิดปฏิกิริยากับหมู่ยูรีเทนในโครงสร้างเกิดเป็นพันธะอัลโลโฟเนตเกิดการเชื่อมขวางในโครงสร้างของโฟม หรือไดไอโซไซยาเนตเกิดปฏิกิริยากับหมู่ออนุพันธ์ของยูเรียเกิดเป็นไบยูเรต เป็นการเพิ่มส่วนที่แข็ง (Hard segment) เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ผนังเซลล์มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น โฟมที่ได้จะมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น ให้ค่าความต้านทานต่อการกดเพิ่มสูงขึ้น

ผลของดัชนีไดโอไซไซยานาเนตต่อสมบัติทางความร้อน



รูปที่ 5.30 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่ออุณหภูมิของโคมพอลิยูรีเทนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ปริมาณดัชนีไดโอไซไซยานาเนตระดับต่าง ๆ



รูปที่ 5.31 กราฟ DTG ต่ออุณหภูมิของโคมพอลิยูรีเทนจาก MUPO/PEO (75/25 by weight) ที่ปริมาณดัชนีไดโอไซไซยานาเนตระดับต่าง ๆ

ตารางที่ 5.9 สมบัติทางความร้อนของโพลีเอทิลีนที่ปริมาณดัชนีไดโอไซไซยานาตระดับต่าง ๆ

samples	Thermal degradation stage					
	1 <sup>st</sup> stage		2 <sup>nd</sup> stage		3 <sup>rd</sup> stage	
	T <sub>max</sub> (°C)	Weight loss (%)	T <sub>max</sub> (°C)	Weight loss (%)	T <sub>max</sub> (°C)	Weight loss (%)
Index_90	317.4	21.84	377.9	22.74	473.5	44.35
Index_100	327.2	25.80	376.2	21.80	475.5	39.12
Index_110	325.9	25.47	363.4	15.72	476.8	45.41
Index_130	325.5	14.94	374.4	18.10	452.8	27.64

ลักษณะกราฟ TGA และ DTG จากรูปที่ 5.30 - 5.31 และตารางที่ 5.9 ของโพลีเอทิลีนที่ปริมาณดัชนีไดโอไซไซยานาตระดับต่าง ๆ พบว่าทุกระดับปริมาณดัชนีไดโอไซไซยานาตแสดงลักษณะกราฟในทำนองเดียวกันคือ เกิดการเสื่อมสภาพ 3 ช่วง เช่นเดียวกับโพลีเอทิลีนที่ศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ก่อนหน้านี้ เมื่อเปรียบเทียบระหว่างปริมาณดัชนีไดโอไซไซยานาตพบว่า โพลีเอทิลีนที่ใช้ปริมาณไดโอไซไซยานาตเพิ่มขึ้น พบว่าในช่วงแรกก่อนอุณหภูมิประมาณ 320-330 °C โพลีเอทิลีนที่มีปริมาณไดโอไซไซยานาตเพิ่มอุณหภูมิสูงสุดของการเสื่อมสภาพมีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย ทั้งนี้จะเป็นเพราะพันธะการเชื่อมขวางแบบอัลโลไฟเนต และไบยูเรต เป็นพันธะที่เสื่อมสลายทางความร้อนได้ง่ายกว่าพันธะยูริเทน ส่งผลให้อุณหภูมิการเสื่อมสภาพลดต่ำลงในช่วงแรก โดยช่วงแรกเป็นการเสื่อมของพันธะยูริเทน กลุ่มอัลโลไฟเนต และกลุ่มไบยูเรต ที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลของพอลิเอทิลีนกับไดโอไซไซยานาต และกับหมู่ยูเรีย ตามลำดับ ส่วนในช่วงที่สองและช่วงสามไม่แตกต่างกัน ซึ่งเป็นการเสื่อมของพอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วและพันธะเอสเทอร์ที่อยู่พอลิเอทิลีนน้ำมันปาล์ม

## 6. สรุปผลการทดลอง

6.1 น้ำมันปาล์มใช้แล้วสามารถนำเตรียมเป็นพอลิเอทิลีน ผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันและไฮดรอกซิเลชัน ค่าไฮดรอกซิลของพอลิเอทิลีนที่เตรียมได้อยู่ช่วง 100 -250 mgKOH/g ขึ้นกับปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และเวลาในการทำปฏิกิริยา

6.2 พอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วสามารถนำมาเตรียมเป็นโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งได้ โดยลักษณะเซลล์ของโฟมมีลักษณะเป็นเซลล์ปิด

