



การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตที่นำมา
แปรรูปใหม่ด้วยไนลอน 6 และเส้นใยแก้ว

โดย

นางสาวกมลวรรณ ทรัพย์กลางกูร



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2564

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยศิลปากร

การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของพอลิเอทิลีนเทอร์พทาเลตที่นำมา
แปรรูปใหม่ด้วยไนลอน 6 และเส้นใยแก้ว



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2564

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยศิลปากร

MECHANICAL PROPERTY ENHANCEMENT OF RECYCLED POLY(ETHYLENE
TEREPHTHALATE) WITH NYLON 6 AND GLASS FIBER



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for Master of Engineering (POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING)

Department of MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

Graduate School, Silpakorn University

Academic Year 2021

Copyright of Silpakorn University

หัวข้อ	การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของพอลิเอทิลีนเทเรพทาเลตที่นำมา แปรรูปใหม่ด้วยไนลอน 6 และเส้นใยแก้ว
โดย	นางสาวกมลวรรณ หรรษพลากร
สาขาวิชา	วิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผนก ก แบบ ก 2 ระดับปริญญา มหาบัณฑิต
อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก	รองศาสตราจารย์ ดร. ญัฐกาญจน์ หงส์ศรีพันธ์
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ปาเจรา พัฒนถาบุตร

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร ได้รับพิจารณาอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

.....
คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ดร.จุไรรัตน์ นันทานิช)

พิจารณาเห็นชอบโดย

.....
ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วันชัย เลิศวิจิตรจรัส)

.....
อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร. ญัฐกาญจน์ หงส์ศรีพันธ์)

.....
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ปาเจรา พัฒนถาบุตร)

.....
ผู้ทรงคุณวุฒิภายใน
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ญัฐวุฒิ ชัยยุตต์)

.....
ผู้ทรงคุณวุฒิภายนอก
(รองศาสตราจารย์ ดร. ธัญญลักษณ์ ฉายสุวรรณ)

620920001 : วิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญาโท

คำสำคัญ : พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตรีไซเคิล, ไนลอน6, สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้, เส้นใยแก้ว, สารเชื่อมประสานไซเลน, สมบัติเชิงกล

นางสาว กมลวรรณ หรรษพลางกูร: การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตที่นำมาแปรรูปใหม่ด้วยไนลอน 6 และเส้นใยแก้ว อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : รองศาสตราจารย์ ดร. ญัฐกาญจน์ หงส์ศรีพันธ์

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ในการปรับปรุงสมบัติของขวดน้ำดื่มพลาสติกที่ใช้แล้ว (RPET) ด้วยการผสมไนลอน 6 (PA6) เพื่อศึกษาปริมาณการเติม reactive compatibilizer ที่ส่งผลต่อสมบัติของพอลิเมอร์ผสม โดยงานวิจัยได้แบ่งออกเป็น 3 ส่วน ส่วนแรกทำการเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์ RPET โดยพบว่า RPET มีความหนืดน้อยกว่า PET บริสุทธิ์ ผลมาจาก RPET มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำกว่า ส่วนที่สองทำการเตรียมผสมระหว่าง RPET และ PA6 (75/25 wt%) แล้วเติม EBM ซึ่งเป็น reactive compatibilizer ที่ปริมาณ 1, 3 หรือ 5 phr ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ พบว่าการเติม EBM ช่วยปรับปรุงความเข้ากันได้ระหว่างเฟส RPET และ PA6 จากภาพ SEM พบว่าเฟสของ PA6 มีขนาดเล็กและกระจายตัวได้ดีในเมทริกซ์ และยังส่งผลให้น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์เพิ่มขึ้นแล้วเกิดการเกี่ยวพันกันของสายโซ่โมเลกุลจึงส่งผลให้ปริมาณผลึกของ RPET ลดลงด้วย ด้วยการทดสอบสมบัติเชิงกลพอลิเมอร์เบลนด์ที่เติม EBM ปริมาณ 5 phr มีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุดทั้งจากการทดสอบ tensile และการทดสอบ DMA ในส่วนสุดท้ายเป็นการเตรียมแผ่นซีทคอมพอสิตโดยการเลือกสูตรที่ดีที่สุดที่เติม EBM ที่ 5 phr จากส่วนที่สองมาทำการเติมเส้นใยแก้วปริมาณ 20 wt% โดยผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนต่างชนิดกัน ได้แก่ TMSPM, APTMS, และ GPTMS ที่ปริมาณ 5 wt% พบว่าการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยเพิ่มการยึดติดผิวที่ดีของพอลิเมอร์บนผิวเส้นใยแก้ว โดยสารเชื่อมประสานไซเลนเปรียบเสมือน nucleating agent เหนี่ยวนำให้สายโซ่พอลิเมอร์ก่อผลึกได้ง่ายขึ้น อีกทั้งการปรับปรุงผิวเส้นใยแก้วส่งผลให้ค่า storage modulus ของคอมพอสิตสูงขึ้น แสดงให้เห็นว่าคอมพอสิตมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น และพบว่าคอมพอสิตที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย GPTMS มีค่า tensile strength และค่า elongation at break สูงที่สุด

620920001 : Major (POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING)

Keyword : Recycled poly(ethylene terephthalate), Nylon 6, Compatibilizer, Glass fiber, Silane, Mechanical properties

MISS KAMONWAN HANSAPALANGKOOL : MECHANICAL PROPERTY ENHANCEMENT OF RECYCLED POLY(ETHYLENE TEREPHTHALATE) WITH NYLON 6 AND GLASS FIBER THESIS ADVISOR : ASSOCIATE PROFESSOR NATTAKARN HONGSRIPHAN, D.Eng.

This research aimed to enhance properties of post-consumer soft drink bottles (RPET) by blending polyamide6 (PA6) with RPET, which the effect of reactive compatibilizer on properties of polymer blends were studied. The study was carried out in three parts. In the first part, RPET was prepared and characterized. The results showed that RPET exhibited lower viscosity than pure PET because of lower molecular weight. In the second part, the preparation of a polymer blend between RPET and PA6 (75/25 wt%) was prepared by melt blending with EBM of 1, 3, or 5 phr as a reactive compatibilizer using a twin-screw extruder. The addition of EBM could improve compatibility between RPET and PA6. SEM micrographs showed PA6 was dispersed with smaller sizes in RPET matrix which increased the molecular weight and the molecular entanglement resulting in the decrease of PET crystallinity. The blends adding EBM of 5 phr had the highest mechanical properties in both tensile. In the final part, the preparation of the composite sheet was performed by selecting the best formulation with EBM of 5 phr from the second part and compounding with different silane treated glass fibers of 20 wt%: TMSPM, APTMS ,and GPTMS. It was found that the surface treatment of glass fibers with silanes improved surface adhesion between polymer matrix and treated glass fibers. Silanes acted as a nucleating agent to induce the nucleation of polymer chains and became easier to crystallize. In addition, storage modulus was improved indicating by the increase of composite's stiffness. In mechanical testing, the addition of GPTMS-GF showed the highest tensile strength and elongation at break.

กิตติกรรมประกาศ

การดำเนินงานวิจัยและวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความช่วยเหลือจาก รองศาสตราจารย์ ดร.ณัฐกาญจน์ หงส์ศรีพันธ์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปาเจรา พัฒนถาบุตร อาจารย์ที่ปรึกษาร่วมวิทยานิพนธ์ ผู้คอยให้คำปรึกษา ชี้แนะแนวทางการดำเนินงานวิจัย ตลอดจนช่วยแก้ไขปัญหาดังกล่าว ผู้วิจัยขอขอบพระคุณอาจารย์เป็นอย่างสูง

ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วันชัย เลิศวิจิตรจรัส, ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณัฐวุฒิ ชัยยุตต์ และรองศาสตราจารย์ ดร.ธัญญลักษณ์ ฉายสุวรรณ ที่สละเวลามาเป็นประธานและคณะกรรมการในการสอบวิทยานิพนธ์นี้ ตลอดจนให้คำแนะนำในการแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ในการสอบวิทยานิพนธ์ และขอขอบพระคุณอาจารย์ทุกท่านของภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร ที่อบรมสั่งสอน ให้ความรู้ และสนับสนุนทุนการศึกษาและทุนวิจัยในการดำเนินงานวิจัยครั้งนี้

ขอขอบคุณ คุณพินิจ เจียนระลึก นักวิทยาศาสตร์ และคุณไพโรจน์ ตั้งศุภธวัช วิศวกรประจำภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ ที่ให้ความช่วยเหลือในการจัดเตรียมอุปกรณ์ สารเคมีและเครื่องมือที่ใช้ในการทำงานวิจัย ตลอดจนวิธีการใช้เครื่องมือต่างๆ

ขอขอบพระคุณบริษัท เคมี อินโนเวชั่น จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์ Elvaloy R PTW และบริษัท คอนกรีต คอมโพสิต จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์เส้นใยแก้วสำหรับใช้ในงานวิจัย

ขอขอบพระคุณรุ่นพี่ปริญญาโท ตลอดจนเพื่อนๆ ที่ให้ความช่วยเหลือ ให้คำปรึกษาและให้กำลังใจจนกระทั่งงานวิจัยนี้สำเร็จตามที่วางแผนไว้

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดาและครอบครัวที่อบรม สั่งสอน เลี้ยงดูและคอยให้คำปรึกษาและเป็นกำลังใจที่สำคัญในเรื่องต่างๆ ทั้งเรื่องเรียนและการดำรงชีวิต ตลอดจนการเขียนเล่มวิทยานิพนธ์นี้ให้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

นางสาว กมลวรรณ หรรษาพลางกูร

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูปภาพ.....	ช
บทที่ 1 บทนำ (Introduction).....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา (Statements and significance of the problems).....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย (Objective of research).....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย (Scope or delimitation of the study).....	2
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ.....	3
บทที่ 2 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง (Review of related literature).....	4
2.1 พอลิเมอร์ผสม (Polymer blend).....	4
2.1.1 วิธีการผสมเพื่อความเข้ากันได้ (Method of Compatibilization).....	4
2.2 ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับพอลิเอไมด์ 6 หรือไนลอน 6 (Polyamide 6 or Nylon 6).....	7
2.2.1 การสังเคราะห์ไนลอน 6.....	7
2.2.2 คุณสมบัติที่สำคัญของไนลอน 6.....	8
2.3 ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (Polyethylene terephthalate, PET).....	10
2.3.1 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต.....	10
2.3.2 คุณสมบัติที่สำคัญของพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต.....	12

2.3.3 พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตรีไซเคิล (Recycle polyethylene terephthalate).....	14
2.4. ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับสารเติมแต่งในพลาสติก (Polymer Additives).....	20
2.4.1 สารยืดต่อสายโซ่โมเลกุล (Chain extenders).....	21
2.4.2 สารเสริมแรง (reinforcing agents).....	22
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	26
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย (Research methodology).....	42
3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	42
3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงานทดสอบ.....	42
3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์.....	43
3.4 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	44
3.4.1 การเตรียมและการพิสูจน์เอกลักษณ์ RPET จากขวด (RPET).....	44
3.4.2 การศึกษาอิทธิพลของปริมาณการเติม Reactive compatibilizer ที่มีต่อสมบัติ ต่างๆ ของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6.....	46
3.4.3 การศึกษาอิทธิพลชนิดของสารเชื่อมประสานไซเลนที่ใช้ปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วที่มีต่อ สมบัติต่างๆ ของพอลิเมอร์คอมพอสิต.....	52
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	57
4.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ RPET	57
4.1.1 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค fourier transform spectroscopy (FTIR).....	58
4.1.2 ความหนืดของพอลิเมอร์หลอมเหลวด้วยการหาค่า melt flow index (MFI).....	58
4.1.3 ความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ด้วยการหาค่า intrinsic viscosity $[\eta]$	59
4.2 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณการเติม Reactive compatibilizer ในพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6.....	59
4.2.1 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FTIR (fourier transform spectroscopy).....	60

4.2.2 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่างการหลอมผสม (Reactive processing) ด้วยเครื่อง Brabender internal mixer	64
4.2.3 การทดสอบ melt viscosity ด้วยการวัดค่า melt flow index (MFI).....	65
4.2.4 การทดสอบ solution viscosity ด้วยการวัดค่า intrinsic viscosity $[\eta]$	65
4.2.5 การศึกษาสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกส์ด้วยเทคนิค DMTA (dynamic mechanic thermal analysis).....	66
4.2.6 การศึกษาสมบัติทางความร้อนและหาปริมาณผลึกด้วยเทคนิค DSC (differential scanning calorimetry).....	70
4.2.7 การทดสอบสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสม	74
4.2.8 การทดสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM (scanning electron microscopy)	78
4.3 ศึกษาอิทธิพลชนิดของสารเชื่อมประสานไซเลนที่ใช้ในการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วที่เสริมแรง ในพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6/EBM	80
4.3.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของเส้นใยแก้ว	80
4.3.2 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FTIR (Fourier transform spectroscopy) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต RPET/PA6/EBM ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้ว	82
4.3.3 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่างการหลอมผสม (Reactive processing) ด้วยเครื่อง Brabender internal mixer	84
4.3.4 การทดสอบ melt viscosity ด้วยการวัดค่า melt flow index (MFI).....	86
4.3.5 การศึกษาสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกส์ด้วยเทคนิค DMTA (dynamic mechanic thermal analysis).....	87
4.3.6 การศึกษาพฤติกรรมการคืบแบบของวัสดุคอมพอสิตแบบไดนามิกส์ด้วยเทคนิค DMTA (dynamic mechanic thermal analysis).....	90
4.3.7 การศึกษาสมบัติทางความร้อนและหาปริมาณผลึกด้วยเทคนิค DSC (differential scanning calorimetry).....	91
4.3.8 การทดสอบสมบัติเชิงกลด้วยการทดสอบสมบัติการดึงยืด (tensile testing).....	96

4.3.9 การทดสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM (scanning electron microscopy)	98
บทที่ 5 สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ	100
5.1 สรุปผลงานวิจัย	100
5.1.1 ศึกษาผลของปริมาณของ reactive compatibilizer ที่มีต่อสมบัติต่างๆ ของ RPET/PA6	100
5.1.2 ศึกษาอิทธิพลของชนิดของสารเชื่อมประสานไซเลนที่ใช้ในการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้ว ที่เสริมแรงในพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6/EBM5	102
5.2 ข้อเสนอแนะ	104
ภาคผนวก	105
รายการอ้างอิง	149
ประวัติผู้เขียน	155



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สมบัติทั่วไปของไนลอน 6.....	8
ตารางที่ 2.2 สมบัติทั่วไปของพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต.....	12
ตารางที่ 2.3 ตัวอย่างของค่าความหนืดสำหรับ PET ที่นำไปใช้งานแตกต่างกัน.....	13
ตารางที่ 2.4 ปริมาณขั้นต่ำของสารปนเปื้อนใน PET flake ที่กำหนดไว้ในการนำไปรีไซเคิลได้.....	14
ตารางที่ 2.5 การเปลี่ยนแปลงของ molecular parameter ของ PET ในกระบวนการขึ้นรูป.....	26
ตารางที่ 2.6 การเปลี่ยนแปลงของสมบัติเชิงกลในกระบวนการขึ้นรูปของ PET ในกระบวนการขึ้นรูป... 26	26
ตารางที่ 2.7 แสดงปริมาณผลึกของเส้นใยพอลิเมอร์ผสมระหว่าง CD-N6 และ CD-PET ที่อัตราส่วนต่างๆ	31
ตารางที่ 2.8 แสดงสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสม R-PET/ PA6 (70/30 w/w) ที่เติม POE-g-GMA ปริมาณต่างๆ.....	35
ตารางที่ 2.9 แสดงผลการทดสอบ DSC ของ First Heating Scan.....	37
ตารางที่ 2.10 แสดงสมบัติความร้อนเชิงกล ของ un-aged rPET และวัสดุคอมพอสิตผสมเส้นใยแก้ว... 38	38
ตารางที่ 2.11 แสดงสมบัติเชิงกลของวัสดุคอมพอสิต.....	39
ตารางที่ 4.1 ค่า melt flow index [MFI] ของ PET และ RPET.....	59
ตารางที่ 4.2 ค่า intrinsic viscosity [η] ของ PET และ RPET.....	59
ตารางที่ 4.3 หมู่ฟังก์ชันของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM.....	62
ตารางที่ 4.4 แสดงอัตราส่วนค่า absorbance intensity ของหมู่ฟังก์ชัน C=O stretching : C—H stretching และหมู่ฟังก์ชัน C—O stretching : C—H stretching ของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM.....	63
ตารางที่ 4.5 ค่า melt flow index [MFI] และค่า intrinsic viscosity [η] ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM.....	66
ตารางที่ 4.6 ค่า storage modulus และค่า loss modulus ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM.....	68

ตารางที่ 4.7 เปอร์เซ็นต์การเพิ่มขึ้นของค่า storage modulus ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM.....	69
ตารางที่ 4.8 ค่า T_g , T_{cc} , T_c และ T_m ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM ที่ได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค DSC.....	73
ตารางที่ 4.9 ค่า ΔH_{cc} , ΔH_m และปริมาณผลึก (X_c) ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM ที่ได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค DSC.....	73
ตารางที่ 4.10 แสดงค่า Tensile strength และค่า Elongation at break ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM.....	76
ตารางที่ 4.11 แสดงค่า Impact strength ของ RPET, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM.....	77
ตารางที่ 4.12 ภาพ SEM แสดงพื้นผิวการแตกหักของ RPET, PA6 และ RPET/PA6/EBM ที่ได้จากการจุ่มแช่ในโตรเจนเหลวที่กำลังขยาย 2,000 และ 5,000 เท่า.....	78
ตารางที่ 4.13 ค่า melt flow index [MFI] ของพอลิเมอร์คอมพอสิต RPET/PA6/EBM ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้ว.....	86
ตารางที่ 4.14 ค่า storage modulus และค่า loss modulus ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนต่างชนิดกัน.....	89
ตารางที่ 4.15 เปอร์เซ็นต์การเพิ่มขึ้นของค่า storage modulus ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนต่างชนิดกัน.....	89
ตารางที่ 4.16 ค่า T_g , T_c และ T_m ของ RPET และ PA6 ของพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS ได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค DSC.....	94
ตารางที่ 4.17 ค่า ΔH_{cc} , ΔH_m และปริมาณผลึก (X_c) ของพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS ได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค DSC.....	95
ตารางที่ 4.18 แสดงค่า Tensile strength และค่า Elongation at break ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนต่างชนิดกัน	98

ตารางที่ 4.19 ภาพ SEM แสดงพื้นผิวการแตกหักของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนต่างชนิดกันที่ได้จากการจุ่มแช่ในโตรเจนเหลวที่กำลังขยาย 2,000 และ 5,000 เท่า..... 99