6.3 ปริมาณไฮดรอกซิลของพอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วเพิ่มขึ้น จะใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาการเกิดโฟมนานขึ้นและความสูงของโฟมที่มีแนวโน้มสูงขึ้น ขณะที่เปอร์เซ็นต์การหดตัวและยุบตัวของโฟมมีแนวโน้มลดลง ลักษณะเซลล์ของโฟมที่ได้เป็นเซลล์ปิด สมบัติความต้านทานต่อแรงกดอัดเพิ่มขึ้น และสมบัติการทนต่อความร้อนในช่วงอุณหภูมิประมาณ 320-330 °C มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อย แต่ความทนทานที่อุณหภูมิสูงสุดแตกต่างกันเล็กน้อย

การเพิ่มปริมาณไฮดรอกซิลของพอลิเอทิลีนมากขึ้นมีแนวโน้มให้สมบัติการดูดซับเสียงที่สูงขึ้นที่ความถี่สูงขึ้น

6.4 สัดส่วนของพอลิเอทิลีนผสมระหว่างพอลิเอทิลีนจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วต่อพอลิเอทิลีนทางการค้า (MUPO/PEO) จะส่งผลให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาการเกิดโฟมเร็วขึ้นแต่ความสูงของโฟมไม่แตกต่างกันมากนัก ขณะที่เปอร์เซ็นต์การหดตัวและยุบตัวของโฟมมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ลักษณะเซลล์ของโฟมที่ได้เป็นเซลล์ปิด ความหนาแน่นของโฟมมีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย แต่สมบัติความต้านทานต่อแรงกดอัดลดลง แต่สมบัติการทนต่อความร้อนในช่วงอุณหภูมิประมาณ 320-330 °C มีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย แต่ความทนทานที่อุณหภูมิสูงสุดแตกต่างกันเล็กน้อย

โดยสัดส่วนของพอลิเอทิลีนผสมที่ให้ความต้านทานต่อแรงกดอัดสูงสุด คือ MUPO (OHV=100)/PEO เท่ากับ 75/25 ส่วนโดยน้ำหนัก และ MUPO (OHV=200)/PEO เท่ากับ 95/5 ส่วนโดยน้ำหนัก

การเพิ่มสัดส่วนของพอลิเอทิลีนทางการค้ามากขึ้นมีแนวโน้มให้สมบัติการดูดซับเสียงที่สูงขึ้นที่ความถี่ต่ำ

6.5 การเพิ่มปริมาณเอทิลีน ไกลคอล จะส่งผลให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาการเกิดโฟมนานขึ้นและความสูงของโฟมที่มีแนวโน้มสูงขึ้น ขณะที่เปอร์เซ็นต์การหดตัวและยุบตัวของโฟมมีแนวโน้มลดลง ลักษณะเซลล์ของโฟมที่ได้เป็นเซลล์ปิด ความหนาแน่นของโฟมมีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย แต่สมบัติความต้านทานต่อแรงกดอัดเพิ่มขึ้น แต่สมบัติการทนต่อความร้อนในช่วงอุณหภูมิประมาณ 320-330 °C มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อย แต่ความทนทานที่อุณหภูมิสูงสุดแตกต่างกันเล็กน้อย

6.6 การเพิ่มดัชนีของไอโซไซยาเนต จะส่งผลให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาการเกิดโฟมนานขึ้นและความสูงของโฟมที่มีแนวโน้มสูงขึ้น ขณะที่เปอร์เซ็นต์การหดตัวและยุบตัวของโฟมมีแนวโน้มลดลง ลักษณะเซลล์ของโฟมที่ได้เป็นเซลล์ปิด ความหนาแน่นของโฟมมีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย แต่สมบัติความต้านทานต่อแรงกดอัดเพิ่มขึ้น แต่สมบัติการทนต่อความร้อนในช่วงอุณหภูมิประมาณ 320-330 °C มีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย แต่ความทนทานที่อุณหภูมิสูงสุดแตกต่างกันเล็กน้อย

## เอกสารอ้างอิง

- [1]. สถิติการส่งออกน้ำมันปาล์ม.  
[http://www.oae.go.th/oae\\_report/export\\_import/export\\_result.php](http://www.oae.go.th/oae_report/export_import/export_result.php) (accessed 11 March 2016).
- [2]. วรรณภา เสนาดี. ทิศทางปาล์มน้ำมันไทย. <http://www.kehakaset.com/index.php/79-information/127-2011-03-02-12-48-15> (accessed 9 Dec 2013).
- [3]. Leung, D. Y. C.; Guo, Y., Transesterification of neat and used frying oil: Optimization for biodiesel production. *Fuel Process. Technol.* 2006, 87 (10), 883-890  
<http://dx.doi.org/10.1016/j.fuproc.2006.06.003>.
- [4]. Wang, Y.; Pengzhan Liu, S. O.; Zhang, Z., Preparation of biodiesel from waste cooking oil via two-step catalyzed process. *Energy Convers. Manage.* 2007, 48 (1), 184-188  
<http://dx.doi.org/10.1016/j.enconman.2006.04.016>.
- [5]. Talebian-Kiakalaieh, A.; Amin, N. A. S.; Mazaheri, H., A review on novel processes of biodiesel production from waste cooking oil. *Applied Energy* 2013, 104, 683-710  
<http://dx.doi.org/10.1016/j.apenergy.2012.11.061>.
- [6]. Yaakob, Z.; Mohammad, M.; Alherbawi, M.; Alam, Z.; Sopian, K., Overview of the production of biodiesel from Waste cooking oil. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 2013, 18, 184-193 <http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2012.10.016>.
- [7]. วิไลพร ปองเพียร. การพัฒนาสูตรสบู่แพนซีจากน้ำมันใช้แล้ว. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมี) คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี. มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์, 2554.
- [8]. Rozman, H. D.; Tay, G. S.; Abubakar, A.; Kumar, R. N., Tensile properties of oil palm empty fruit bunch–polyurethane composites. *Eur. Polym. J.* 2001, 37 (9), 1759-1765  
[http://dx.doi.org/10.1016/S0014-3057\(01\)00063-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0014-3057(01)00063-5).
- [9]. Tanaka, R.; Hirose, S.; Hatakeyama, H., Preparation and characterization of polyurethane foams using a palm oil-based polyol. *Bioresour. Technol.* 2008, 99 (9), 3810-3816  
<http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2007.07.007>.
- [10]. Nik Pauzi, N. N. P.; A. Majid, R.; Dzulkifli, M. H.; Yahya, M. Y., Development of rigid bio-based polyurethane foam reinforced with nanoclay. *Composites Part B: Engineering* 2014, 67, 521-526 <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.08.004>.
- [11]. Lam, M. K.; Tan, K. T.; Lee, K. T.; Mohamed, A. R., Malaysian palm oil: Surviving the food versus fuel dispute for a sustainable future. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 2009, 13 (6–7), 1456-1464 <http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2008.09.009>.

- [12]. Stichnothe, H.; Schuchardt, F., Life cycle assessment of two palm oil production systems. *Biomass Bioenergy* 2011, 35 (9), 3976-3984 <http://dx.doi.org/10.1016/j.biombioe.2011.06.001>.
- [13]. Hariharan, K.; Purushothama, S.; Raina, P. L., Studies on red palm oil: Effect of partial supplementation of saturated fats upon lipids and lipoproteins. *Nutrition Research* 16 (8), 1381-1392 10.1016/0271-5317(96)00145-5.
- [14]. เบญจมาศ เชียร์ศิลป์, อรัญ หันพงศ์กิตติกุล, เกษรา ทองบริบูรณ์. รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วโดยเอนไซม์ไลเปสตรังรูปที่มีความจำเพาะต่างกัน. มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. 2552.
- [15]. Choe, E.; Min, D. B., Chemistry of deep-fat frying oils. *J. Food Sci.* 2007, 72 (5), R77-86.
- [16]. Lazarick, K. 2012. Cause of color component formation oils during frying. Master of science, University of Lethbridge, Canada.
- [17]. Hu, Y. H.; Gao, Y.; Wang, D. N.; Hu, C. P.; Zu, S.; Vanoverloop, L.; Randall, D., Rigid polyurethane foam prepared from a rape seed oil based polyol. *J. Appl. Polym. Sci.* 2002, 84 (3), 591-597 10.1002/app.10311.
- [18]. Zlatanić, A.; Lava, C.; Zhang, W.; Petrović, Z. S., Effect of structure on properties of polyols and polyurethanes based on different vegetable oils. *J. Polym. Sci., Part B: Polym. Phys.* 2004, 42 (5), 809-819 10.1002/polb.10737.
- [19]. Campanella, A.; Bonnaillie, L. M.; Wool, R. P., Polyurethane foams from soyoil-based polyols. *J. Appl. Polym. Sci.* 2009, 112 (4), 2567-2578 10.1002/app.29898.
- [20]. Dai, H.; Yang, L.; Lin, B.; Wang, C.; Shi, G., Synthesis and Characterization of the Different Soy-Based Polyols by Ring Opening of Epoxidized Soybean Oil with Methanol, 1,2-Ethanediol and 1,2-Propanediol. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 2009, 86 (3), 261-267 10.1007/s11746-008-1342-7.
- [21]. Hazmi, A. S. A.; Aung, M. M.; Abdullah, L. C.; Salleh, M. Z.; Mahmood, M. H., Producing Jatropha oil-based polyol via epoxidation and ring opening. *Industrial Crops and Products* 2013, 50, 563-567 <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.08.003>.
- [22]. Petrović, Z. S. Z., W.; Javni, I., Structure and Properties of Polyurethanes Prepared from Triglyceride Polyols by Ozonolysis. *Biomacromolecules* 2005, 6 (2), 713-719
- [23]. Yue, J.; Narine, S. S., Separation and Quantification of Vegetable Oil Based Polyols by High Performance Liquid Chromatography with Evaporative Light Scattering Detection. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 2007, 84 (9), 803-807 10.1007/s11746-007-1113-x.