สารบัญรูปภาพ

	หน้า
ภาพที่ 2.1 โครงสร้างของ Elvaloy	7
ภาพที่ 2.2 โครงสร้างหน่วยซ้ำของไนลอน 6	7
ภาพที่ 2.3 ปฏิกริยาการสังเคราะห์ไนลอน 6	7
ภาพที่ 2.4 โครงสร้างหน่วยซ้ำของพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต.....	10
ภาพที่ 2.5 สัญลักษณ์มาตรฐานของพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต.....	10
ภาพที่ 2.6 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตผ่านปฏิกิริยา Transesterification	11
ภาพที่ 2.7 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตผ่านปฏิกิริยา Direct esterification	12
ภาพที่ 2.8 แสดง PET copolymer ที่นิยมใช้ในปัจจุบัน	13
ภาพที่ 2.9 โครงสร้างของสารประกอบแต่ละชนิดที่ได้จากกระบวนการดีพอลิเมอไรเซชัน	16
ภาพที่ 2.10 แสดงปฏิกิริยาของ PET a) hydrolysis reaction และ (b) thermal degradation reaction	18
ภาพที่ 2.11 แสดงการเตรียมและการหลอมขึ้นรูปเส้นใยแก้ว	23
ภาพที่ 2.12 แสดงกระบวนการขึ้นรูปเส้นใยแก้ว	24
ภาพที่ 2.13 โครงสร้างทางเคมีของ Joncryl เกรด ADR4468	27
ภาพที่ 2.14 แสดงค่า Shear viscosity ของ rPET compounds (Jon-0, Jon-1, Jon-2, Jon-3 และ Jon-4).....	27
ภาพที่ 2.15 แสดงค่า Tensile strength at break ของ rPET compounds ที่เติม Joncryl ในปริมาณต่างกัน	28
ภาพที่ 2.16 แสดงค่า Young's modulus ของ rPET compounds ที่เติม Joncryl ในปริมาณต่างกัน.....	28
ภาพที่ 2.17 แสดงภาพ SEM ของพอลิเมอร์ผสมของ PA66/PET ที่อัตราส่วน 25/75 wt%	31
ภาพที่ 2.18 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณผลึกและ อัตราส่วนของเส้นใยพอลิเมอร์ผสมของ CD-N6 / CD-PET	32

ภาพที่ 2.19 กราฟแสดงการกระจายตัวของอนุภาคของเฟส PA11	32
ภาพที่ 2.20 Stress-strain curve ของ PLA และ PLA80-J	33
ภาพที่ 2.21 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนืดเชิงซ้อน (Complex viscosity) กับความถี่ ที่อุณหภูมิ 260 °C สำหรับพอลิเมอร์ผสม R-PET/PA6 (70/30 w/w) ที่เติม POE-g-GMA ปริมาณต่างๆ	34
ภาพที่ 2.22 (a) storage modulus (G') (b) loss modulus (G'') ที่เป็นฟังก์ชันของความถี่ สำหรับ พอลิเมอร์ผสม R-PET/PA6 (70/30 w/w) ที่เติม POE-g-GMA ปริมาณต่างๆ ที่อุณหภูมิ 260 °C.....	34
ภาพที่ 2.23 แสดง FTIR spectra ของ P(E-co-EA-co-GMA), พอลิเมอร์ผสม PETr/PP-EP ที่ไม่เติม compatibilizer และพอลิเมอร์ผสม PETr/PP-EP ที่เติม compatibilizer 5 %wt.	36
ภาพที่ 2.24 แสดงปฏิกิริยาระหว่าง P(E-co-EA-co-GMA) และ PETr	36
ภาพที่ 2.25 ภาพ SEM ของพื้นผิวแตกหักของวัสดุ (a) rPET, (b) rPET-15GF และ (c) rPET-30GF.....	37
ภาพที่ 2.26 แสดงค่า impact strength ของ PET/GF ตามปริมาณการเติม EBAGMA และ POE-g-MAH.....	40
ภาพที่ 2.27 SEM micrograph ของพื้นผิวแตกหักของ recycled PET/GF binary blends	40
ภาพที่ 2.28 SEM micrograph ของพื้นผิวแตกหักของ PET/GF/EBAGMA (66/60/4 wt%)	41
ภาพที่ 2.29 SEM micrograph ของพื้นผิวแตกหักของ PET/GF/POE-g-MAH (66/60/4 wt%) ...	41
ภาพที่ 3.1 Recycled PET flake	44
ภาพที่ 3.2 เครื่อง Fourier transform spectroscopy.....	44
ภาพที่ 3.3 เครื่อง Melt flow indexer	45
ภาพที่ 3.4 เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (twin screw extruder)	46
ภาพที่ 3.5 เครื่อง Brabender internal mixer.....	47
ภาพที่ 3.6 เครื่อง Dynamic mechanical thermal property (DMTA)	48
ภาพที่ 3.7 เครื่อง Differential scanning calorimetry (DSC).....	48
ภาพที่ 3.8 เครื่องทดสอบสมบัติของวัสดุแบบทั่วไป (Universal testing machine)	49
ภาพที่ 3.9 เครื่องทดสอบการกระแทก (Impact tester).....	49

ภาพที่ 3.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM).....	50
ภาพที่ 3.11 แสดงขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมและการขึ้นรูป RPET/PA6/EBM	51
ภาพที่ 3.12 สภาพเส้นใยแก้วก่อนและหลังปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน	52
ภาพที่ 3.13 เม็ดคอมพอสิต (a) RPET/PA6/EBM/GF, (b) RPET/PA6/EBM/TMSPM-GF, (c) RPET/PA6/EBM/APTMS-GF และ (d) RPET/PA6/EBM/GPTMS-GF	54
ภาพที่ 3.14 เครื่องหล่ออัดรีดแผ่นฟิล์ม (cast film extruder).....	54
ภาพที่ 3.15 แสดงขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตและการขึ้นรูป RPET/PA6/EBM/GF	56
ภาพที่ 4.1 IR spectrum ของ RPET ที่ได้จากการทดสอบ FTIR.....	58
ภาพที่ 4.2 แสดง IR spectrum ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM ที่ได้จากการทดสอบ FTIR	60
ภาพที่ 4.3 แสดง IR spectrum ของ EBM ที่ได้จากการทดสอบ FTIR.....	62
ภาพที่ 4.4 แสดงการเกิดปฏิกิริยาระหว่างหมู่ epoxide ของ chain extender กับหมู่ปลายสายโซ่ของ RPET และ PLA	63
ภาพที่ 4.5 แสดง Torque rheometry ของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ที่เติม EBM ในปริมาณต่างๆ. 64	
ภาพที่ 4.6 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า storage modulus กับอุณหภูมิ ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM.....	67
ภาพที่ 4.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า loss modulus กับอุณหภูมิ ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM.....	68
ภาพที่ 4.8 DSC curve แสดง first heating scan ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM.....	71
ภาพที่ 4.9 DSC curve แสดง cooling scan ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM	72
ภาพที่ 4.10 DSC curve แสดง second heating scan ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM.....	72
ภาพที่ 4.11 Tensile strength ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM	75
ภาพที่ 4.12 Elongation at break ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM.....	75

ภาพที่ 4.13 Impact strength ของ RPET, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM.....	77
ภาพที่ 4.14 แสดง IR spectrum ของสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS...	80
ภาพที่ 4.15 แสดง FTIR สเปกตรัมของเส้นใยแก้ว (a) GF (b) TMSPM-GF (c) APTMS-GF และ (d) GPTMS-GF.....	81
ภาพที่ 4.16 แสดงปฏิกิริยา hydrolysis ของหมู่ epoxide ใน GPTMS.....	82
ภาพที่ 4.17 (a) Ring-opening ของ GPTMS ระหว่างเกิดปฏิกิริยา silylation.....	82
ภาพที่ 4.18 แสดง FTIR สเปกตรัมของ (a) RPET/PA6/EBM5, (b) RPET/PA6/EBM/GF, (c) RPET/PA6/EBM/TMSPM-GF, (d) RPET/PA6/EBM/APTMS-GF และ (e) RPET/PA6/EBM/GPTMS-GF.....	83
ภาพที่ 4.19 แสดง Torque rheometry ของพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS.....	85
ภาพที่ 4.20 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า storage modulus กับอุณหภูมิของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนต่างชนิดกัน.....	88
ภาพที่ 4.21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า loss modulus กับอุณหภูมิของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนต่างชนิดกัน.....	88
ภาพที่ 4.22 แสดงค่า creep compliance ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนต่างชนิดกัน.....	90
ภาพที่ 4.23 DSC curve แสดง first heating scan ของพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS.....	93
ภาพที่ 4.24 DSC curve แสดง cooling scan ของพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS.....	93
ภาพที่ 4.25 DSC curve แสดง second heating scan ของพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS.....	94

ภาพที่ 4.26 Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่าน
การปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนต่างกัน..... 97

ภาพที่ 4.27 Elongation at break ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและ
ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนต่างกัน..... 97



บทที่ 1

บทนำ (Introduction)

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา (Statements and significance of the problems)

ปัจจุบันมีการพัฒนาและความก้าวหน้าในด้านต่างๆ ทั้งการเติบโตทางด้านเทคโนโลยี เศรษฐกิจ และการขยายตัวของชุมชนอย่างรวดเร็ว นั้นเป็นสาเหตุที่ทำให้การอุปโภคบริโภคของ ประชากรเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งพลาสติกเป็นวัสดุที่มีต้นทุนต่ำและผลิตได้ง่ายนั้น ได้นำมาเป็นวัสดุ หลักในการผลิตเป็นบรรจุภัณฑ์ต่างๆ โดยเฉพาะบรรจุภัณฑ์ประเภทใช้ครั้งเดียวแล้วทิ้ง เช่น ขวดน้ำ ถูพลาสติก เป็นต้น และเมื่อขยะเหล่านี้ถูกกำจัดอย่างไม่ถูกวิธี ก่อให้เกิดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมเป็น อย่างมาก [1] ซึ่งขยะพลาสติกบางประเภทสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ (Recycle) ได้ ซึ่งเป็นการแก้ไข ปัญหาขยะที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม และช่วยลดปริมาณขยะพลาสติก รวมไปถึงการเพิ่มมูลค่าแก่ขยะ พลาสติกอีกด้วย

โดยขยะขวดพลาสติกที่สามารถนำมาหลอมกลับมาใช้ใหม่ส่วนใหญ่ผลิตจากพอลิเอทิลีน เทเรฟทาเลต (Polyethylene terephthalate, PET) ซึ่งจัดเป็นพอลิเอสเทอร์ที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย ในด้านบรรจุภัณฑ์ต่างๆ ซึ่งส่วนใหญ่เป็นพวกขวดน้ำดื่ม โดยองค์ประกอบทางเคมีของขวด PET ในแต่ ละบริษัทนั้นแตกต่างกันไป ซึ่งการสังเคราะห์ PET จากกระบวนการควบแน่น (Polycondensation) ของกรดเทเรฟทาลิก (Terephthalic acid, PTA) และเอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol, EG) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่ พลวง (antimony), เจอร์เมเนียม หรือไทเทเนียม [2] อย่างไรก็ตามขวด PET เหลือใช้ที่นำมาหลอมกลับมาใช้ใหม่นั้นอาจเกิดการสลายตัวจากความชื้นและความร้อนในขณะ กระบวนการหลอมขึ้นรูปใหม่ ทำให้สายโซ่โมเลกุลของ PET ขาดออก ส่งผลความหนืด (Intrinsic viscosity) ของ PET ลดลง เป็นผลมาจากน้ำหนักโมเลกุลพอลิเมอร์ลดลง อีกทั้งยังพบว่าความ ทนทานต่อแรงกระแทกและความทนทานต่อแรงดึงของ PET ลดลงด้วย

ไนลอน 6 (Nylon 6) สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยา ring-opening polymerization ของ caprolactam ซึ่งจัดเป็นพอลิเอไมด์ที่มีความแข็งแรงและทนทานต่อแรงกระแทกได้ดี จึงเหมาะสมใน การนำมาปรับปรุงสมบัติเชิงกลของ PET ที่มาจากขวดเหลือใช้ อย่างไรก็ตามความไม่เข้ากัน (Immiscible blend) ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างไนลอน 6 และ PET ส่งผลให้ได้สมบัติเชิงกลที่ต่ำ ของวัสดุ จึงต้องมีการเติม compatibilizer เพื่อเพิ่มความเข้ากันได้ของวัสดุดังกล่าว โดยมีงานวิจัยที่ ผ่านมาได้ศึกษาสมบัติของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแลคติกแอซิด (poly(lactic acid), PLA) และ

thermoplastic starch ซึ่งพอลิเมอร์ทั้งสองชนิดไม่มีความเข้ากัน จึงมีการเติม glycidyl methacrylate grafted poly (ethylene octane) (GPOE) เพื่อเพิ่ม interfacial interaction ระหว่างพอลิเมอร์ทั้งสองชนิดได้ ส่งผลให้วัสดุมีความยืดหยุ่นและทนทานต่อแรงกระแทกเพิ่มขึ้น [3]

เส้นใยแก้วจัดเป็นวัสดุเสริมแรงแก้ว วัสดุ โดยเมื่อพิจารณาพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PET กับ ไนลอน 6 นั้น จะเห็นได้ว่าไนลอน 6 มีความสามารถในการดูดซับความชื้นได้ ซึ่งจะส่งผลต่อสมบัติเชิงกลที่แย่งของวัสดุเมื่อผ่านการใช้งาน ดังนั้นการเติมเส้นใยแก้วลงไปในวัสดุดังกล่าวจะช่วยเพิ่มความเสถียรภาพทางรูปร่างและเพิ่มความแข็งแรงให้แก่วัสดุมากยิ่งขึ้น อีกทั้งเพื่อให้วัสดุมีการนำไปใช้งานที่หลากหลายมากยิ่งขึ้น

จากงานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดในการศึกษาหาปริมาณของ reactive compatibilizer ที่เหมาะสมแก่ RPET/Nylon6 โดย reactive compatibilizer ที่ใช้ในการศึกษา คือ เอทิลีน บิวทิล อะคริเลต โกลซิติก เมทาคริเลต โคพอลิเมอร์ (Elvaloy) ซึ่งมีหมว่องไวในการทำปฏิกิริยา และได้มีการศึกษาเกี่ยวกับ interfacial interaction ระหว่างพอลิเมอร์และเส้นใยแก้ว โดยมีการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไฮดรอกซิลที่ต่างกัน ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และลักษณะทางสัณฐานวิทยาของระบบผสม

1.2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย (Objective of research)

1.2.1 ศึกษาปริมาณของ reactive compatibilizer ที่เหมาะสมต่อการปรับปรุงความเข้ากันได้และสมบัติเชิงกลของ RPET/PA-6

1.2.2 ศึกษาชนิดของสารเชื่อมประสานไฮดรอกซิลที่เหมาะสมต่อการปรับปรุงการกระจายตัวของเส้นใยแก้วในพอลิเมอร์เมทริกซ์ และการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของคอมพอสิต

1.3 ขอบเขตของการวิจัย (Scope or delimitation of the study)

1.3.1 พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (Poly(ethylene terephthalate), PET) รีไซเคิลที่ใช้ในงานวิจัยเป็น PET จากขวดพลาสติกที่ใช้แล้ว (post-consumer plastic bottle) ตราซิลปากกร

1.3.2 ไนลอน 6 (Nylon 6, Zytel® 7331J NC010) เกรดฉีด จากบริษัท DuPont

1.3.3 Reactive compatibilizer ที่ใช้ในงานวิจัย คือ Ethylene/butyl acrylate/glycidyl methacrylate copolymers (E/BA/GMA) หรือ Elvaloy ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท เคมี อินโนเวชั่น จำกัด

1.3.4 เส้นใยแก้วสั้น ความยาว 6 มิลลิเมตร ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท คอนกรีต คอมพอสิต จำกัด

1.3.5 สารเชื่อมประสานที่ใช้ในงานวิจัย คือ (3-Glycidyloxypropyl)trimethoxy silane (GPTMS), (3-Aminopropyl)trimethoxy silane (APTMS) และ (3-Trimethoxysilyl)propyl methacrylate (TMSPM) จากบริษัท Sigma-Aldrich

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.4.1 สามารถหาปริมาณของ reactive compatibilizer ในการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตรีไซเคิลและไนลอน 6 ที่ทำให้สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสมดีขึ้น

1.4.2 สามารถหาชนิดของสารเชื่อมประสานไฮเลนที่ใช้ปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วที่ใช้เสริมแรงแก่พอลิเมอร์คอมพอสิต RPET/Nylon6 ที่ทำให้สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อนและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิตดีขึ้น

1.4.3 สามารถลดปริมาณการขยะและเพิ่มมูลค่าขยะพลาสติกจากขวดน้ำดื่มเหลือทิ้งจากโรงงานได้



บทที่ 2

วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง (Review of related literature)

2.1 พอลิเมอร์ผสม (Polymer blend)

การทำพอลิเมอร์ผสมเป็นวิธีการหนึ่งเพื่อปรับปรุงสมบัติของวัสดุที่นิยมกันอย่างแพร่หลาย โดยเกิดจากการนำพอลิเมอร์อย่างน้อยสองชนิดมาผสมกันเพื่อสร้างเป็นวัสดุใหม่ ซึ่งเป็นการนำสมบัติที่เด่นของพอลิเมอร์แต่ละชนิดมารวมกัน โดยพอลิเมอร์แต่ละชนิดมีความสามารถในการผสมเข้ากันได้ต่างกัน ซึ่งพอลิเมอร์ผสมสามารถแบ่งออกเป็นสามประเภท ดังนี้ [4]

1. พอลิเมอร์ผสมที่เข้ากันได้ หรือเป็นเนื้อเดียวกันอย่างสมบูรณ์ (Miscible or homogeneous polymer blends) เป็นพอลิเมอร์ที่ผสมเป็นเนื้อเดียวกันระดับโมเลกุล ซึ่งเกิดกับพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างทางเคมีที่คล้ายกันทำให้เกิดการผสมของพอลิเมอร์เกิดเป็นโครงสร้างเฟสเดียว ซึ่งในระบบนี้จะพบอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass transition temperature, T_g) เพียงหนึ่งค่า

2. พอลิเมอร์ผสมที่เข้ากันได้บางส่วน (Partially polymer blends) เป็นพอลิเมอร์ที่ผสมเข้ากันไม่สมบูรณ์ เนื่องจากความแตกต่างของโครงสร้างทางเคมีและฟิสิกส์บางส่วน ทำให้เกิดเฟสกระจายตัว (Dispersed phase) ของพอลิเมอร์ ที่มีปริมาณน้อยกว่าในเฟสต่อเนื่อง (Continuous phase) ของพอลิเมอร์ที่มีปริมาณมากกว่า ซึ่งหากเกิดการกระจายตัวที่ดีจะส่งผลต่อสมบัติที่ดีของพอลิเมอร์ผสมด้วย

3. พอลิเมอร์ผสมที่เข้ากันไม่ได้ (Immiscible polymer blends) เนื่องจากความแตกต่างของโครงสร้างทางเคมีและฟิสิกส์ของพอลิเมอร์ จึงทำให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลของพอลิเมอร์น้อยมาก ส่งผลให้พอลิเมอร์ผสมมีการแยกเฟสกันอย่างเห็นได้ชัด รวมทั้งพอลิเมอร์ผสมที่ได้จะมีสมบัติเชิงกลที่ต่ำ

2.1.1 วิธีการผสมเพื่อความเข้ากันได้ (Method of Compatibilization)

การผสมกันระหว่างพอลิเมอร์ต่างชนิดกัน ขึ้นอยู่กับความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ อีกทั้งผู้ผลิตยังต้องพิจารณาต้นทุนในการผลิตด้วย ซึ่งการทำพอลิเมอร์ผสมนั้นสามารถทำได้หลากหลายวิธี ดังนี้ [5]

1. การพิจารณาสภาพผสมเข้ากันได้ทางเทอร์โมไดนามิกส์ (Thermodynamic Miscibility)

เป็นการพิจารณาความสามารถในการเข้ากันได้ทางเทอร์โมไดนามิกส์ โดยขึ้นกับความสมดุลของเอนทัลปีและเอนโทรปีของการผสมที่มีต่อพลังงานอิสระของการผสม (Free energy of mixing) ซึ่งทฤษฎีของ Flory-Huggins ได้กล่าวถึงการเปลี่ยนแปลงของพลังงานอิสระของการผสมดังสมการที่ 2.1

$$\Delta G_{\text{mix}} = \Delta H_{\text{mix}} - T\Delta S_{\text{mix}} \quad (2.1)$$

โดยที่ ΔG_{mix} = การเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระของการผสม

ΔH_{mix} = การเปลี่ยนแปลงเอนทัลปีของการผสม

ΔS_{mix} = การเปลี่ยนแปลงเอนโทรปีของการผสม

T = อุณหภูมิที่ใช้ในการผสม (เคลวิน)

โดยระบบการผสมจะสามารถผสมเข้ากันได้เมื่อค่าการเปลี่ยนแปลงของพลังงานอิสระของการผสม (ΔG_{mix}) ติดลบ หรือน้อยกว่าศูนย์

ในกรณีที่โมเลกุลของพอลิเมอร์ต่างชนิดกันนั้นมีแรงดึงดูดกันเพียงเล็กน้อย พบว่าค่าการเปลี่ยนแปลงเอนทัลปีของการผสม (ΔH_{mix}) นั้นมีค่าเป็นบวก ทำให้เกิดความไม่เข้ากันระหว่างสองเฟส และเมื่อโมเลกุลของพอลิเมอร์ผสมเข้าด้วยกัน พบว่าสายโซ่โมเลกุลพอลิเมอร์จะกระจายตัวแบบสุ่มน้อยลงเนื่องจากการเคลื่อนที่อย่างจำกัดสายโซ่โมเลกุลพอลิเมอร์ ทำให้ค่าเอนโทรปีของการผสมลดลง (ΔS_{mix}) ทำให้ค่า $T\Delta S_{\text{mix}}$ (ในสมการ 2.1) ไม่เพียงพอที่จะเอาชนะค่าการเปลี่ยนแปลงเอนทัลปีของการผสม (ΔH_{mix}) ส่งผลให้ค่า ΔG_{mix} เป็นบวก ดังนั้นพอลิเมอร์ทั้งสองจึงไม่สามารถผสมเข้ากันได้

2. การเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ (Compatibilizer)

โดยสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ (Compatibilizer) นิยมใช้สำหรับเพิ่มความเข้ากันได้ระหว่างพอลิเมอร์ต่างชนิดกันในระบบพอลิเมอร์ผสม หรือเพื่อให้ฟิลเลอร์กระจายตัวได้ดีในเฟสของพอลิเมอร์สำหรับในระบบพอลิเมอร์คอมพอสิต ซึ่ง Compatibilizer เป็นพอลิเมอร์หรือโคพอลิเมอร์ ที่สามารถแบ่งออกได้ ดังนี้

2.1 บล็อกหรือกราฟต์โคพอลิเมอร์ (Block or Graft Copolymers) [5, 6]

โดยปกติแล้วการเติมบล็อกโคพอลิเมอร์เป็นที่นิยมมากกว่าการกราฟต์โคพอลิเมอร์ ซึ่งเป็นวิธีผสมแบบหนึ่งที่จะช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ระหว่างกันของพอลิเมอร์ โดยบล็อกโคพอลิเมอร์ที่ประกอบไปด้วยบล็อกของพอลิเมอร์ที่เหมือนกันกับพอลิเมอร์ต่างชนิดที่นำมาผสมกัน ซึ่งโคพอลิเมอร์จะต้องมีโครงสร้างและน้ำหนักโมเลกุลเหมาะสมที่จะไปแทรกตัวอยู่ระหว่างเฟสของ

พอลิเมอร์ เนื่องจากมีผลต่อความสามารถในการเป็นสารช่วยผสมที่ดี ซึ่งการพิสูจน์เอกลักษณ์เพื่อทดสอบประสิทธิภาพของสารช่วยผสมนั้นสามารถทำได้โดยการทดสอบความต้านทานแรงดึง (Tensile test)

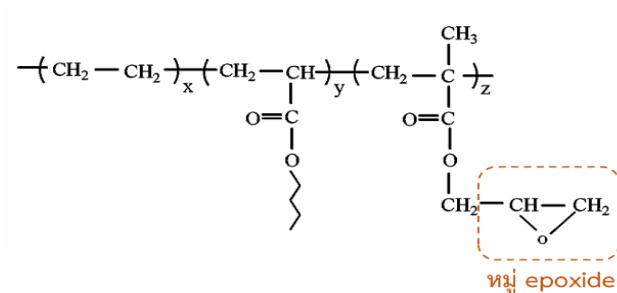
2.2 พอลิเมอร์หมู่ฟังก์ชันหรือส่วนที่ว่องไวต่อการทำปฏิกิริยา (Functional/Reactive Polymers)

เป็นวิธีการอย่างหนึ่งเพื่อเพิ่มความสามารถในการผสมเข้ากันได้ระหว่างพอลิเมอร์แต่ละชนิด โดยการเติมพอลิเมอร์ที่มีหมู่ฟังก์ชันเข้าไปในระบบ เพื่อทำหน้าที่เป็นสารช่วยผสม โดยต้องเป็นพอลิเมอร์ที่ถูกดัดแปรให้มีหมู่ฟังก์ชันที่มีความว่องไวต่อการทำปฏิกิริยา หรือมีแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุล เช่น พอลิเมอร์ดังกล่าวสามารถเกิดพันธะไอออนิกกับพอลิเมอร์อีกชนิดในระบบได้ ซึ่งกระบวนการดัดแปรพอลิเมอร์ให้มีหมู่ฟังก์ชันนั้นสามารถทำได้โดยผ่านเครื่องปฏิกรณ์หรือกระบวนการอัดรีด

2.3 การทำให้เกิดปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์หรือพอลิเมอร์ไรเซชันในระหว่างการผสม (In-situ Grafting Polymerization)

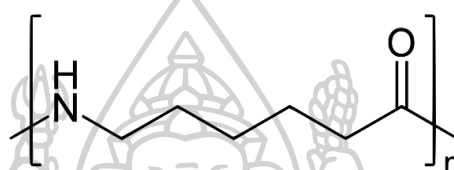
เป็นกระบวนการในระหว่างการผสมที่ทำให้เกิดปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์ หรือพอลิเมอร์ไรเซชัน (Reactive blending) ซึ่งเป็นวิธีการผสมแบบใหม่โดยไม่ต้องเติมสารช่วยผสม เนื่องจากพอลิเมอร์แต่ละชนิดในระบบสามารถเกิดปฏิกิริยาระหว่างกันได้ ซึ่งสามารถเกิดได้ทั้งในกระบวนการอัดรีดแบบสกรูเดี่ยว (Single-screw extruder) และกระบวนการอัดรีดแบบสกรูคู่ (Twin-screw extruder) ซึ่งเป็นกระบวนการที่นิยม เนื่องจากสามารถควบคุมอุณหภูมิการผสมได้

เอทิลีน บิวทิล อะครีเลต โกลซีดีล เมทาครีเลต โคพอลิเมอร์ (Elvaloy) เป็นพอลิเอทิลีนโคพอลิเมอร์ที่มีการปรับปรุงหมู่ฟังก์ชันของเคมี ซึ่งทำหน้าที่เป็น reactive compatibilizer ซึ่งมีหมู่ epoxide ที่สามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ปลาย carboxyl, hydroxyl และ amine ของพอลิเมอร์ได้ นอกจากนี้ยังมีหมู่ ester (R-COOR') ซึ่งเป็นส่วนที่มีขั้วจึงสามารถเกิดพันธะ hydrogen กับสายโซ่พอลิเมอร์ได้ อีกทั้งมีส่วนที่ไม่มีขั้ว (-CH) ที่สามารถเข้าได้ดีกับส่วนของพอลิเมอร์ที่ไม่มีขั้วได้ ดังภาพที่ 2.1 จะเห็นได้ว่า Elvaloy มีความเฉพาะตัวสำหรับการใช้งาน ที่สามารถใช้สำหรับปรับปรุงสมบัติเชิงกลแก่พอลิเมอร์ได้



ภาพที่ 2.1 โครงสร้างของ Elvaloy [7]

2.2 ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับพอลิเอไมด์ 6 หรือไนลอน 6 (Polyamide 6 or Nylon 6)

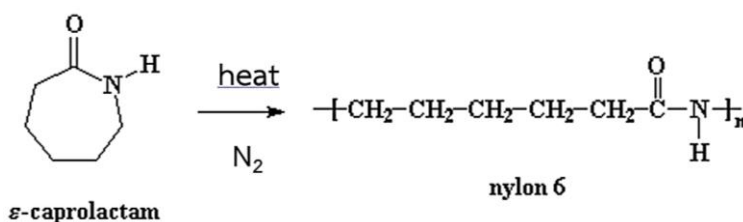


ภาพที่ 2.2 โครงสร้างหน่วยซ้ำของไนลอน 6 [8]

พอลิเอไมด์ 6 นั้นมีชื่อสามัญว่า ไนลอน 6 มีสูตรโครงสร้างเป็น $(C_6H_{11}NO)_n$ ที่มีโครงสร้างดังภาพที่ 2.2 ซึ่งเป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์ที่ประเภทพอลิเอไมด์ที่มีความเป็นผลึกสูง ซึ่งเป็นหนึ่งในเทอร์โมพลาสติกวิศวกรรมที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรม เนื่องจากไนลอน 6 เป็นพอลิเมอร์ที่มีความแข็งแรงเหนียว สามารถทนต่อการรับแรงมากๆ โดยไม่เสียรูปง่าย อีกทั้งยังทนต่อการเสียดสีและการกัดกร่อน ทำให้มักนำไปผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ประเภทเฟือง ล้อ และลูกกลิ้ง [9]

2.2.1 การสังเคราะห์ไนลอน 6

ไนลอน 6 เป็นพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากการผ่านปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันการเปิดวง (ring-opening polymerization) ของคาโพรแลคแทม (caprolactam) ดังแสดงในภาพที่ 2.3 ซึ่งเมื่อคาโพรแลคแทมได้รับความร้อนที่อุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนเป็นเวลา 4-5 ชั่วโมง ก็จะเกิดการแตกของวงในโครงสร้างคาโพรแลคแทม แล้วเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันต่อไปเรื่อยๆ



ภาพที่ 2.3 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไนลอน 6 [10]

2.2.2 คุณสมบัติที่สำคัญของไนลอน 6

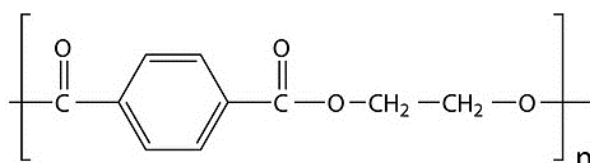
จากตารางที่ 2.1 แสดงสมบัติทั่วไปของไนลอน 6 เป็นวัสดุที่ทนทานและทนต่อการเสียดสี มีความแข็งแรงสูง ทนทานต่อแรงกระแทกได้ดีที่อุณหภูมิต่ำ อีกทั้งยังทนทานต่อน้ำมันได้ดี มีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดี อย่างไรก็ตามไนลอน 6 สามารถดูดซับความชื้นได้ และไม่ทนต่อสารละลายกรดหรือสารละลายที่มีขั้วสูง ดังนั้นก่อนนำไนลอน 6 ไปทำการขึ้นรูปนั้นควรนำไปอบแห้งเพื่อไล่ความชื้นออกก่อน [11]

ตารางที่ 2.1 สมบัติทั่วไปของไนลอน 6 [10]

Properties		Value
Dimensional Stability	Coefficient of Linear Thermal Expansion	$5 - 12 \times 10^{-5} / ^\circ\text{C}$
	Shrinkage	0.5 - 1.5%
	Water Absorption 24 hr.	1.6 - 1.9%
Electrical Properties	Arc Resistance	118 - 125 sec
	Dielectric Constant	4 - 5
	Dielectric Strength	10 - 20 kV/min
	Dissipation Factor	$100 - 600 \times 10^{-4}$
	Volume Resistivity	14×10^{15} ohm.cm
Fire Performances	Fire Resistance (LOI)	23 - 26%
	Flammability UL94	HB
Mechanical Properties	Elongation at Break	200 - 300%
	Elongation at Yield	3.4 - 140%
	Flexibility (Flexural Modulus)	0.8 - 2 GPa
	Hardness Rockwell M	30 - 80
	Hardness Shore D	80 - 95
	Stiffness (Flexural Modulus)	0.8 - 2 GPa

Properties		Value
Mechanical Properties	Strength at Break (Tensile)	50 – 95 MPa
	Strength at Yield (Tensile)	50 – 90 MPa
	Toughness (Notched Izod Impact at Room Temperature)	50 – 160 J/m
	Toughness at Low Temperature (Notched Izod Impact at Low Temperature)	16 – 210 J/m
	Young's Modulus	0.8 – 2 GPa
Optical Properties	Gloss	130 – 145 %
Physical Properties	Density	1.12 – 1.14 g/cm ³
	Glass Transition Temperature	60 °C
Radiation Resistance	Gamma Radiation Resistance	Fair
	UV Light Resistance	Fair
Service Temperature	HDT @0.46 MPa (67 psi)	150 – 190 °C
	HDT @1.8 MPa (264 psi)	60 – 80 °C
	Max Continuous Service Temperature	80 – 120 °C
	Min Continuous Service Temperature	-40 to -20 °C
Others	Sterilization Resistance (Repeated)	Poor
	Thermal Insulation (Thermal Conductivity)	0.24 W/m.K

2.3 ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (Polyethylene terephthalate, PET)



ภาพที่ 2.4 โครงสร้างหน่วยซ้ำของพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต [12]

พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (PET หรือ PETE) มีสูตรโครงสร้างเป็น $(C_{10}H_8O_4)_n$ ดังแสดงในภาพที่ 2.4 เป็นพอลิเมอร์เทอร์โมพลาสติกที่ใช้งานทั่วไปในกลุ่มพอลิเอสเตอร์ ซึ่งพอลิเอสเตอร์เรซินเป็นที่รู้จักกันดีในด้านคุณสมบัติต่างๆ เช่น สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และความต้านทานต่อสารเคมี โดย PET เป็นเทอร์โมพลาสติกที่สามารถรีไซเคิลได้ โดยมีสัญลักษณ์เป็นเลข 1 ดังแสดงในภาพที่ 2.5 การรีไซเคิลของ PET สามารถเปลี่ยนเป็นเส้นใยผ้า แผ่นซีทสำหรับบรรจุภัณฑ์ และผลิตภัณฑ์ชิ้นส่วนยานยนต์ได้



ภาพที่ 2.5 สัญลักษณ์มาตรฐานของพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต [13]

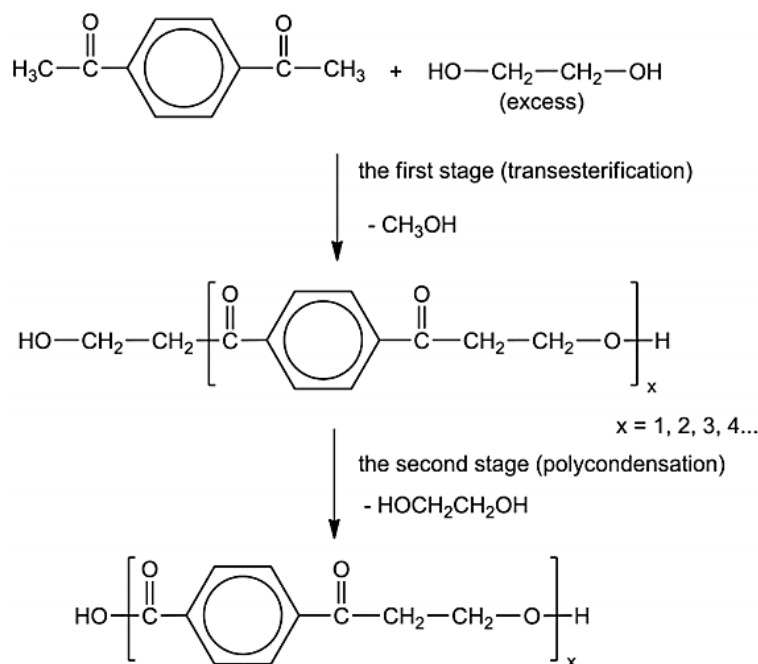
2.3.1 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต

สำหรับกระบวนการสังเคราะห์ PET ในอุตสาหกรรม สามารถสังเคราะห์ได้โดยการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง ethylenediol กับ aromatic diester (dimethyl terephthalate – DMT) หรือ diacid (terephthalic acid) ซึ่งสามารถสังเคราะห์ได้ 2 วิธี [14] ได้แก่

1. ผ่านปฏิกิริยา Transesterification

ซึ่งในกระบวนการนี้แบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน โดยขั้นแรกเป็นขั้นของปฏิกิริยา Transesterification โดยการเปลี่ยนหมู่เมทิลเอสเทอร์ของ DMT เป็น bis(2-hydroxyethyl)terephthalate (bis-HET) และเกิดเป็น oligomer ปริมาณเล็กน้อย ซึ่งในปฏิกิริยานี้เกิดในช่วงอุณหภูมิ 150-210 องศาเซลเซียส และภายใต้ความดันบรรยากาศก๊าซเฉื่อย เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน โดยในระหว่างปฏิกิริยาดังกล่าวจะกำจัด methanol แล้วได้เป็น oligomers ของ hydroxyethyl-terminated terephthalate หรือ bis(2-hydroxyethyl)terephthalate)

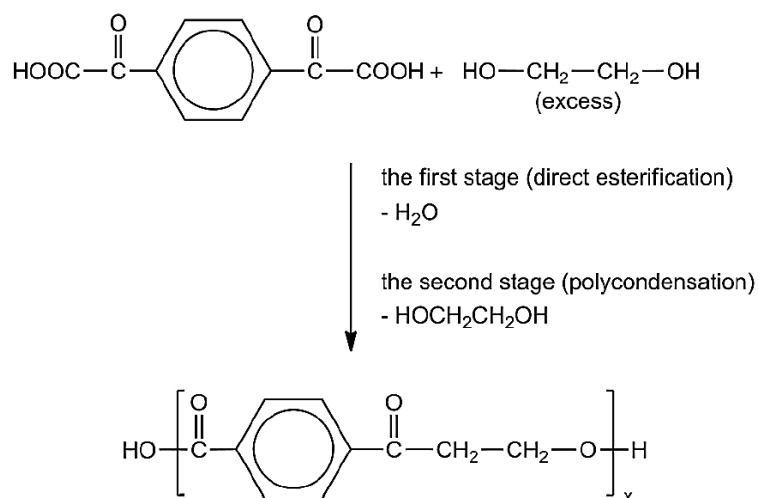
ต่อมาในขั้นที่สองของกระบวนการเป็นการเกิดปฏิกิริยา Polycondensation ที่ช่วงอุณหภูมิ 270-280 องศาเซลเซียส และเป็นระบบสุญญากาศ (10-50 พาสคาล) โดยเกิดปฏิกิริยา Polycondensation ของหมู่ hydroxyethyl end สองหมู่ระหว่างกัน จะเกิดเป็น PET homopolymer ดังแสดงในภาพที่ 2.6