- [24]. Petrović, Z. S.; Guo, A.; Javni, I.; Cvetković, I.; Hong, D. P., Polyurethane networks from polyols obtained by hydroformylation of soybean oil. *Polym. Int.* 2008, 57 (2), 275-281  
10.1002/pi.2340.
- [25]. Guo, A. J., I.; Petrovic, Z., Rigid polyurethane foams based on soybean oil. *J. Appl. Polym. Sci.* 2000, 77 (2), 467-473
- [26]. ช.วยากรณ์ เพ็ชฌุไพศิษฐ์. นวัตกรรมใหม่ที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมของน้ำมันธรรมชาติดัดแปรพอลิออลสำหรับการเตรียมพอลิยูรีเทนชีวภาพ; วารสารมหาวิทยาลัยทักษิณ ปีที่ 12 ฉบับที่ 2 กรกฎาคม - ธันวาคม 2552. หน้า 66-74.
- [27]. Wood, G., *The ICI polyurethanes*. 2<sup>nd</sup> ed.; John Wiley & Sons, Inc.: Netherlands, 1990.
- [28]. Ashida, K., *Polyurethane and related foams : chemistry and technology*. CRC/Taylor & Francis: Boca Raton, FL: 2007.
- [29]. Chian, K. S.; Gan, L. H., Development of a rigid polyurethane foam from palm oil. *J. Appl. Polym. Sci.* 1998, 68 (3), 509-515
- [30]. Palanisamy, A.; Karuna, M.; Satyavani, T.; Rohini Kumar, D., Development and Characterization of Water-Blown Polyurethane Foams from Diethanolamides of Karanja Oil. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 2011, 88 (4), 541-549.
- [31]. Saetung, A. 2009. Preparation of Polyurethane Foams from Hydroxytelechelic Oligoisoprenes Obtained by Controlled Degradation of Natural Rubber: Study of Their Physico-mechanical, Thermal, and Acoustic Properties. Ph. D. (Polymer Technology), Prince of Songkla University Pattani, Thailand and and Le Grade de Docteur de l'Université du Maine, France.
- [32]. Saetung, A. R., A.; Campistron, I.; Klinpituksa, P.; Laguerre, A.; Phinyocheep, P.; Doutres, O.; Pilard, J.-F., Preparation and physico-mechanical, thermal and acoustic properties of flexible polyurethane foams based on hydroxytelechelic natural rubber. *J. Appl. Polym. Sci.* 2010, 117 (2), 828-837
- [33]. Saetung, A. 2009. Preparation of Polyurethane Foams from Hydroxytelechelic Oligoisoprenes Obtained by Controlled Degradation of Natural Rubber: Study of Their Physico-mechanical, Thermal, and Acoustic Properties. Ph. D. , Prince of Songkla University Pattani, Thailand and and Le Grade de Docteur de l'Université du Maine, France,
- [34]. Algaily, B.; Puttajukr, S., Acoustic absorption and physicomechanical properties of SBR/RR foam. *International Journal of Technical Research and Applications* 2014, 2 (1), 15-18.
- [35]. Pawlik, H. a. A. P., , . 20(2): p. . Influence of Palm Oil-Based Polyol on the Properties of Flexible Polyurethane Foams. *J. Polym. Environ.* 2012, 20 (2), 438-445



- [36]. Zhang, C.; Kessler, M. R., Bio-based Polyurethane Foam Made from Compatible Blends of Vegetable-Oil-based Polyol and Petroleum-based Polyol. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering* 2015, 3 (4), 743-749
- [37]. Thirumal, M.; Khastgir, D.; Singha, N. K.; Manjunath, B. S.; Naik, Y. P., Effect of foam density on the properties of water blown rigid polyurethane foam. *J. Appl. Polym. Sci.* 2008, 108 (3), 1810-1817 10.1002/app.27712.
- [38]. Wang, Y.; Zhang, C.; Ren, L.; Ichchou, M.; Galland, M.-A.; Bareille, O., Influences of rice hull in polyurethane foam on its sound absorption characteristics. *Polymer Composites* 2013, 34 (11), 1847-1855 10.1002/pc.22590.
- [39]. Zhang, C.; Li, J.; Hu, Z.; Zhu, F.; Huang, Y., Correlation between the acoustic and porous cell morphology of polyurethane foam: Effect of interconnected porosity. *Mater. Des.* 2012, 41, 319-325 <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2012.04.031>.
- [40]. Tu, Y.-C.; Kiatsimkul, P.; Suppes, G.; Hsieh, F.-H., Physical properties of water-blown rigid polyurethane foams from vegetable oil-based polyols. *J. Appl. Polym. Sci.* 2007, 105 (2), 453-459 10.1002/app.26060.