ภาพที่ 2.6 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตผ่านปฏิกิริยา Transesterification [14]

2. ผ่านกระบวนการ Direct esterification

สำหรับกระบวนการนี้เป็นการสังเคราะห์ PET ผ่านปฏิกิริยา direct polyesterification โดยมีสารตั้งต้นเป็น Terephthalic acid (TPA) และ Ethylenediol (ED) ซึ่งสามารถแบ่งกระบวนการออกเป็นสองขั้น โดยขั้นแรกเป็นการทำปฏิกิริยาระหว่าง TPA กับ ED (excess) โดยจะได้ผลิตภัณฑ์ข้างเคียงเป็นน้ำออกมาด้วย ซึ่งต้องทำการกำจัดน้ำออก เพื่อให้ปฏิกิริยา esterification ดำเนินไปอย่างสมบูรณ์ และได้ผลิตภัณฑ์หลักเป็น oligo-ester ของ PET ที่มีหมู่ hydroxyethyl อยู่ที่ปลายสายโซ่โมเลกุลดังแสดงในภาพที่ 2.7 จากนั้นในขั้นที่สองเป็นการเกิดปฏิกิริยา polycondensation ต่อไป จนได้ผลิตภัณฑ์เป็น PET



ภาพที่ 2.7 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตผ่านปฏิกิริยา Direct esterification [14]

2.3.2 คุณสมบัติที่สำคัญของพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต

จากตารางที่ 2.2 พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (Poly(ethylene terephthalate), PET) เป็น semicrystalline polyester ที่มีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) เป็น 76 องศาเซลเซียส และมีอุณหภูมิการหลอมผลึก (T_m) เป็น 250 องศาเซลเซียส ส่วนความหนาแน่นของส่วนที่เป็นอสัณฐาน (Amorphous) และส่วนที่เป็นผลึก (Crystallinity) ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 25 องศาเซลเซียส เป็น 1.33 กรัม/มิลลิลิตร และ 1.50 กรัม/มิลลิลิตร ตามลำดับ และมีน้ำหนักโมเลกุลของหน่วยซ้ำเป็น 192.2 กรัม/โมล [15]

ตารางที่ 2.2 สมบัติทั่วไปของพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต [15]

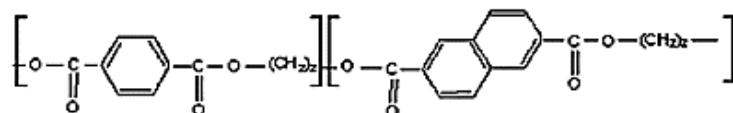
Property	Test method	Value (unit)
Molecular weight (of repeating unit)	-	192 (g mol^{-1})
Mark-Houwink parameters	-	$k = 3.72 \times 10^{-2} (\text{ml g}^{-1})$ $a=0.73$
Weight-average MW	-	30,000-80,000 (g mol^{-1})
Density	-	1.41 (g cm^{-3})
Glass transition temperature	DSC	69-115 ($^{\circ}\text{C}$)
Melting temperature	DSC	256 ($^{\circ}\text{C}$)
Heat of fusion	DSC	166 (J/g)
Breaking strength	Tensile	50 (MPa)

Property	Test method	Value (unit)
Tensile strength (Young's modulus)		1700 (MPa)
Yield strain	Tensile	4 (%)
Impact strength	ASTM D256-86	90 (J m ⁻¹)
Water adsorption (after 24 hr)	-	0.5 (%)

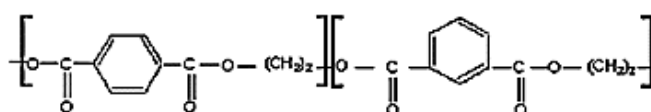
ตารางที่ 2.3 ตัวอย่างของค่าความหนืดสำหรับ PET ที่นำไปใช้งานแตกต่างกัน [15]

Application	$[\eta]$ (dl g ⁻¹)
Recording tape	0.60
Fibres	0.65
Carbonated drink bottles	0.73-0.8
Industrial tyre cord	0.85

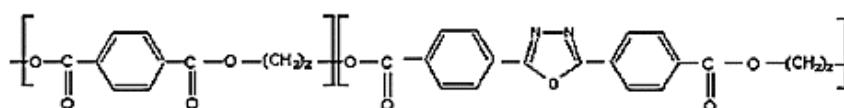
ในช่วงปีที่ผ่านมาผู้ผลิต virgin PET มีแนวโน้มในการผลิต PET-copolymer อย่างเช่น isophthalic acid modified PET แทนที่การใช้ homopolymer PET ซึ่งขวด PET โดยทั่วไปมักผลิตจาก copolymer PET เนื่องจากมีความเป็นผลึกที่น้อย มีความเหนียวที่ดี และง่ายต่อการขึ้นรูป โดย copolymer PET ที่นิยมใช้กันในตอนนี้นำแสดงดังภาพที่ 2.8



Poly(ethylene terephthalate)-co-(ethylene 2,6-naphthalate) [PET/PEN]



Poly(ethylene terephthalate)-co-(ethylene isophthalate) [PET/PEI]



Poly(ethylene terephthalate)-co-(ethylene 2,5-bis(4-carboxyphenyl)1,3,4-oxadiazole) [PET/PEOD]

ภาพที่ 2.8 แสดง PET copolymer ที่นิยมใช้ในปัจจุบัน [15]

2.3.3 พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตรีไซเคิล (Recycle polyethylene terephthalate)

อุตสาหกรรมรีไซเคิล post-consumer PET (POSTC-PET) ได้เริ่มต้นมาจากแรงผลักดันเรื่องสิ่งแวดล้อมในการจัดการปัญหาขยะ และอีกเหตุผลที่สำคัญเป็นผลจากผลิตภัณฑ์ PET มีอัตราการสลายตัวตามธรรมชาติช้า เนื่องจาก PET เป็นพลาสติกที่ไม่สามารถย่อยสลายทางธรรมชาติได้ ซึ่งในกระบวนการย่อยสลาย PET นั้นซับซ้อนและมีราคาแพง ดังนั้นกระบวนการรีไซเคิลเป็นทางเลือกที่ดีที่สุดในการลดขยะประเภท PET [15]

การรีไซเคิลครั้งแรกของโลกเป็นการรีไซเคิลขวด PET ในปี ค.ศ. 1977 โดยปริมาณการใช้ผลิตภัณฑ์ที่ทำจาก PET ของประเทศออสเตรเลียในปี ค.ศ. 2000 มีปริมาณ 88,258 ตัน ซึ่งมีเพียง 28,113 ตัน ที่ถูกนำมารีไซเคิลกลับมาใช้ใหม่คิดเป็น 32 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งมีนักวิจัยหลายท่านที่ได้รายงานเกี่ยวกับความประสบความสำเร็จของกระบวนการรีไซเคิล PET แต่ PET flake ที่ถูกนำมารีไซเคิลนั้นพบว่ามีสารปนเปื้อนที่เป็นปัจจัยหลักที่ส่งผลในกระบวนการรีไซเคิล โดยปริมาณสารปนเปื้อนใน PET flake ที่กำหนดไว้ขั้นต่ำได้แสดงดังตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 ปริมาณขั้นต่ำของสารปนเปื้อนใน PET flake ที่กำหนดไว้ในการนำไปรีไซเคิลได้

Property	Value
$[\eta]$	$>0.7 \text{ dl g}^{-1}$
T_m	$>240 \text{ }^\circ\text{C}$
Water content	$<0.02 \text{ wt.}\%$
Flake size	$0.4 \text{ mm} < D < 8 \text{ mm}$
Dye content	$<10 \text{ ppm}$
Yellowing index	<20
Metal content	$<3 \text{ ppm}$
PVC content	$<50 \text{ ppm}$
Polyolefin content	$<10 \text{ ppm}$

2.3.3.1 การปนเปื้อน (Contamination)

การปนเปื้อนของพลาสติก post-consumer PET (POSTC-PET) เป็นสาเหตุหลักของการเสื่อมสภาพของสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีในระหว่างกระบวนการรีไซเคิล โดยหากมีปริมาณของสารปนเปื้อนที่น้อยจะเป็นผลดีต่อคุณภาพของ PET ซึ่งสารปนเปื้อนใน POSTC-PET หลายชนิดได้แก่

- สารปนเปื้อนที่เป็นกรด (Acid producing contaminants)

กรดที่เป็นอันตรายที่สุดในกระบวนการรีไซเคิล POSTC-PET นั้นคือกรดอะซิติก เป็นกรดที่เกิดจากการสลายตัวของพอลิไวนิลอะซิเตต (polyvinyl acetate) นอกจากนี้ยังเกิดกรดโรซิน (rosin-acid) และกรดอะเบติก (abietic acid) ที่มักใช้ในการผลิตกาวและผลิตกรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid) เกิดจากการสลายตัวของ PVC โดยกรดทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับปฏิกิริยาการตัดสายโซ่พอลิเมอร์ (chain scission) ระหว่างกระบวนการหลอม PET ซึ่งจากงานวิจัยของ Paci และ La Mantia [16] ได้ศึกษาอิทธิพลของปริมาณ PVC เพียงเล็กน้อยที่มีผลต่อกระบวนการหลอมรีไซเคิล PET พบว่าปริมาณของ PVC เพียง 100 ppm ส่งผลให้เกิดการสลายตัวและการเปลี่ยนสีของพอลิเอสเทอร์ โดยเป็นผลมาจากอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็น hydrogen chloride เหนี่ยวนำให้เกิดการสลายตัวแบบปฏิกิริยาการตัดสายโซ่พอลิเมอร์ นอกจากนี้พบการเปลี่ยนสีของ PVC ในระหว่างกระบวนการหลอมรีไซเคิล PET

- น้ำ (Water)

ความชื้นมีส่วนทำให้น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ลดลงในระหว่างกระบวนการรีไซเคิล POSTC-PET ผ่านปฏิกิริยา hydrolysis ซึ่งควรมีความชื้นปริมาณต่ำกว่า 0.02 เปอร์เซ็นต์ เพื่อหลีกเลี่ยงการลดลงของน้ำหนักโมเลกุล โดยปริมาณที่ปนเปื้อนส่วนใหญ่มาจากกระบวนการทำความสะอาดพลาสติก แต่สามารถลดปัญหาดังกล่าวได้ด้วยการอบแห้งที่เหมาะสม

- สารปนเปื้อนสี (Coloring contaminants)

เศษขวดที่มีสีและฉลากพิมพ์สีนั้นทำให้เกิดสีไม่พึงประสงค์ในระหว่างกระบวนการรีไซเคิล ดังนั้นการปรับปรุงเรื่องการคัดแยกและการทำความสะอาดอาจช่วยลดปัญหาการปนเปื้อนสีได้

- แอซีทาลดีไฮด์ (Acetaldehyde)

แอซีทาลดีไฮด์นั้นพบในพลาสติก PET และ POSTC-PET ซึ่งเป็นเป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้จากปฏิกิริยาการสลายตัวของ PET โดยแอซีทาลดีไฮด์สามารถแพร่เข้าสู่อาหารได้จากบรรจุภัณฑ์ที่ทำจากพลาสติก PET ซึ่งเป็นสิ่งที่ควรกังวลในการพัฒนากระบวนการรีไซเคิล POSTC-PET การระเหยของอะซีทาลดีไฮด์นั้นสามารถลดได้โดยภายใต้สภาวะสุญญากาศหรือการอบแห้ง โดยมีสารให้ความคงตัว (Stabilizer) ที่เติมในพลาสติก PET ได้แก่ 4-aminobenzoic acid, diphenylamine และ 4,5-dihydroxybenzoic acid เพื่อลดการเกิดของแอซีทาลดีไฮด์

- สารปนเปื้อนอื่นๆ

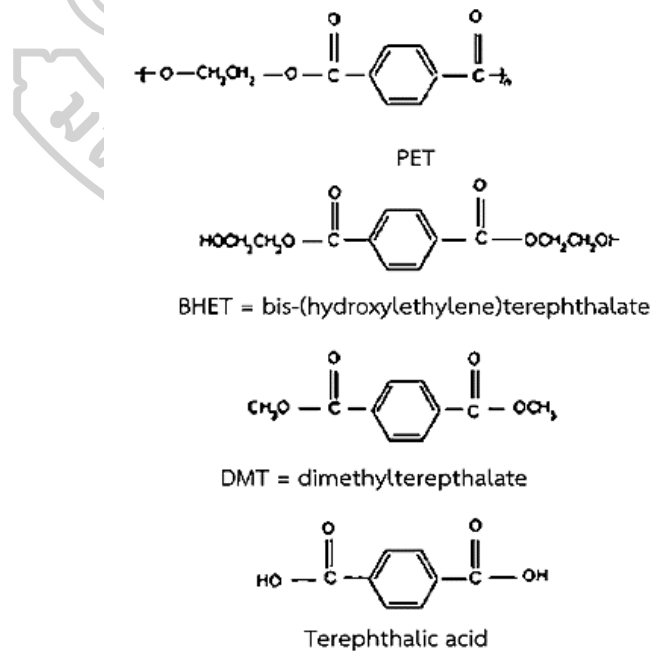
การใช้ขวด PET ในการบรรจุสารเคมีอื่นๆ เช่น ผงซักฟอก เชื้อเพลิง ยาฆ่าแมลง และอื่นๆ ซึ่งสารตกค้างของสารเหล่านี้อาจเป็นอันตรายต่อสุขภาพหากสารเหล่านี้ยังคงค้างอยู่หลังจากกระบวนการรีไซเคิล POSTC-PET ส่งผลให้ผู้คนเกิดความตระหนักเพิ่มขึ้นเกี่ยวกับอันตรายที่เกี่ยวข้องกับวัสดุที่ก่อให้เกิดอันตรายต่อสุขภาพของประชาชน โดยต้องมีการลดปริมาณของสารปนเปื้อนเหล่านี้

2.3.3.2 กระบวนการรีไซเคิลทั่วไปของ POSTC-PET

มีสองกระบวนการหลักในขั้นตอนการรีไซเคิล PET flake ได้แก่ กระบวนการรีไซเคิลเชิงเคมี และกระบวนการรีไซเคิลเชิงกล

- กระบวนการรีไซเคิลเชิงเคมี (Chemical recycling process)

กระบวนการรีไซเคิลเชิงเคมีหรือ chemolysis ของ POSTC-PET คือกระบวนการดีพอลิ-เมอไรเซชัน (depolymerisation) เกิดเป็นมอนอเมอร์หรือโอลิโกเมอร์ (oligomer) โดยทางเคมีนั้น สารที่ใช้ในกระบวนการดีพอลิเมอไรเซชันประกอบด้วย น้ำ (กระบวนการไฮโดรไลซิส), เมทานอล (กระบวนการเมทาโนไลซิส) และ EG (ไกลโคไลซิส) โดยโครงสร้างของสารประกอบที่ได้จากกระบวนการดีพอลิเมอไรเซชันของ PET แสดงดังภาพที่ 2.9 ซึ่งข้อเสียหลักในกระบวนการ chemolysis ของการทำเคมี PET คือมีค่าใช้จ่ายที่สูง



ภาพที่ 2.9 โครงสร้างของสารประกอบแต่ละชนิดที่ได้จากกระบวนการดีพอลิเมอไรเซชัน

- กระบวนการรีไซเคิลเชิงกล (Mechanical recycling process)

การรีไซเคิลเชิงกลของ POSTC-PET โดยปกติประกอบด้วย การกำจัดสิ่งปนเปื้อนโดยการคัดแยกและทำความสะอาด การทำให้แห้ง และกระบวนการหลอมเหลว

- การกำจัดสารปนเปื้อน (Contaminants removal)

การกำจัดสารปนเปื้อนออกจาก POSTC-PET เป็นขั้นตอนสำคัญในกระบวนการรีไซเคิลเชิงกลของ PET ในการกำจัดสิ่งปนเปื้อนประกอบด้วยหลายกระบวนการ ตั้งแต่กระบวนการคัดแยก การบด และการล้างทำความสะอาด โดยกระบวนการคัดแยกโดยทั่วไปคือการแยกขวด PET ออกจาก PVC พอลิเอทิลีนและภาชนะพลาสติกอื่นๆ ซึ่งการคัดแยกขวด PET เป็นขั้นตอนที่สำคัญ เพื่อลดการปนเปื้อนจากวัสดุอื่นๆ และลดการเสื่อมสภาพของ POSTC-PET ด้วย

หลังจากการคัดแยกแล้ว POSTC-PET จะถูกบดเป็นเกล็ดเพื่อให้สามารถแปรรูปได้ง่าย โดยเกล็ด PET ถูกล้างหลังจากการบด ซึ่งมีสองวิธีในการล้างเกล็ด POSTC-PET คือ

1. การล้างด้วยน้ำซึ่งประกอบด้วยสองขั้นตอน เริ่มด้วยการล้างด้วยน้ำร้อนด้วยสารละลาย NaOH 2% และล้างด้วยน้ำยาทำความสะอาดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส แล้วตามด้วยการล้างด้วยน้ำเย็นเท่านั้น
2. การล้างด้วยตัวทำละลายเตตระคลอโรเอทิลีน (tetrachloroethylene) สำหรับการล้าง PET flake

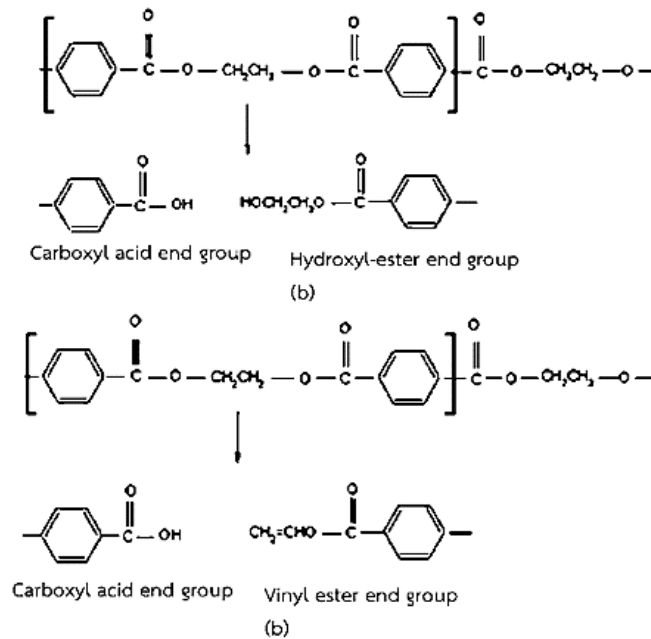
- การอบแห้ง (Drying)

การอบแห้งนั้นเป็นขั้นตอนสำคัญในกระบวนการรีไซเคิล POSTC-PET เพื่อลดความชื้นของเกล็ด POSTC-PET ส่งผลให้ช่วยลดผลกระทบจากการสลายตัวไฮโดรไลติกและช่วยปรับปรุงให้ POSTC-PET มีความแข็งแรงในระหว่างการหลอม (melt strength) ที่สูงขึ้น ดังนั้นผู้ผลิตส่วนใหญ่ใช้สภาวะการอบแห้งตั้งแต่ 140 ถึง 170 องศาเซลเซียส และใช้เวลา 3 ถึง 7 ชั่วโมง โดยทั่วไปแล้วกำหนดให้มีน้ำไม่เกิน 50 ppm ในเกล็ด PET และทำได้การอบด้วยเครื่องอบแห้งที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมงก่อนนำเข้าสู่เครื่องอัดรีดต่อไป

- กระบวนการหลอมเหลวพลาสติก (Melt processing)

เกล็ดของ POSTC-PET สามารถขึ้นรูปใหม่ด้วยกระบวนการอัดขึ้นรูปให้เป็นเม็ดพลาสติก อย่างไรก็ตามการมีสารปนเปื้อนที่กล่าวถึงข้างต้นที่มีอยู่ใน POSTC-PET ส่งผลให้เม็ดพลาสติกที่ผลิตได้จึงมีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ซึ่งในกระบวนการอัดรีด PET flakes ที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส โดยที่มีสารปนเปื้อนใน PET flakes จะทำให้น้ำหนักโมเลกุลลดลง เนื่องจากปฏิกิริยาการสลายตัวดังภาพที่ 2.10

ข้อได้เปรียบหลักของกระบวนการรีไซเคิลเชิงกลของ POSTC-PET คือเป็นกระบวนการที่ค่อนข้างง่าย เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม และใช้เงินลงทุนต่ำ แต่ข้อเสียหลักของกระบวนการดังกล่าวนี้คือการลดลงของน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์



ภาพที่ 2.10 แสดงปฏิกิริยาของ PET a) hydrolysis reaction และ (b) thermal degradation reaction

2.3.3.3 การเพิ่ม intrinsic viscosity ของ PET รีไซเคิล

การลดลงของน้ำหนักโมเลกุลของ POSTC-PET ในกระบวนการรีไซเคิลเนื่องจากเกิดปฏิกิริยาการสลายตัวทางความร้อนและสลายตัวจากความชื้นใน POSTC-PET ซึ่งการที่มีน้ำและ PVC ใน POSTC-PET ทำให้เกิดปฏิกิริยาการตัดสายโซ่พอลิเมอร์ในขณะกระบวนการอัดรีด โดยที่อุณหภูมิการขึ้นรูป (280 องศาเซลเซียส) จะมีปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเกิดขึ้นระหว่างโมเลกุลน้ำและ PET เป็นผลทำให้สายโซ่โมเลกุลสั้นลง นอกจากนี้ยังมีการตัดสายโซ่โมเลกุลด้วยความร้อนบริเวณหมู่เอสเทอร์ของ PET

- การขึ้นรูปใหม่ภายใต้สภาวะสุญญากาศ (Reprocessing under vacuum)

ในกระบวนการรีไซเคิล PET ล้ำสุดที่ติดตั้งระบบสุญญากาศ พบว่าสารระเหยพวกไอน้ำที่เกิดขึ้นนั้นได้ถูกกำจัดออกอย่างต่อเนื่องในระหว่างกระบวนการขึ้นรูป ทำให้กระบวนการนี้สามารถลดการเกิดการสลายตัวของ PET จากสารระเหยเหล่านั้นได้

- สารให้ความคงตัว (Stabilizer)

ในกระบวนการขึ้นรูป PET รีไซเคิลที่มีสารให้ความคงตัวเพื่อลดผลกระทบของ PVC ที่ปนเปื้อนมาและผลของการสลายตัวทางความร้อน และสารให้ความคงตัวที่ใช้ในระบบส่วนใหญ่ ได้แก่ butyl tin mercaptide, antimony mercaptide และ lead phthalate เป็นต้น ซึ่งการเติมสารประเภทฟอสเฟสในระหว่างการขึ้นรูปใหม่ของ PET ช่วยให้ระบบเสถียรขึ้นและมีการสลายตัวของหมู่ไฮโดรเปอร์ออกไซด์

- Solid state polymerization (SSP)

กระบวนการ SSP เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นเมื่อมีการให้ความร้อนแก่ POSTC-PET กว่า T_g แต่ต่ำกว่า T_m โดยจะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบควบแน่น (Condensation polymerization reaction) ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 200 ถึง 240 องศาเซลเซียส ซึ่งต่ำกว่าอุณหภูมิการหลอมเหลว (280 องศาเซลเซียส) โดยปฏิกิริยาการสลายตัวเกิดขึ้นได้น้อยที่อุณหภูมิการขึ้นรูปต่ำ แต่เกิดการเพิ่มขึ้นของน้ำหนักโมเลกุลแทน และผลิตภัณฑ์ข้างเคียงที่เกิดขึ้นในกระบวนการ SSP จะถูกกำจัดออกไปในสภาวะสุญญากาศ

จากงานวิจัยของ George P. Karayannidis และคณะ [17, 18] ได้ศึกษากระบวนการ solid state polycondensation ของการรีไซเคิล PET พบว่าอิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาที่มีผลต่อน้ำหนักโมเลกุลของ PET โดยสภาวะที่มีการเกิด solid state polycondensation มีประสิทธิภาพมากที่สุดคือที่อุณหภูมิ 230 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง มีน้ำหนักโมเลกุลของ PET มากที่สุด

- การยืดต่อสายโซ่โมเลกุล (Chain extension)

การยืดต่อสายโซ่โมเลกุลของ PET เป็นกระบวนการที่ใช้ di- หรือ poly-functional ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำมาทำปฏิกิริยากับหมู่ปลาย carboxyl และหมู่ hydroxyl ของ PET ที่จะเข้าเชื่อมต่อกับบริเวณสายโซ่โมเลกุลที่แตกออกจากกันในขณะที่กระบวนการหลอมเหลว

โดยกลไกของปฏิกิริยาการยึดต่อสายโซ่โมเลกุลถูกเสนอโดย Inata และ Matsumura [19] ได้เสนอปฏิกิริยา 3 รูปแบบที่เกิดการยึดต่อสายโซ่โมเลกุลระหว่าง 2,2'-bis(2-oxazoline) ที่เป็น chain extender กับ PET โดยมีปฏิกิริยาดังนี้

1. เกิด blocking reaction ระหว่างโมเลกุลของ chain extender กับสายโซ่โมเลกุล PET หนึ่งสายโซ่
2. เกิด coupling reaction ระหว่างโมเลกุลของ chain extender กับสายโซ่โมเลกุล PET 2 สายโซ่ ซึ่งเป็นจำนวนสายโซ่สูงสุดที่สามารถเกิดปฏิกิริยากับ chain extender
3. ไม่เกิดปฏิกิริยาบริเวณสายโซ่โมเลกุลของ chain extender ที่ไม่สามารถเกิดปฏิกิริยา

โดย blocking reaction เป็นการเกิดขึ้นเริ่มต้น (initiating step) ก่อนขั้นตอนการเกิด coupling reaction และอัตราการเกิดปฏิกิริยาถูกควบคุมด้วยสถานะของปฏิกิริยาและปริมาณความเข้มข้นของ chain extender โดยคาดว่าว่าการเกิดปฏิกิริยาทั้งสามรูปแบบจะเกิดขึ้นกับ chain-extender ที่เป็น di-functional หรือปฏิกิริยาที่มีการควบคุมสูงสุดเท่านั้น มิฉะนั้นจะไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาแตกแขนงของสายโซ่โมเลกุลได้โดยการแตกแขนงและการเชื่อมขวางกันของสายโซ่สามารถเกิดขึ้นได้ในระบบที่มี chain extender แบบดังกล่าว

2.4. ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับสารเติมแต่งในพลาสติก (Polymer Additives)

สารเติมแต่งนั้นสำคัญมากในการขึ้นรูปพลาสติก ซึ่งเหมาะสำหรับการใช้งานในด้านต่างๆ ได้แก่ ด้านวัสดุยานยนต์ การออกแบบ วัสดุบรรจุภัณฑ์ อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ และอุปกรณ์การสื่อสาร ซึ่งการเติมโมเลกุลหรืออนุภาคลงในพอลิเมอร์บริสุทธิ์สามารถช่วยปรับปรุงคุณสมบัติของผลิตภัณฑ์อย่างมาก รวมถึงปรับปรุงพื้นผิว โดยสารเติมแต่งนั้นจะถูกเติมลงไปโดยไม่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างสำคัญของพอลิเมอร์ [20, 21]

ซึ่งสมบัติโดยทั่วไปของสารเติมแต่งนั้นจะต้องทำหน้าที่ได้อย่างมีประสิทธิภาพ มีความเสถียรภาพภายใต้การขึ้นรูปและการใช้งาน ไม่ทำให้สมบัติที่สำคัญของพอลิเมอร์เสียไป ไม่เป็นพิษ และราคาไม่แพง

ประเภทของสารเติมแต่งที่แบ่งตามประเภทการใช้งาน ได้แก่

- สารดัดแปรสมบัติเชิงกล (Mechanical properties modifiers)
- สารดัดแปรสมบัติทางเคมี (Chemical properties modifiers)

- สารดัดแปรเพื่อความสวยงาม (Aesthetic properties modifiers)
- สารดัดแปรสมบัติที่พื้นผิว (Surface properties modifiers)
- สารดัดแปรสำหรับกระบวนการผลิต (Processing modifiers)

ซึ่งสารดัดแปรสมบัติเชิงกล (Mechanical properties modifiers) มีหลายประเภท ได้แก่

- สารเสริมแรง (reinforcing agents)
- Interfacing agents
- Toughening agents
- Plasticizers
- Blowing agents
- Particulate fillers

2.4.1 สารยืดต่อสายโซ่โมเลกุล (Chain extenders)

โดยมีสารเคมีหลายชนิดที่ใช้ในกระบวนการยืดต่อสายโซ่โมเลกุลใน PET โดย chain extender ที่ไม่ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงนั้นเป็นที่นิยมนำมาใช้ ซึ่ง chain extender สามารถจำแนกได้ตามการเกิดปฏิกิริยากับหมู่ปลายของ PET โดย chain extender สามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ปลาย carboxyl ได้ดี โดยหลักการทำงานคือการลดปริมาณหมู่ carboxyl ในสายโซ่โมเลกุล แล้วทำให้พอลิเมอร์มีความเสถียรภาพทางความร้อนเพื่อป้องกันไม่ให้น้ำหนักโมเลกุลลดลง ซึ่ง chain extender ที่สามารถทำปฏิกิริยาหมู่ carboxyl ได้แก่ 2,2'-bis(2-oxazoline), 2,2'-bis(5,6-dihydro-4h-1,3-oxazine), N,N'-hexamethyl-ene-bis(2-canyl 1,2-oxazoline) ส่วน chain extender ชนิดอื่นๆ ที่สามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ hydroxyl ได้ เช่น 2,2'-bis(3,1-benzoxanin-4-one)

อิทธิพลในกระบวนการ chain extension

อิทธิพลของตัวแปรในระบบ chain extension ได้แก่ ปริมาณของ chain extender และเวลาในการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งอิทธิพลของปริมาณของ chain extension มักพบในระบบ reactive-blending โดยปริมาณของ chain extender จะถูกคำนวณตามความสัมพันธ์ของการเกิดปฏิกิริยาการยืดต่อสายโซ่โมเลกุลและสภาวะในอุดมคติการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งหากปริมาณของ chain extender มากเกินกว่าปริมาณที่ได้จากทฤษฎีนั้นจะนำไปสู่การเกิดปฏิกิริยาการเชื่อมขวางและเกิดเป็นเจลขึ้น

2.4.2 สารเสริมแรง (reinforcing agents)

เส้นใยเสริมแรง (reinforcing fibers) เป็นวัสดุผสมที่ทำจากเมทริกซ์พอลิเมอร์เสริมด้วยเส้นใย เส้นใยเหล่านี้มักจะเป็นเส้นใยแก้ว เส้นใยคาร์บอน หรือเส้นใยอะรามิต แม้ว่าบางครั้งจะมีการใช้เส้นใยอื่น เช่นกระดาษ ไม้ หรือแร่ใยหินก็ตาม ซึ่งการเติมเส้นใยเสริมแรงจะช่วยเพิ่มความแข็งแรง (strength) และความแข็งเกร็ง (stiffness) ให้แก่วัสดุ

2.4.2.1 เส้นใยแก้ว (glass fiber)

เส้นใยแก้วเป็นวัสดุช่วยเสริมความแข็งแรงให้แก่วัสดุทั้ง thermoplastic และ thermoset ซึ่งเส้นใยแก้วประกอบไปด้วยซิลิกอนไดออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ อะลูมิเนียมออกไซด์ โบรอน-ออกไซด์ และโลหะออกไซด์จำนวนเล็กน้อย โดยปกติรูปร่างของเส้นใยแก้วจะมีลักษณะเป็นสามมิติแบบ isotropic โดยมีอะตอมของออกซิเจน 4 อะตอม รอบๆ อะตอมของซิลิกอน ซึ่งเส้นใยแก้วนั้นแข็งแรง มีน้ำหนักเบา เสถียรภาพทางรูปร่างสูง ทนต่อการกัดกร่อน และขึ้นรูปได้หลากหลาย [22]

ซึ่งเส้นใยแก้วสามารถแบ่งออกเป็น 6 ประเภท ได้แก่

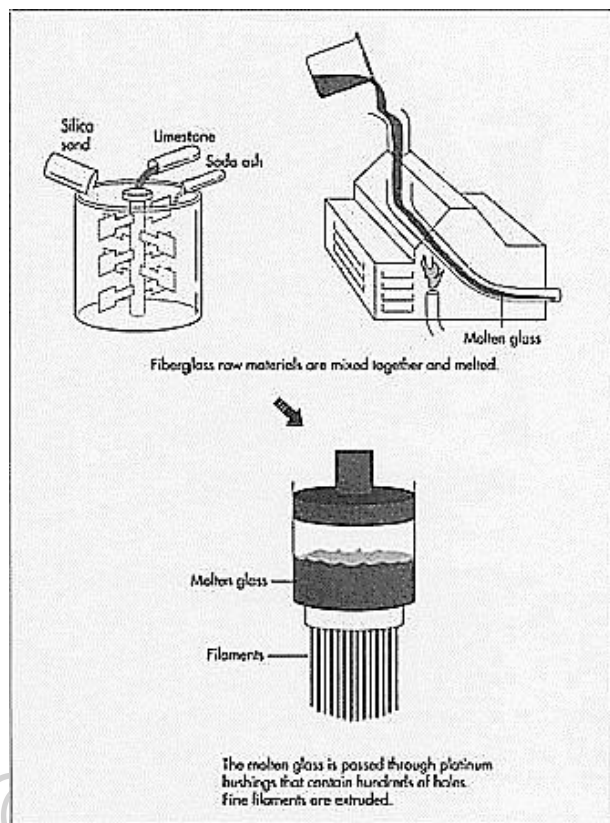
1. แก้วชนิด A (A glass) ใช้สำหรับการผลิตเส้นใย ซึ่งมีส่วนประกอบของแก้วที่มีต่างอัลคาไลน์
2. แก้วชนิด AR (AR glass) แก้วทนต่างอัลคาไลน์ใช้ในการฟอร์มตัวของเส้นใย
3. แก้วชนิด C (C glass) เป็นแก้วทนสารเคมีสำหรับการผลิตเส้นใย
4. แก้วชนิด E (E glass) เป็นเส้นใยมาตรฐานสำหรับการผลิตเส้นใย ตัวอักษร E หมายถึงสำหรับไฟฟ้า เนื่องจากทนต่อกระแสไฟฟ้าสูง
5. แก้วชนิด HS (HS glass) เป็นแก้วผสมระหว่างแมกนีเซียม อะลูมินา และซิลิกา แต่ประกอบด้วยจำนวนเล็กน้อยของออกไซด์ชนิดอื่นๆ ตัวอักษร HS หมายถึง ความแข็งแรงสูง
6. แก้วชนิด S (S glass) เป็นแก้วที่มีองค์ประกอบเหมือนแก้วชนิด HS ในรูปของเส้นใย มีความแข็งแรงสูง ใช้สำหรับผสมในงานเส้นใยผสม

สำหรับกระบวนการขึ้นรูปเส้นใยแก้ว ประกอบไปด้วย 8 ขั้นตอน

ขั้นที่ 1 : ขั้นการหลอม

เตรียมแบทช์สำหรับการผลิตเส้นใยแก้ว โดยประกอบไปด้วย ทรายซิลิกา หินปูน และโซดา-แอช รวมถึงส่วนผสมอื่น ๆ เมื่อเตรียมแบทช์แล้ว มันจะถูกป้อนเข้าเตาหลอมเพื่อหลอมละลาย โดยต้องควบคุมอุณหภูมิให้แม่นยำ เพื่อรักษาอัตราการไหลของกระจกให้สม่ำเสมอ แก้วหลอมเหลวจะอยู่ที่อุณหภูมิสูงกว่า (ประมาณ 2,500 องศาฟาเรนไฮต์ หรือ 1,371 องศาเซลเซียส) แก้วประเภทอื่น ๆ

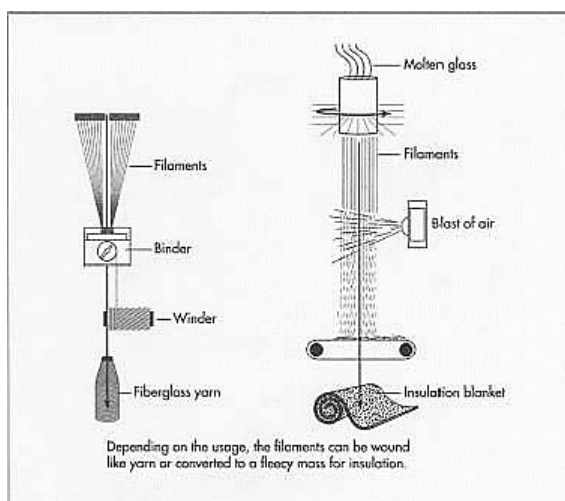
เพื่อให้เกิดเป็นไฟเบอร์ เมื่อแก้วหลอมเหลวแล้วมันจะเคลื่อนที่ไปยังอุปกรณ์ขึ้นรูปผ่านช่อง (fore-hearth) ซึ่งอยู่ที่ส่วนท้ายของเตาเผา



ภาพที่ 2.11 แสดงการเตรียมและการหลอมขึ้นรูปเส้นใยแก้ว [22]

ขั้นที่ 2 : การขึ้นรูปเส้นใยแก้ว

หลายกระบวนการที่ต่างกัันถูกนำมาใช้ในการขึ้นรูปเส้นใย ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของเส้นใย โดยเส้นใยแก้วที่ถูกลอมเหลวโดยตรงจากเตาหลอมหรือแก้วหลอมเหลวอาจถูกป้อนเข้าเครื่อง จากนั้นแก้วจะถูกป้อนผ่านหัว spinnerets ที่ให้ความร้อนด้วยไฟฟ้า โดนหัว spinnerets นั้นทำจากแพลตตินัมหรือโลหะอัลลอยด์ภาพที่ 2.11 โดยมีรูผ่าน 200 ถึง 3,000 รู ซึ่งละเอียดมาก แก้วหลอมเหลวไหลผ่านรูและออกมาเป็นเส้นใยที่ดี