## ภาคผนวก

ผลงานตีพิมพ์:

Riyapan, D, Saetung, N. Saetung, A. Modification of used palm oil: Preliminary study of its potentiality as polyurethane foam precursors, Key Engineering Materials, 705, pp 50-54.

[Doi:10.4028/www.scientific.net/KEM. 705.50.](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.705.50)

## Modification of used palm oil: Preliminary study of its potentiality as polyurethane foam precursors

Duangporn RIYAPAN<sup>1,a</sup>, Nitinart SAETUNG<sup>1,b\*</sup>, Anuwat SAETUNG<sup>2,c</sup>

<sup>1</sup>Department of Materials Science and Technology, Faculty of Science,  
Prince of Songkla University, Hat Yai campus, Songkhla, Thailand

<sup>2</sup> Department of Rubber Technology and Polymer Science, Faculty of Science and Technology,  
Prince of Songkla University, Pattani campus, Pattani, Thailand

<sup>a</sup>yeeba\_yeebud@hotmail.com <sup>b</sup>snitnart@hotmail.com, <sup>c</sup>anuwat.s@psu.ac.th

**Keyword:** Polyurethane foam, used palm oil, epoxidation, OH number, polyol

**Abstract.** Polyol was successfully synthesized from used palm oil (UPO) *via* epoxidation and ring opening reaction. The mole ratio of UPO: formic acid: hydrogen peroxide was 0.3: 8: 1.5. The reaction had been continuously stirred at 400 rpm at 65°C with varied reaction time for 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, and 4.0 h. The chemical structure of modified used palm oil (MUPO) or polyol was confirmed by <sup>1</sup>H-NMR. OH number of polyols increased with an increase reaction time. Moreover, the preliminary study for the preparation of MUPO-based polyurethane (PU) foam was performed. A new MUPO-based PU foam was successfully prepared and their foam behaviors were investigated.

### Introduction

For a recent decade, the use of vegetable oil to substitute for petroleum has been increased because of some advantages of vegetable oil for their eco-friendly nature, biological degradation, and low cost. In addition, reducing demand on petroleum products will help to solve the problems for the depletion of petroleum and environmental pollution concerns. Moreover, the oil can be modified in double bonds to be hydroxyl groups to the triglyceride molecule [1] through transesterification [2], ozonolysis [3], hydroformylation [4] and epoxidation-ring opening reaction [5], respectively. These functional groups of modified oil have potential alternatives for synthesizing a new polyurethane based on vegetable oil, especially for synthesizing bio-polyols and their derivatives [6]. The important vegetable oil used to modify structure to be polyols are soybean oil, palm oil, linseed oil, sunflower oil, etc. In the case of palm oil, the palm-based polyols can be used for both flexible [7] and rigid polyurethane foam [8-9].

The palm tree is a perennial plant abundant highly in tropical countries, especially Indonesia, Malaysia and Thailand [10]. In Thailand, the demands of palm oil tend to increase in many consuming goods, especially, in the food industries such as snack foods and sea food. These palm oils are continually heated at high temperature that will lead to the physical and chemical properties of palm oil change *i.e.*, decreasing double bond and increasing viscosity [11]. After finishing cooking process the remained used palm oil had released into water resource that would cause contaminate river and human healthy. Reusing of used palm oil causes many the diseases such as kidney damage, intestinal tumors and cancer. The used palm oil should be properly managed *i.e.*, reusing to biodiesel [12]. The other interesting ways of using used palm oil is modifying to be polyol that has not been reported for a starting material in polyurethane foam yet.

In this work, the polyol derived from the used palm oil was synthesized *via* epoxidation and ring opening reaction. The reaction time studied was from 0 to 4 hrs. at the controlled of mole ratio of used palm oil and reagents. The obtained polyol was analyzed and used as the starting material in polyurethane foam preparation. The properties of foam were also investigated.