ภาพที่ 2.12 แสดงกระบวนการขึ้นรูปเส้นใยแก้ว [22]

ขั้นที่ 3 : กระบวนการขึ้นรูปเส้นใยแก้วอย่างต่อเนื่อง

การขึ้นรูปเส้นใยอย่างต่อเนื่อง หลังจากทีแก้วไหลผ่านรูใน bushing จะมีหลายเส้นติดอยู่กับ เครื่องหมุนความเร็วสูงดังแสดงในภาพที่ 2.12 เครื่องหมุนโดยหมุนรอบตัวประมาณ 2 ไมล์ (3 กม.) ต่อนาที ซึ่งเร็วกว่าอัตราการไหลจาก bushing ทำให้เกิดความตึงเครียดตอดึงเส้นใยออกมาในขณะที่ยังคงหลอมเหลว ทำให้เกิดรอยแตกที่ผิวของเส้นใย จึงต้องมีการใช้สารเคมียึดเกาะซึ่งช่วยป้องกันไม่ให้เส้นใยแตกหักในระหว่างการขึ้นรูป

ขั้นที่ 4 : กระบวนการ Staple-fiber

เมื่อแก้วหลอมเหลวไหลผ่าน bushing และระบบเป่าอากาศ จะทำให้เส้นใยเย็นลงอย่างรวดเร็ว การที่เป่าอากาศเข้าไปทำให้เส้นใยแตกเป็นความยาว 8-15 นิ้ว (20-38 ซม.) เส้นใยเหล่านี้จะผ่านสเปรย์น้ำมันหล่อลื่นลงบนถังหมุน ซึ่งจะมีใยบาง ๆ ถูกดึงออกมาและดึงรวมกันเป็นเส้นใยที่ต่อเนื่องกันอย่างหลวม ๆ

ขั้นที่ 5 : การตัดเส้นใยแก้ว

เส้นใยแก้วจะถูกตัดให้สั้นลง เส้นใยที่ถูกตัดนั้นจะถูกสร้างเป็นผืนเสื้อซึ่งจะเพิ่มสารยึดเกาะ หลังจากอบในเตาอบผืนเสื้อจะถูกม้วนขึ้น

ขั้นที่ 6 : การขึ้นรูปเป็นใยแก้ว

กระบวนการหมุนหรือการสปินเนอร์ถูกใช้เพื่อทำใยแก้ว โดยในกระบวนการนี้แก้วหลอมเหลวจากเตาหลอมจะไหลเข้าไปในภาชนะทรงกระบอกที่มีรูเล็ก ๆ ขณะที่ภาชนะหมุนอย่างรวดเร็วจัดเรียงเป็นแนวอนแก้วจะไหลออกจากรู ซึ่งแก้วหลอมเหลวจะถูกเปลี่ยนเป็นเส้นใยโดยการระเบิดของอากาศหรือก๊าซร้อน โดยเส้นใยจะตกลงบนสายพานแล้วสอดประสานกัน ซึ่งสามารถใช้เป็นฉนวนกันความร้อน หรือนำเส้นใยแก้วไปผ่านการฉีดยาด้วยสารยึดเกาะแล้วอัดเข้าไปตาม

ความหนาที่ต้องการและนำเข้าเตาอบ โดยความร้อนจะทำให้สารยึดเกาะและผลิตภัณฑ์ที่ได้แข็งหรือยึดหยุ่นได้

ขั้นที่ 7 : การเคลือบผิวป้องกัน

นอกจากสารยึดประสานแล้วยังจำเป็นต้องมีการเคลือบสารอื่น ๆ สำหรับผลิตภัณฑ์เส้นใยแก้ว โดยการเคลือบผิวด้วยน้ำมันหล่อลื่นเพื่อลดแรงเสียดสีของเส้นใย โดยการฉีดพ่นลงบนเส้นใยโดยตรงหรือเพิ่มเข้าไปในสารยึดเกาะ บางครั้งอาจต้องมีการพ่นสารป้องกันไฟฟ้าสถิตบนพื้นผิวของแผ่นฉนวนใยแก้วในระหว่างขั้นตอนการระบายความร้อน

ขั้นที่ 8 : การขึ้นรูปร่างของเส้นใยแก้ว

ผลิตภัณฑ์ไฟเบอร์กลาสที่มีรูปร่างที่หลากหลายโดยใช้กระบวนการหลายอย่าง เช่น การขึ้นรูปเป็นท่อฉนวนกันความร้อนไฟเบอร์กลาส



2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Masoud Frounchi [23] ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการสลายตัวของ PET ในกระบวนการรีไซเคิล โดยได้ทำการขึ้นรูปด้วย twin screw extruder ซ้ำหลายครั้ง พบว่าค่าความหนืดของ RPET ลดลงเมื่อเพิ่มจำนวนครั้งการรีไซเคิล ซึ่งเป็นผลมาจากน้ำหนักโมเลกุลของ RPET ลดลง ดังในตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 การเปลี่ยนแปลงของ molecular parameter ของ PET ในกระบวนการขึ้นรูป [23]

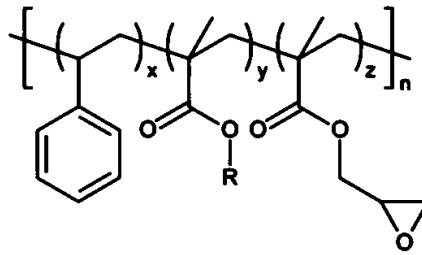
Parameter	PET0	PET1	PET2	PET3
Intrinsic viscosity [μ], dL/g	0.841	0.689	0.632	0.424
Molecular weight M_w	50400	37100	32460	22230
No. of end-groups, meq/kg	71	90	100	134

และจากผลการทดสอบสมบัติเชิงกลในตารางที่ 2.6 พบว่าค่า Impact strength และค่า tensile strength ลดลง เมื่อเพิ่มจำนวนครั้งการรีไซเคิลของ PET

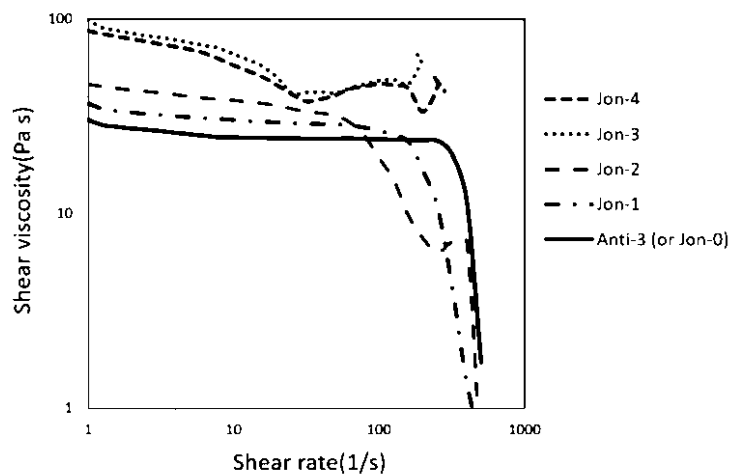
ตารางที่ 2.6 การเปลี่ยนแปลงของสมบัติเชิงกลในกระบวนการขึ้นรูปของ PET ในกระบวนการขึ้นรูป [23]

Sample	Impact strength (J/m)	Tensile strength (MPa)
PET0	24.27	61.37
PET1	21.97	60.54
PET2	21.81	59.28
PET3	21.11	56.42

จากงานวิจัยของ Isarankura Na Ayutthaya Siriorn และคณะ [24] ได้ทำการปรับปรุงความหนืดของ PET รีไซเคิล (rPET) ด้วยการเติม Styrene acrylate copolymer with epoxy functional (Joncryl) ทำหน้าที่เป็น chain extender โดยมีโครงสร้างทางเคมีดังภาพที่ 2.13 ซึ่งในงานวิจัยมีการปรับเปลี่ยนปริมาณการเติม Joncryl เป็น 0, 0.2, 0.4, 0.6 และ 0.8 pph พบว่าการเติม พบว่าการเติม Joncryl ที่ปริมาณ 0.6 (Jon-3) และ 0.8 (Jon-4) pph มีค่าความหนืดสูงขึ้นมาดังแสดงในภาพที่ 2.14 เป็นผลจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างหมู่ปลาย hydroxyl ของ rPET และหมู่ epoxy ของ chain extender ส่งผลให้ผ่านปฏิกิริยา esterification และ etherification ส่งผลให้ RPET มีน้ำหนักโมเลกุล (molecular weight) สูงขึ้น ความหนืดของ rPET จึงสูงขึ้นด้วย

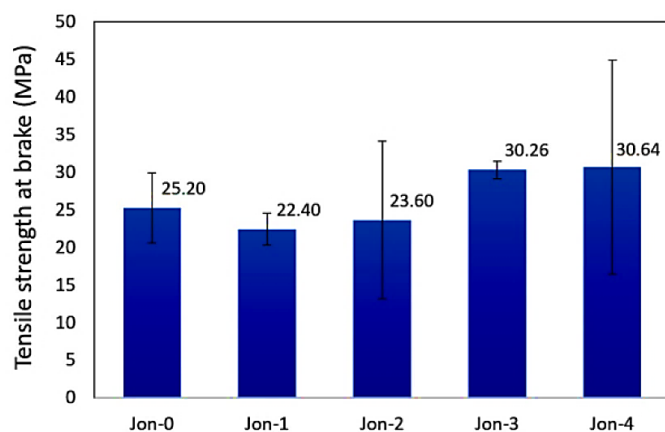


ภาพที่ 2.13 โครงสร้างทางเคมีของ Joncryl เกรด ADR4468 [24]

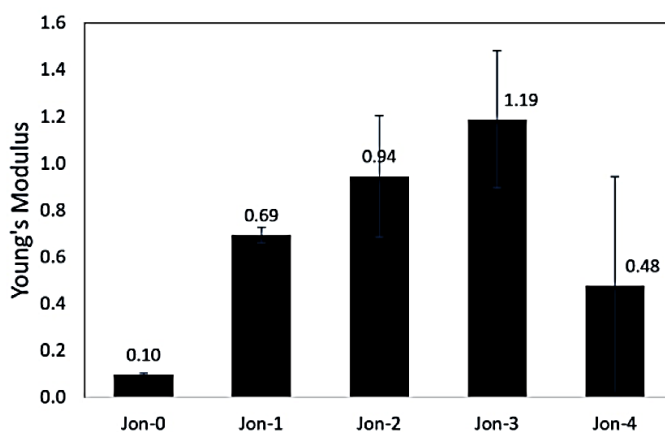


ภาพที่ 2.14 แสดงค่า Shear viscosity ของ rPET compounds (Jon-0, Jon-1, Jon-2, Jon-3 และ Jon-4) [24]

นอกจากนี้การทดสอบสมบัติเชิงกลของ rPET ที่มีการเติม Joncryl โดยแสดงค่า tensile-strength at break ดังภาพที่ 2.15 พบว่าการเติม Joncryl ที่ปริมาณ 0.2 และ 0.4 pph ไม่สามารถปรับปรุงค่า tensile strength at break ของวัสดุได้ แต่เมื่อเพิ่มปริมาณการเติม Joncryl เป็น 0.6 และ 0.8 pph พบว่าค่า tensile strength at break เพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน พิจารณาว่า Young's-modulus ดังภาพที่ 2.16 พบว่าการเติม Joncryl ในปริมาณ 0.2–0.6 pph ค่า Young's-modulus เพิ่มขึ้น ในทางกลับกันเมื่อเติม Joncryl ที่ปริมาณ 0.8 pph ค่า Young's modulus ลดลงอย่างชัดเจน เป็นผลมาจากปริมาณ chain extender มากจนทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างกิ่งของ rPET และเกิดเป็นโครงสร้างร่างแหขัดขวางการเคลื่อนไหวของสายโซ่พอลิเมอร์



ภาพที่ 2.15 แสดงค่า Tensile strength at break ของ rPET compounds ที่เติม Joncryl ในปริมาณต่างกัน [24]



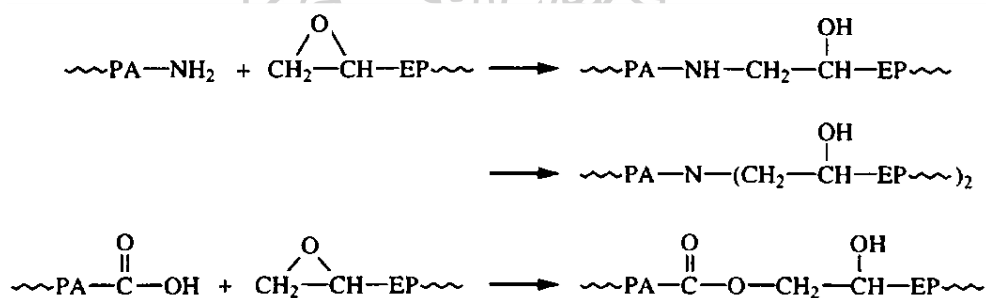
ภาพที่ 2.16 แสดงค่า Young's modulus ของ rPET compounds ที่เติม Joncryl ในปริมาณต่างกัน [24]

งานวิจัยของ Chieh-Chin Huang และคณะ [25] ได้ศึกษาอิทธิพลของ reactive compatibilizer ในระบบพอลิเมอร์ผสม poly(butylene terephthalate)/polyamide-6,6 (PBT/PA66) ซึ่งในที่นี้ใช้ epoxy resin เป็นสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ โดยกลไกการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีได้หลายรูปแบบได้แก่

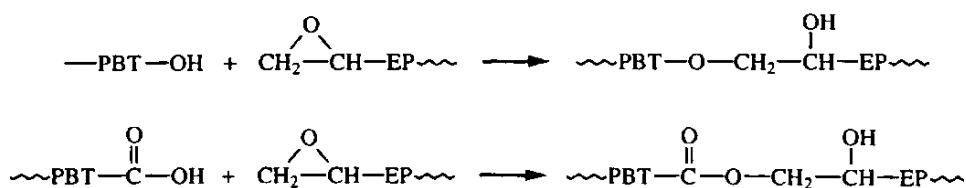
- ปฏิกิริยาการควบแน่น (condensation reaction) ระหว่างหมู่ปลาย amine กับ carboxyl ซึ่งจะมีการหลุดออกของโมเลกุลน้ำ แต่โดยทั่วไปแล้วในสภาวะการหลอมผสมอาจไม่เกิดปฏิกิริยาดังกล่าว หรืออาจจะเกิดขึ้นได้หากสังเกตการณ์เปลี่ยนแปลงของความหนืดของระบบ



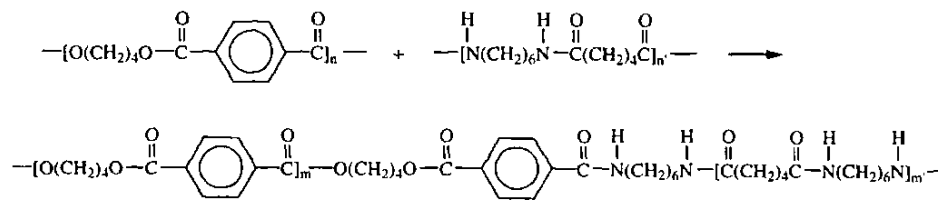
- ปฏิกิริยาการควบคู่ (Coupling reaction) ระหว่างหมู่ amine และ carboxyl สามารถเกิดปฏิกิริยากับหมู่ epoxide โดยหมู่ปลาย amine ของ PA66 สามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ epoxide สองหมู่ได้ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมเพื่อสร้างโครงสร้างแบบกิ่งหรือโครงสร้างแบบเชื่อมขวาง อย่างไรก็ตามในระบบไม่ควรเกิดโครงสร้างแบบกิ่งและแบบเชื่อมขวางที่มากเกินไป สำหรับหมู่ปลาย carboxyl ของ PA66 สามารถเกิดพันธะโควาเลนต์กับหมู่ epoxide ได้



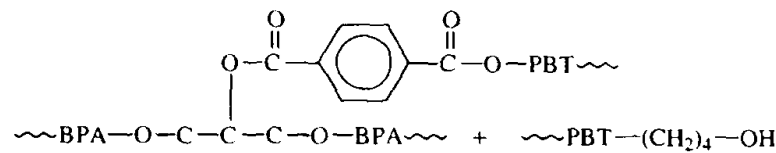
- ปฏิกิริยาการควบคู่ (Coupling reaction) ระหว่างหมู่ปลาย carboxyl และ hydroxyl กับหมู่ epoxide โดยหมู่ปลายของ PBT เป็นหมู่ aliphatic hydroxyl และหมู่ carboxyl โดย PBT ที่ใช้ในการศึกษานี้มีปริมาณหมู่ carboxyl เพียง 10-15 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งการทำปฏิกิริยาระหว่างของหมู่ epoxide กับหมู่ carboxyl มีความว่องไวมากกว่าการเกิดปฏิกิริยาระหว่างหมู่ epoxide กับหมู่ hydroxyl โดยปกติแล้วในระบบการหลอมผสมที่ไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยานั้นมีเพียงหมู่ carboxyl ที่สามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ epoxide ในขณะที่หมู่ปลาย hydroxyl เป็น inert chain-end



- ปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนระหว่าง ester และ amide (ester-amide interchange reaction) จากการผล H-NMR spectrum ของพอลิเมอร์ผสม PA66/PET (50/50 w/w) ที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา พบ minor peak ($\delta=8.199$ ppm) แสดงให้เห็นการเกิดปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนระหว่าง ester และ amide ในขณะที่ระบบที่ไม่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยานั้นไม่พบการเกิดปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนระหว่าง ester และ amide ในระบบพอลิเมอร์ผสม PA66/PET



- การเกิด Alcoholysis ระหว่างหมู่ hydroxyl กับหมู่ ester ในพอลิเมอร์ผสมระหว่าง phenoxy/PBT โดยการเกิด alcoholysis ระหว่างหมู่ hydroxyl ของ phenoxy และหมู่ ester ของ PBT เป็นผลให้เกิดเป็นโคพอลิเมอร์แบบกิ่งหรือเกิดเป็นโครงสร้างเชื่อมขวางกัน

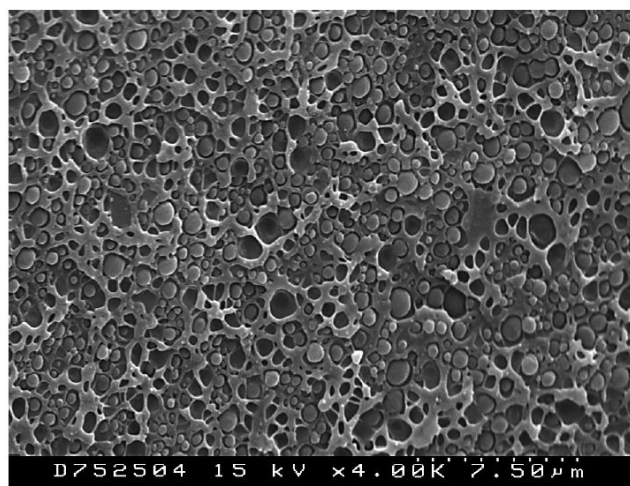


Retolaza และคณะ [26] ได้ทำการศึกษาโครงสร้างและสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสมระหว่าง Polyamide-6,6 และ Poly(Ethylene Terephthalate) ที่อัตราส่วน PA66/PET เป็น 100/0, 90/10, 75/25, 60/40, 50/50, 40/60, 25/75 และ 0/100 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากการทดสอบ SEM เพื่อศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา พบว่าที่อัตราส่วน PA66/PET ที่ 25/75 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีลักษณะสัณฐานวิทยาที่เปลี่ยนแปลงไป โดยที่อนุภาคของ PET มีการกระจายตัวได้ดี (ขนาดอนุภาคช่วง 0.1 ถึง 1 ไมครอน) และเมื่อพิจารณาความต่อเนื่องของเฟสทั้งสองจากสมการดังนี้ [27]

$$\frac{\eta_1 \phi_2}{\eta_2 \phi_1} \cong 1 \quad (2.1)$$

โดยที่ η_1 และ η_2 เป็นค่าความหนืดของ PA และ PET ตามลำดับ และ ϕ_1 และ ϕ_2 เป็น volume fraction โดยค่าความหนืดของพอลิเมอร์ดังกล่าวได้จากการวัดค่า torque ของการผสมที่อุณหภูมิ

275 องศาเซลเซียส โดยค่า torque ของ PA และ PET เป็น 0.58 และ 1.63 นิวตันเมตร ตามลำดับ ทำให้สามารถทำนายค่า ϕ_1 จากสมการที่ 2.1 ได้เป็น $\phi_1 = 0.26$ (ปริมาณ PA เป็น 23 เปอร์เซ็นต์) ซึ่งสัมพันธ์กับผลของ SEM

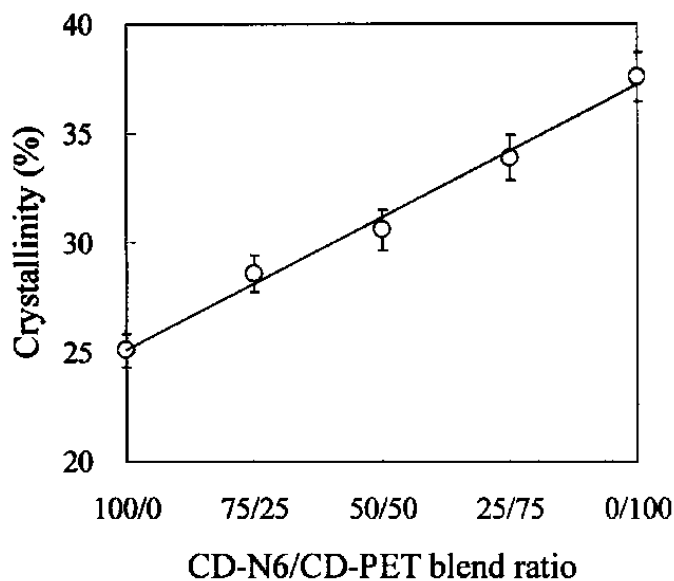


ภาพที่ 2.17 แสดงภาพ SEM ของพอลิเมอร์ผสมของ PA66/PET ที่อัตราส่วน 25/75 wt% [26]

งานวิจัยของ Yao-Chi Shu และคณะ [28] ได้ทำการศึกษาการไหลและสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมระหว่าง Cationic Dyeable Nylon 6 และ Cationic Dyeable Poly(ethylene terephthalate) โดยมีอัตราส่วนของ CD-N6/CD-PET เป็น 75/25, 50/50 และ 25/75 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก จากการศึกษาปริมาณผลึกโดยเทคนิค DSC พบว่าที่อัตราส่วนของ CD-N6/CD-PET ที่ 25/75 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีปริมาณผลึกโดยรวมมากที่สุดแสดงผลดังในตารางที่ 2.7 และภาพที่ 2.18

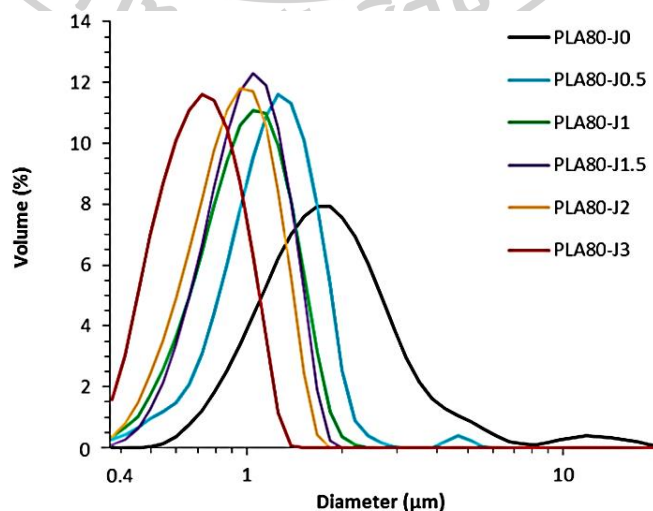
ตารางที่ 2.7 แสดงปริมาณผลึกของเส้นใยพอลิเมอร์ผสมระหว่าง CD-N6 และ CD-PET ที่อัตราส่วนต่างๆ [28]

Polymer code	DSC method					WAXD method
	CD-N6 part		CD-PET part		Total X_c (%) of filament	Total X_c (%) of filament
	ΔH_{m1} (J/g)	X_c (%) of CD-N6 part	ΔH_{m2} (J/g)	X_c (%) of CD-PET		
Sample 1	57.8	25.1	–	–	25.1	23.2
Sample 2	43.4	18.8	13.2	9.4	28.2	27.8
Sample 3	28.9	12.6	26.4	18.8	31.4	29.7
Sample 4	14.5	6.3	39.5	28.2	34.5	31.2
Sample 5	–	–	52.7	37.6	37.6	35.3



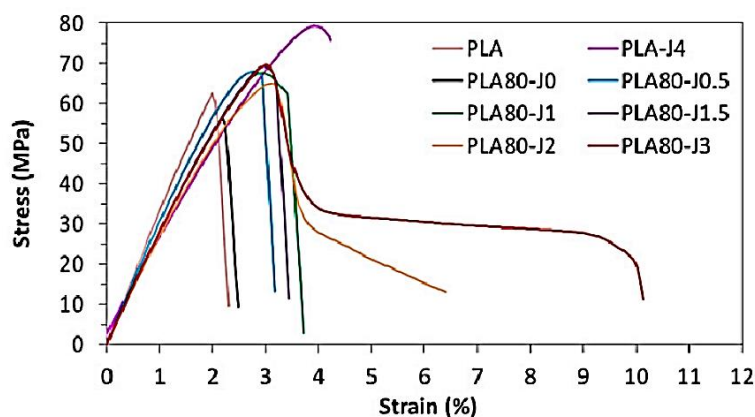
ภาพที่ 2.18 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณผลึกและอัตราส่วนของเส้นใยพอลิเมอร์ผสมของ CD-N6 / CD-PET [28]

จากงานวิจัยของ Damien Rasselet และคณะ [29] ได้ศึกษาอิทธิพลของการเติม compatibilizer ในพอลิเมอร์ผสม PLA/PA11 (80/20 w/w) โดยใช้ multifunctionalized epoxide (Joncryl) โดยในงานวิจัยดังกล่าวได้มีการปรับเปลี่ยนปริมาณการเติม Joncryl เป็น 0, 0.5, 1, 1.5, 2 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยจากผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM พบว่าการเพิ่มปริมาณการเติม Joncryl นั้นส่งผลให้การกระจายตัวของเฟส PA11 มีขนาดเล็กลง ดังที่แสดงในภาพที่ 2.19 เป็นกราฟการกระจายอนุภาคของเฟส PA11



ภาพที่ 2.19 กราฟแสดงการกระจายตัวของอนุภาคของเฟส PA11

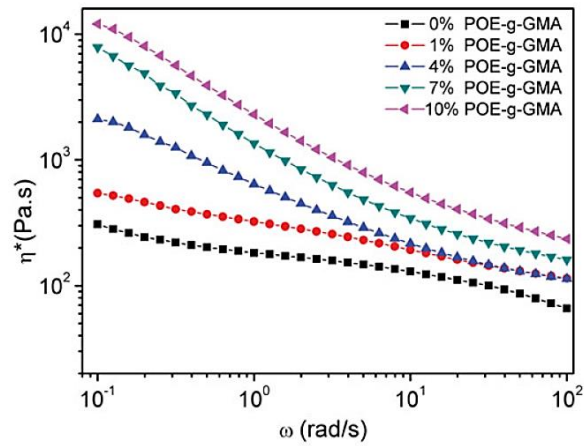
จากการศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC เมื่อเติม Joncryl ปริมาณเพิ่มขึ้นในพอลิเมอร์ผสม PLA/PA66 พบว่าปริมาณผลึกของ PLA ลดลง เนื่องจากการเติม Joncryl สามารถเกิดปฏิกิริยากับ PLA และ PA66 ได้ ซึ่งเป็นการเพิ่มความยาวสายโซ่โมเลกุลให้ยาวมากขึ้น ทำให้น้ำหนักโมเลกุลเพิ่มขึ้น ส่งผลให้สายโซ่โมเลกุลเคลื่อนที่ได้ยากขึ้นด้วย จึงเป็นสาเหตุทำให้สายโซ่โมเลกุลเกิดการจัดเรียงตัวเป็นผลึกได้ยาก นอกจากนี้การศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุพบว่าการเพิ่มปริมาณการเติม Joncryl ช่วยเพิ่มค่า elongation at break ของพอลิเมอร์ผสม โดยที่ปริมาณการเติม Joncryl ที่ 2 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าค่า elongation at break สูงขึ้นเป็น 6.9 และ 9.8 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ในขณะที่ค่า tensile modulus และค่า maximal stress ไม่ค่อยเปลี่ยนแปลงเมื่อเปรียบเทียบกับสูตรที่ไม่เติม Joncryl โดยแสดงดังภาพที่ 2.20



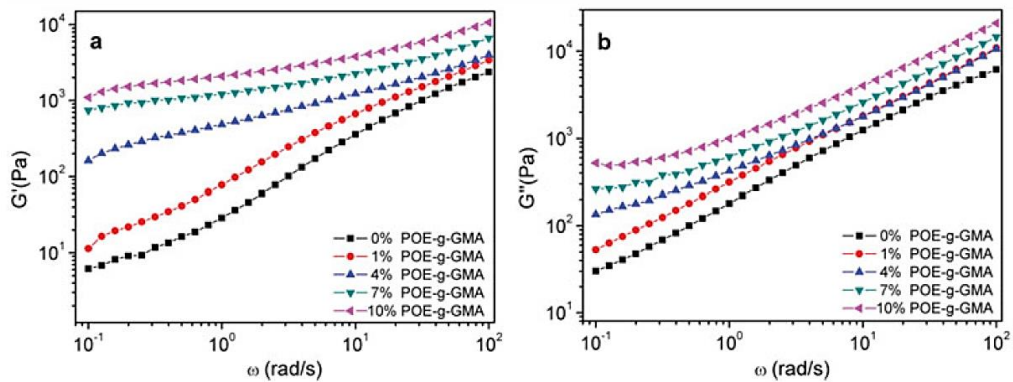
ภาพที่ 2.20 Stress-strain curve ของ PLA และ PLA80-J

จากงานวิจัยของ Xintu Lin และคณะ [30] ได้ศึกษาการปรับปรุงความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PET เหลือใช้ (R-PET) และ PA6 เนื่องจากพอลิเมอร์ทั้งสองมีความสามารถในการเข้าได้น้อย ส่งผลให้สมบัติของพอลิเมอร์ผสมแยกลง จึงต้องมีการเติม glycidyl methacrylate grafted poly(ethylene-octene) (POE-g-GMA) ซึ่งทำหน้าที่เป็น reactive compatibilizer สำหรับพอลิเอสเตอร์หรือพอลิเอไมด์ เพื่อให้พอลิเมอร์ทั้งสองมีความเข้ากันได้มากขึ้น ซึ่งพอลิเมอร์ผสมระหว่าง R-PET/ PA 6 มีอัตราส่วนที่ 70/30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยมีการเติม POE-g-GMA ที่ 0, 1, 4, 7 และ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาโดยเทคนิค SEM พบว่าการเติม POE-g-GMA ลงในระบบนั้นจะทำให้ PA กระจายตัวได้ดีในเฟสของ R-PET และจากการศึกษาสมบัติการไหลของพอลิเมอร์ผสมด้วยเครื่อง Rheometer พบว่าค่าความหนืดของพอลิเมอร์ผสมเพิ่มมากขึ้น (ภาพที่ 2.21) เมื่อเติม POE-g-GMA ลงในระบบ แสดงให้เห็นว่าเฟส

R-PET และ PA6 มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างกันมากขึ้น อีกทั้งยังพบว่าการเติม POE-g-GMA ในปริมาณเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ค่า storage modulus (G') และ loss modulus (G'') เพิ่มขึ้นตามลำดับ (ภาพที่ 2.22)



ภาพที่ 2.21 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนืดเชิงซ้อน (Complex viscosity) กับความถี่ ที่อุณหภูมิ 260 °C สำหรับพอลิเมอร์ผสม R-PET/PA6 (70/30 w/w) ที่เติม POE-g-GMA ปริมาณต่างๆ [30]



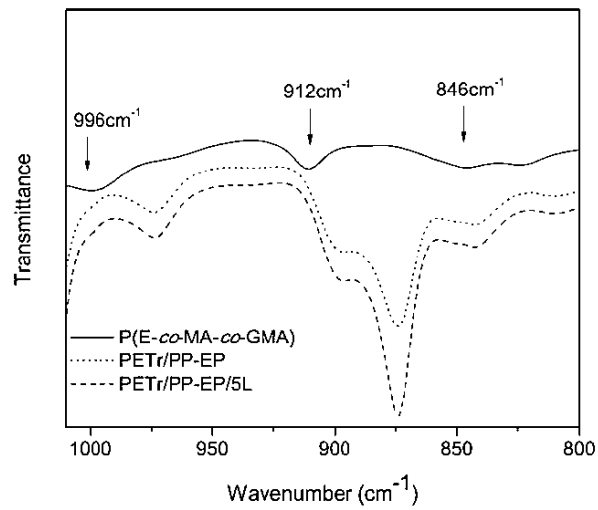
ภาพที่ 2.22 (a) storage modulus (G') (b) loss modulus (G'') ที่เป็นฟังก์ชันของความถี่ สำหรับพอลิเมอร์ผสม R-PET/PA6 (70/30 w/w) ที่เติม POE-g-GMA ปริมาณต่างๆ ที่อุณหภูมิ 260 °C [30]

จากการศึกษาสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสมระหว่าง R-PET/PA 6 พบว่าการเติม POE-g-GMA ที่อัตราส่วน 4 %wt. มีสมบัติเชิงกลดีขึ้น ดังผลในตารางที่ 2.8

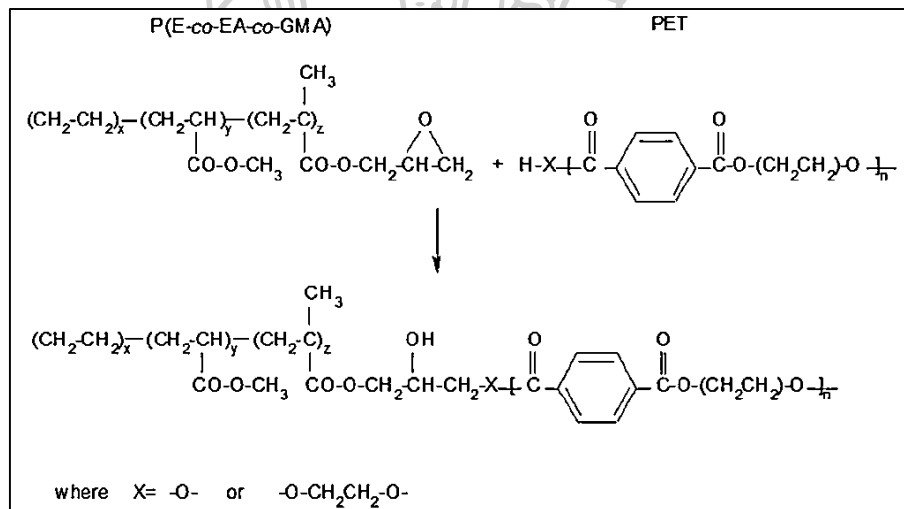
ตารางที่ 2.8 แสดงสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสม R-PET/ PA6 (70/30 w/w) ที่เติม POE-g-GMA ปริมาณต่างๆ [30]

POE-g-GMA content (wt%)	Flexural strength (MPa)	Flexural modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)
0	71.3	1860	57.7	72.2
1	67.1	1553	54.5	74.9
4	63.3	1455	52.7	135.2
7	56.8	1338	48.4	181.9
10	50.5	1168	45.2	195.7

จากงานวิจัยของ Adriana Martinelli Catelli de Souza และคณะ [31] ได้ทำงานศึกษาประสิทธิภาพของการเติม Poly(ethylene-co-methyl acrylate-co-glycidyl methacrylate) (P(E-co-EA-co-GMA) ซึ่งทำหน้าที่เป็น compatibilizer ในระบบของพอลิเมอร์ผสม recycled PET/PP และ recycled PET/PP-EP โดยในระบบจะมีการเติม P(E-co-MA-co-GMA) ที่ปริมาณ 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งการทดสอบ FTIR พบว่า P(E-co-EA-co-GMA) จะมีพีคของหมู่ epoxy (C-O-C) ขึ้นบริเวณตำแหน่ง 846, 912 และ 996 cm^{-1} แต่เมื่อเติมลงไปในระบบของ PETr/PP และ PETr/PP-EP ปรากฏว่าไม่พบพีคของหมู่ epoxide เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างหมู่ epoxide ใน P(E-co-EA-co-GMA) กับหมู่ hydroxyl (-OH) or carboxyl (-COOH) ใน PETr ซึ่งได้แสดงผลดังภาพที่ 2.24



ภาพที่ 2.23 แสดง FTIR spectra ของ P(E-co-EA-co-GMA), พอลิเมอร์ผสม PETr/PP-EP ที่ไม่เติม compatibilizer และพอลิเมอร์ผสม PETr/PP-EP ที่เติม compatibilizer 5 %wt. [31]



ภาพที่ 2.24 แสดงปฏิกิริยาระหว่าง P(E-co-EA-co-GMA) และ PETr [31]

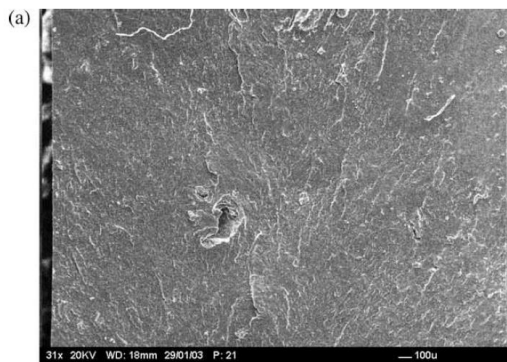
จากการศึกษาความเป็นผลึกโดยเทคนิค DSC พบว่าการเติม P(E-co-EA-co-GMA) ที่ปริมาณ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในระบบของพอลิเมอร์ผสม recycled PET/PP-EP จะส่งผลให้ปริมาณผลึกของ PETr เพิ่มสูงที่สุด ดังตารางที่ 2.9

ตารางที่ 2.9 แสดงผลการทดสอบ DSC ของ First Heating Scan [31]