## Experiment

### Modification of used palm oil

Briefly, the unsaturated bonds of triglycerides (250 g, 0.3 mol) were modified through epoxidation reaction, followed ring opening of oxirane groups with hydroxylation reaction by using hydrogen peroxide (274g, 8 mol; Lab-scan) and excess formic acid (70 g, 1.5mol; Ajax Fine Chem). The mixture was charged to three-neck round bottom flask with a controlled speed of 400 rpm at 65°C. The reaction time was varied to 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, and 4.0 hrs. Then modified used palm oil (MUPO) based polyol was purified. MUPO solution was concentrated under vacuum by using rotary evaporation. MUPOs were obtained for clear yellowish oil with having average oil yield about 98%. Those polyols were then further analyzed by iodine number (ASTM D4671), acid number (ASTM D4662), and hydroxyl number (ASTM D4274). The chemical structures of MUPO were analyzed by <sup>1</sup>H NMR spectroscopy (500MHz).

### Preparation of polyurethane foam

PU foams were prepared by a one-shot method. All ingredients as listed in Table 1 in a 250 mL beaker by a magnetic stirrer at 500 rpm speed until whitening of the liquid was observed. The mixture was then poured into molds, and the samples were cured in an oven 50°C for 48 hrs. before testing PU foams *i.e.*, density, cell morphology.

**Table 1** Formulations of PU foam based on MUPO

Ingredient	Weight (pbw)				
	MUPO_0.5h	MUPO_1.0h	MUPO_1.5h	MUPO_2.0h	MUPO_4.0h
MUPO	5	5	5	5	5
B8110 (Goldschmidt)	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
Water	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
Dabco 33LV (Goldschmidt)	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
Dabco T-12 (Fluka)	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
PMDI (BASF) (index 100)	4.6739	4.7987	4.8091	5.1932	5.4845

## Characterization

Cell morphology of all foams was investigated by the scanning electron microscope (SEM) (Jeol JSM-5800 LV). Cell size of all PU foam can be investigated using Image J program. For density measurement, the all PU foams were cut into specimens with dimensions of about 50 × 50 × 25 mm (width × length × thickness). The exact dimensions were measured using a vernier caliper. The specimens were accurately weighed to determine the densities using the equation, density = mass/volume.

## Results and discussion

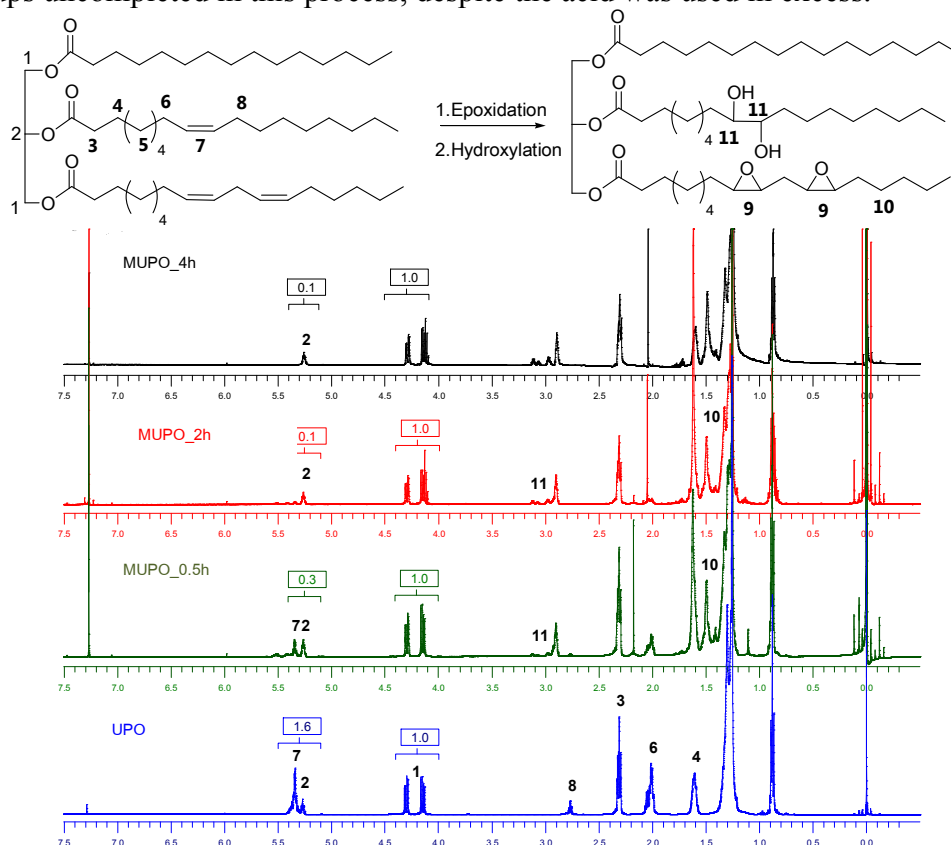
### Physical properties of MUPOs

Herein, the modification reaction of UPO was involved in epoxidation and ring opening or hydroxylation reaction as shown in Fig. 1. The acid number, hydroxyl value, and iodine value of MUPO were analyzed and showed in Table 2. The results showed that the hydroxyl value increased with increasing the reaction time whereas the iodine value decreased. These values indicated that the unsaturated bonds of triglycerides were formed to be epoxide groups led to decrease the iodine value. Epoxide groups would be reacted with excess acid to open the epoxide ring to form hydroxyl group led to increase the hydroxyl value. The hydroxyl value experiment was used to confirm the hydroxyl group. However, both reactions had no effect on the acid number of MUPO.

**Table 2** Physical properties of MUPOs

Properties	Reaction time (hrs.)					
	0	0.5	1	1.5	2	4
Iodine No.(mg I <sub>2</sub> /g oil)	39.51	8.48	8.12	5.59	5.37	0
OH No.(mg KOH/g oil)	0	143.99	154.49	155.37	187.69	212.20
Acid No. (mgKOH/g oil)	1.39	2.49	2.51	2.19	1.56	1.89

The <sup>1</sup>H MNR spectra of MUPO and UPO were comparable in Fig.1. The spectrum of MUPO showed a new signal at 3.00-3.20 ppm corresponding to methine protons **11** (-CH<sub>2</sub>CH(OH)) adjacent to secondary alcohol group [6]. In addition, the signals at 5.3-5.4 ppm corresponding to protons **7** at double bonds of triglycerol structures were disappeared. The result indicated that unsaturated chains partially transformed to other forms *i.e.*, epoxide groups and hydroxyl groups. Moreover, the peaks at 5.3-5.4 ppm of MUPOs decreased the height of this peak with increasing the reaction time corresponding to an increasing of hydroxyl value of MUPO. Unfortunately, the residue an epoxide groups were observed at the signals at 2.80-3.00 ppm and 1.40-1.55 ppm corresponding to methine protons **9** (-CH(O)CH-) adjacent to an epoxide ring and β-CH<sub>2</sub> protons **10** adjacent to epoxy group, respectively [13]. This result indicated that the ring opening reaction of oxirane groups uncompleted in this process, despite the acid was used in excess.



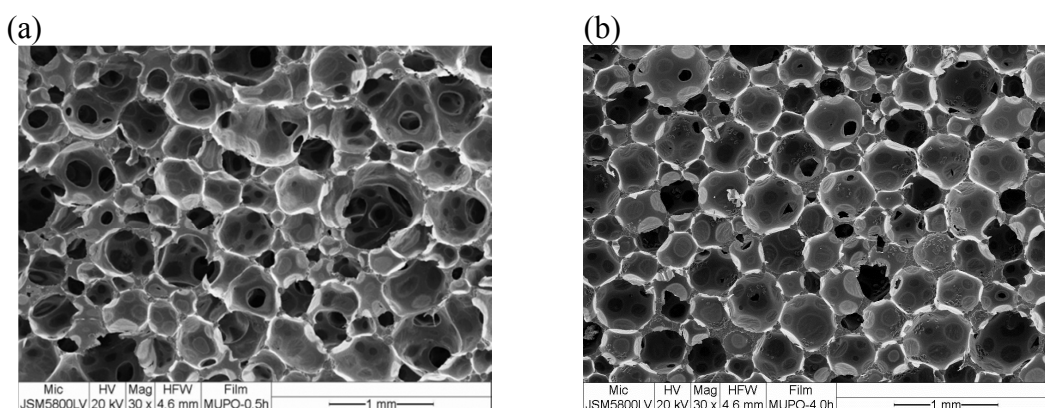
**Figure 1** <sup>1</sup>H NMR spectra of used palm oil (UPO) and modified used palm oil (MUPO) at various reaction times

### Foam characteristics and properties

The cure characteristics and the physical properties of PU foam based on MUPO were summarized in Table 3. These results showed that the higher OH value (MUPO\_4h) gave the highest cream time, rise time and tack free time. None of the foams had shrinkage and some foam had collapsed 1.3 and 0.07% after ending of the process. The cell structure was confirmed by SEM in Fig.2 with enlargements of 30 times. All sample foamed show close cell. As the OH value increasing the cell counts increased whereas cell sizes decreased due to the viscosity of polyols increased. The expansion of foams was then more difficult led to decrease cell size and increase density of foams. According to Badri and coworkers were reported [14-15].

**Table 3** Characteristics and properties of PU foams based on MUPO

Characteristics	MUPO 0.5h	MUPO 1h	MUPO 1.5h	MUPO 2h	MUPO 4h
Cream time (s)	45	65	72	80	100
Rise time (min)	5.45	5.50	5.55	6.10	9.15
Tack free time (min)	19.1	19.57	19.42	21.54	21.51
Shrinkage (%)	0	0	0	0	0
Collapse (%)	1.39	1.39	1.39	1.39	0.07
Highest rising (cm)	6.9	7.3	6.9	7.8	7.8
<b>Properties</b>					
Cell count/cm	23	25	30	33	42
Cell size (mm)	117	95	89	70	56
Density (Kg/m <sup>3</sup> )	53.95	59.13	59.68	66.28	67.31



**Figure 2** PU foams based on MUPO imaged at 30x magnification: (a) MUPO\_0.5 hrs. and (b) MUPO\_4hrs.

## Summary

The polyol based on MUPO was well modified by epoxidation and hydroxylation reaction. The increasing of the reaction time gave the increasing of OH value of MUPO. Chemical structure of all polyols was confirmed by <sup>1</sup>H-NMR. Cream time, rise time, and tack free time of all PU foams increased with increasing OH number. In addition, the cell of foam exhibited increasing closed cell structure with increasing of OH number, confirmed by SEM. Most cells size of MUPO based PU foams were about the same sizes. The densities of all MUPO based PU foams were approximately 60 kg/m<sup>3</sup>.

## Acknowledgments

The authors express sincere thanks to Prince of Songkla University Ph.D. Scholarship, Government fund (SCI580774S), Rubber products Development Group, Faculty of Science (RPD) and Prince of Songkla University, Thailand, for their financial support and Assist. Prof. Dr. Prawat Wettayaprasit for his advice and suggestion for writing this paper.

## References

- [1] C. Zhang, R. Ding, M.R. Kessler, Reduction of epoxidized vegetable oils: A novel method to prepare bio-based polyols for polyurethanes, *Macromol. Rapid Comm.*, 35 (2014) 1068-1074.
- [2] M. Arniza, S. Hoong, Z. Idris, S. Yeong, H. Hassan, A. Din, Y. Choo, Synthesis of Transesterified Palm Olein-Based Polyol and Rigid Polyurethanes from this Polyol, *J Amer Oil Chem Soc*, 92 (2015) 243-255.
- [3] S. Narine, J. Yue, X. Kong, Production of polyols from canola oil and their chemical identification and physical properties, *J. Am. Oil Chem. Soc*, 84 (2007) 173-179.

- 
- [4] V. Agabekov, W. Seiche, B. Breit, Rhodium-catalyzed hydroformylation of alkynes employing a self-assembling ligand system, *Chem. Sci.*, 4 (2013) 2418-2422.
- [5] F.E. Okieimen, C. Pavithran, I.O. Bakare, Epoxidation and hydroxlation of rubber seed oil: one-pot multi-step reactions, *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 107 (2005) 330-336.
- [6] T.T.K. Hoang, I. Kim, Epoxidation and ring-opening of palm oil to produce high-functionality polyols, *Aust. J. Basic Appl. Sci.*, 9 (2015) 89-93.
- [7] H. Pawlik, A. Prociak, Influence of Palm Oil-Based Polyol on the Properties of Flexible Polyurethane Foams, *J. Polym. Environ.*, 20 (2012) 438-445.
- [8] S. Chuyujit, T. Sangpakdee, O. Saravari, Processing and properties of palm oil-based rigid polyurethane foam, *J. Miner. Met. Mater. Soc.*, 17 (2007) 17-23.
- [9] C.S. Lee, T.L. Ooi, C.H. Chuah, S. Ahmad, Rigid Polyurethane Foam Production from Palm Oil-Based Epoxidized Diethanolamides, *J Am Oil Chem Soc*, 84 (2007) 1161-1167.
- [10] Information on [http://www.nstda.or.th/nac2014/download/presentation/1April/01\\_Kewalin.pdf](http://www.nstda.or.th/nac2014/download/presentation/1April/01_Kewalin.pdf).
- [11] E. Choe, D.B. Min, Chemistry of deep-fat frying oils, *J. Food Sci.*, 72 (2007) 77-86.
- [12] Y. Wang, S.O. Pengzhan Liu, Z. Zhang, Preparation of biodiesel from waste cooking oil via two-step catalyzed process, *Energy Convers. Manage.*, 48 (2007) 184-188.
- [13] S.I.S. Nafisah, A.F. Mohd, M. Rahmah, Y. Firdaus, F. Roslinda, D. Kamarun, Epoxidation of palm oil catalyzed by titanium-grafted silica catalyst, *Adv. Mat. Res.*, 812 (2013) 30-37.
- [14] K.H. Badri, S.H. Ahmad, S. Zakaria, Production of a high-functionality RBD palm kernel oil-based polyester polyol, *J. Appl. Polym. Sci.*, 81 (2001) 384-389.
- [15] K.H. Badri, S.H. Ahmad, S. Zakaria, Development of zero ODP rigid polyurethane foam from RBD palm kernel oil, *J. Mater. Sci. Lett.*, 19 1355-1356.