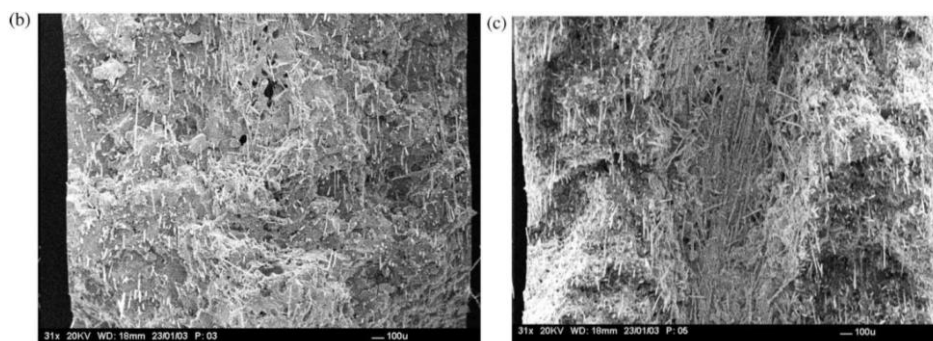
	PETr						PP-EP or PP		
	T_g (°C)	T_{cc} (°C)	ΔH_{cc} (J/g)	T_m (°C)	ΔH_m (J/g)	X_c (%)	T_m (°C)	ΔH_m (J/g)	X_c (%)
PETr/PP-EP	69.4	124.0	26.0	248.4	44.9	15.0	165.0	6.8	-
PETr/PP-EP/1L	69.2	123.7	26.5	248.6	46.8	16.1	165.0	7.0	-
PETr/PP-EP/3L	68.5	122.9	27.0	248.2	49.4	17.8	164.9	7.0	-
PETr/PP-EP/5L	68.6	122.3	27.3	248.3	49.9	17.9	164.8	7.1	-

อีกทั้งจากผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสม พบว่าการเติม P(E-co-EA-co-GMA) ที่ปริมาณ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในระบบของพอลิเมอร์ผสม recycled PET/PP และ recycled PET/PP-EP มีค่า impact strength และ elongation at break สูงสุด

จากงานวิจัยของ Alessandro Pegoretti และคณะ [32] ได้ศึกษาผลของการ hydrothermal aging ที่ 70 องศาเซลเซียส ในน้ำ หรือที่ความชื้นสัมพัทธ์ 80% ที่มีต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและสมบัติทางความร้อนเชิงกลของวัสดุคอมพอสิต rPET ผสมเส้นใยแก้วที่ปริมาณ 15 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยจากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาจากเทคนิค SEM พบว่าการเติมเส้นใยแก้วปริมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จะเกิดโครงสร้างแบบ skin-core โดยที่ผิวด้านนอกจะมีการจัดเรียงตัวของเส้นใยตามแนวแรงการฉีกขึ้นงาน แต่ในขณะที่การเติมเส้นใยแก้วปริมาณ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นั้นพบว่าการจัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบในเมทริกซ์ (ภาพที่ 2.25) ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดสอบสมบัติเชิงกล พบว่าการเติมเส้นใยแก้วปริมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ทำให้วัสดุคอมพอสิตมีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น (ตารางที่ 2.10)



ภาพที่ 2.25 ภาพ SEM ของพื้นผิวแตกหักของวัสดุ (a) rPET, (b) rPET-15GF และ (c) rPET-30GF [32]



ภาพที่ 2.25 ภาพ SEM ของพื้นผิวแตกหักของวัสดุ (a) rPET, (b) rPET-15GF และ (c) rPET-30GF (ต่อ) [32]

ตารางที่ 2.10 แสดงสมบัติความร้อนเชิงกล ของ un-aged rPET และวัสดุคอมพอสิตผสมเส้นใยแก้ว [32]

Property	Material		
	rPET	rPET-15GF	rPET-30GF
Temperature/value of the loss factor peak (°C)	92/0.177	92/0.057	94/0.053
HDT (°C)	80 ± 1	221 ± 2	232 ± 1
Tensile modulus (MPa)	3460 ± 230	7000 ± 140	11100 ± 490
Tensile strength (MPa)	34.1 ± 6.6	68.9 ± 1.7	120.0 ± 1.0
Tensile strain at break (%)	1.17 ± 0.23	1.16 ± 0.04	1.40 ± 0.03
Tensile energy to break (MJ/m ³)	0.25 ± 0.13	0.43 ± 0.03	0.95 ± 0.02
K ₁₀ (MPa m ^{1/2})	1.49 ± 0.17	2.25 ± 0.10	4.58 ± 0.25

^a Taken from Ref. [2].

จากงานวิจัยของ Milan Kracalik และคณะ [33] ได้ทำการศึกษาผลของการเติมเส้นใยแก้วใน PET รีไซเคิล ที่มีผลต่อสมบัติการไหล สมบัติทางความร้อน และสมบัติเชิงกล โดยปริมาณของเส้นใยแก้วที่เติมลงไปมีปริมาณ 15, 20 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาโดยเทคนิค SEM จากการเติมเส้นใยแก้วที่ปริมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่ามีการกระจายตัวของเส้นใยแก้วอย่างสม่ำเสมอ และจากการศึกษาสมบัติการไหลของวัสดุคอมพอสิต พบว่าการเติมเส้นใยแก้วปริมาณมากขึ้น ส่งผลให้ค่าความหนืดเพิ่มขึ้น และทำให้วัสดุคอมพอสิตมีพฤติกรรมแบบ elastic solid เพิ่มขึ้น นอกจากนี้จากการศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุพบว่าการเติมเส้นใยแก้วที่ปริมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ส่งผลให้วัสดุคอมพอสิตมีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุด ดังผลในตารางที่ 2.11

ตารางที่ 2.11 แสดงสมบัติเชิงกลของวัสดุคอมพอสิต [33]

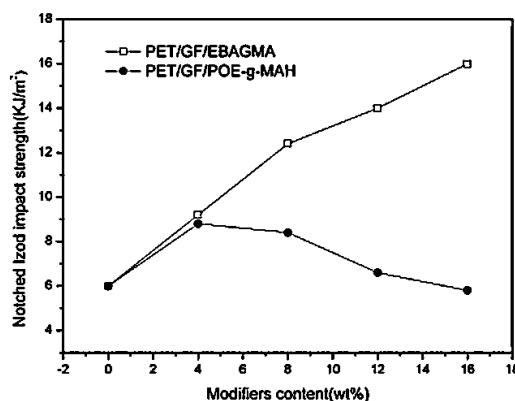
Properties	W 5167	W 6187	W 5455
Tensile strength (MPa)	110	113	121.7
S_x	1.2	1.3	1.5
Elongation at break (%)	2.6	2.2	2.2
S_x	0.1	0.1	0.1
Tensile modulus (MPa)	8,200	10,290	13,900
S_x	52	162	170
Flexural modulus (MPa)	7,900	9,377	12,650
S_x	47	57	151
Impact strength (kJ/m ²)	32	43.3	36.6
S_x	3.1	4.2	3.7
Notch Impact strength (kJ/m ²)	4.6	6.6	6.6
S_x	2.1	3.3	3.3

โดยที่ W 5167 เป็นการเติมเส้นใยแก้วปริมาณ 15%wt. ใน rPET

W 6187 เป็นการเติมเส้นใยแก้วปริมาณ 20%wt. ใน rPET

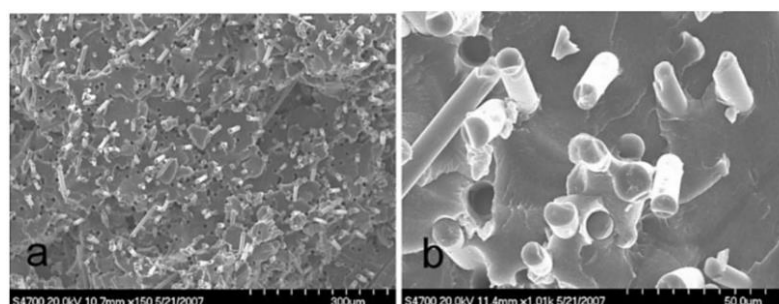
W 5455 เป็นการเติมเส้นใยแก้วปริมาณ 30 wt% ใน rPET

งานวิจัยของ Hongyuan Cheng และคณะ [34] ได้ศึกษาวัสดุคอมพอสิต PET รีไซเคิลที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว amine silane โดยปรับปรุงความเหนียวของวัสดุด้วย ethylene butyl acrylate-glycidyl methacrylate copolymer (EBAGMA) และ maleic anhydride grafted polyethylene-octene ซึ่งมีอัตราส่วน PET/GF เป็น 70/30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากการทดสอบสมบัติเชิงกลของวัสดุ จากภาพที่ 2.26 กราฟแสดงค่า notched impact-strength ของวัสดุที่มีการปรับเปลี่ยนปริมาณของสารเติมแต่ง พบว่าค่า impact strength ของ PET/GF มีค่าต่ำ 6.0 กิโลจูล/ตารางเมตร และมีค่าสูงขึ้นเมื่อมีการเติม EBAGMA หรือ POE-g-MAH ในปริมาณสูงขึ้น ในสูตร PET/GF/POE-g-MAH มีค่า impact strength สูงสุดที่ปริมาณการเติม POE-g-MAH 4 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก แต่ในขณะสูตร PET/GF/EBAGMA มีค่า impact strength สูงขึ้นเรื่อยๆ ตามปริมาณการเติมที่เพิ่มขึ้น ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าการเติม EBAGMA สามารถปรับปรุงความเหนียวของวัสดุคอมพอสิตได้ดีกว่าการเติม POE-g-MAH

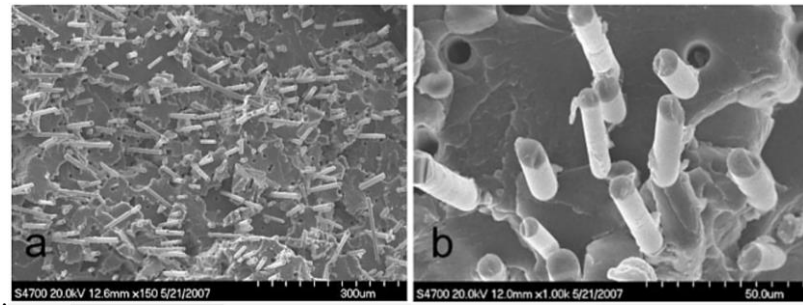


ภาพที่ 2.26 แสดงค่า impact strength ของ PET/GF ตามปริมาณการเติม EBAGMA และ POE-g-MAH

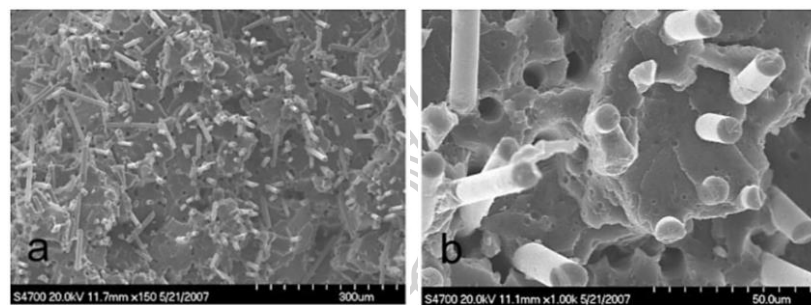
จากการศึกษาลักษณะสัณฐานของวัสดุด้วยเทคนิค SEM โดยจากภาพที่ 2.27 แสดงลักษณะพื้นผิวการแตกหักของภาพตัดขวาง PET/GF binary blends พบว่าเกิดช่องว่างจากการหลุดออกของเส้นใยแก้ว และบริเวณพื้นผิวของเส้นใยแก้วค่อนข้างเรียบ แต่มีพอลิเมอร์บางส่วนติดอยู่บริเวณพื้นผิวเส้นใยแก้ว และไม่มีช่องว่างรอบบริเวณเส้นใยแก้ว แสดงให้เห็นว่าเส้นใยแก้วถูกยึดติดได้ดีกับ PET เป็นผลมาจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างหมู่ปลาย carboxyl ของ PET กับหมู่ amine ของสารเชื่อมประสานไซเลนที่เคลือบบนผิวของเส้นใยแก้ว แต่อย่างไรก็ตาม PET/GF มีความเปราะเนื่องจาก PET ริโซเคิลมีความเหนียวน้อยมาก แต่เมื่อ PET/GF ที่เติม EBAGMA หรือ POE-g-MAH ปริมาณ 4 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าการเติม EBAGMA ช่วยปรับปรุงความเข้ากันได้ดีกว่าการเติม POE-g-MAH เป็นผลมาจากการหมู่ epoxide ของ EBAGMA สามารถเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ปลาย carboxyl ของ PET และหมู่ amine ของสารเชื่อมประสานไซเลนที่เคลือบบนผิวเส้นใยแก้วได้ ในทางกลับกัน maleic anhydride ของ POE-g-MAH ชอบเข้าทำปฏิกิริยาเพียงกับหมู่ amine ของสารเชื่อมประสานไซเลน ซึ่งแสดงผลในภาพที่ 2.28 และภาพที่ 2.29



ภาพที่ 2.27 SEM micrograph ของพื้นผิวแตกหักของ recycled PET/GF binary blends



ภาพที่ 2.28 SEM micrograph ของพื้นผิวแตกหักของ PET/GF/EBAGMA (66/60/4 wt%)



ภาพที่ 2.29 SEM micrograph ของพื้นผิวแตกหักของ PET/GF/POE-g-MAH (66/60/4 wt%)



บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย (Research methodology)

3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

- 3.1.1 พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (Poly(ethylene terephthalate), PET) จากขวดพลาสติกที่ใช้แล้ว (post-consumer plastic bottle) ตราศิลปินากร
- 3.1.2 ไนลอน 6 (Nylon 6, Zytel® 7331J NC010) เกรดฉีด จากบริษัท DuPont
- 3.1.3 Ethylene/butyl acrylate/glycidyl methacrylate copolymers (E/BA/GMA) หรือ Elvaloy ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท เคมี อินโนเวชั่น จำกัด
- 3.1.4 เส้นใยแก้วสั้น ความยาว 6 มิลลิเมตร ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท คอนกรีต คอมพอสิต จำกัด
- 3.1.5 ฟีนอล (Phenol)
- 3.1.6 1,1,2,2 tetrachloroethane
- 3.1.7 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
- 3.1.8 น้ำกลั่น (Distilled water)
- 3.1.9 สารเชื่อมประสานซิลิโคน (3-Trimethoxysilyl)propyl methacrylate (TMSPM) จากบริษัท Sigma-Aldrich
- 3.1.10 สารเชื่อมประสานซิลิโคน (3-Aminopropyl)trimethoxy silane (APTMS) จากบริษัท Sigma-Aldrich
- 3.1.11 สารเชื่อมประสานซิลิโคน 3-Glycidyloxypropyltrimethoxy silane (GPTMS) จากบริษัท Sigma-Aldrich
- 3.1.12 เอทานอล (Ethanol)
- 3.1.13 กรดอะซิติก (acetic acid)

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงานทดสอบ

- 3.2.1 เครื่องบดพลาสติก (Plastic grinder) ยี่ห้อ Bosco รุ่น BG 2523 ประเทศไทย
- 3.2.3 เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (Twin screw extruder) รุ่น SHJ-25 บริษัท Yongteng ประเทศจีน
- 3.2.4 เครื่องตัดเม็ดพลาสติก (Pelletizer)
- 3.2.5 เครื่องฉีดขึ้นรูปพลาสติก (Injection molding) รุ่น PS40E5ASE ผลิตโดยบริษัท Nissei ประเทศญี่ปุ่น

3.2.6 เครื่องอัดรีดแผ่นพลาสติก (Cast sheet extrusion) รุ่น LBE20-30/P ผลิตโดยบริษัท Labtech engineering company LTD ประเทศไทย

3.2.7 ตู้อบสูญญากาศ

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

3.3.1 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (Fourier transformation infrared spectroscope) รุ่น Vertex 70 บริษัท Bruker ประเทศเยอรมนี

3.3.2 เครื่อง Brabender internal mixer รุ่น W-50EHT บริษัท Brabender ประเทศเยอรมนี

3.3.3 เครื่อง Melt Flow Indexer รุ่น Galaxy Melt D7050 บริษัท Kayeness Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.4 Ubbelohde viscometer size 1B บริษัท Cannon Instrument ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.5 เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางกลเชิงไดนามิกส์ (Dynamic Mechanical Analyzer, DMA) รุ่น EPLEXOR 100 N บริษัท NETZSCH GABO ประเทศเยอรมนี

3.3.6 เครื่อง Differential scanning calorimeter (DSC) รุ่น Pyris 1 บริษัท Perkin Elemer ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.7 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล (Universal testing machine) รุ่น 5969 บริษัท Instron Engineering Corporation ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.8 เครื่องทดสอบวัสดุแบบตีหรือกระแทก (Impact Tester) ชื่อทางการค้า Swick รุ่น Pendulum Impact Tester B5102.202 4 J ประเทศออสเตรเลีย

3.3.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) รุ่น MIRA3 บริษัท TESCAN ประเทศเชคโกสโลวาเกีย

3.4 วิธีดำเนินงานวิจัย

3.4.1 การเตรียมและการพิสูจน์เอกลักษณ์ RPET จากขวด (RPET) โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.4.1.1 การเตรียม RPET จากขวดพลาสติกเหลือใช้ตราศิลปิน โดยทำการลอกฉลากออก จากนั้นทำการตัดส่วนหัวและส่วนท้ายของขวดออก แล้วทำการล้างตัวขวดให้สะอาด หลังจากนั้นนำขวดไปตากแดดเพื่อให้แห้ง แล้วจึงทำการบีบขวดให้แน่นเพื่อนำไปเข้าเครื่องบดพลาสติก (grinder) ซึ่งจะได้เป็น flake ที่มีลักษณะเป็นแผ่นเล็กๆ ดังแสดงในภาพที่ 3.1



ภาพที่ 3.1 Recycled PET flake

3.4.1.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ RPET

3.4.1.2.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ ด้วยเทคนิค FTIR (Fourier transform spectroscopy)

เพื่อทำการศึกษาหมู่ฟังก์ชันของ RPET เริ่มจากเตรียม KBr disc โดยบด RPET ผสมกับผงโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ในอัตราส่วน 1:9 แล้วทำการทดสอบโดยเครื่อง Fourier transform spectroscopy ดังภาพที่ 3.2 ด้วยคลื่น IR ในช่วงเลขคลื่น $400-4000\text{ cm}^{-1}$



ภาพที่ 3.2 เครื่อง Fourier transform spectroscopy

3.4.1.2.2 การวัดค่าดัชนีการไหล (Melt flow index, MFI)

เพื่อทดสอบหาค่าดัชนีการไหล (Melt flow index, MFI) ด้วยเครื่อง Melt flow indexer ดังในภาพที่ 3.3 ที่อุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียส และที่น้ำหนักกด 2.16 กิโลกรัม ตามมาตรฐาน ASTM D1238



ภาพที่ 3.3 เครื่อง Melt flow indexer

3.4.1.2.3 การวัด intrinsic viscosity $[\eta]$

เพื่อศึกษาข้อมูลเกี่ยวกับน้ำหนักโมเลกุลของ RPET ได้โดยการหาค่า intrinsic viscosity $[\eta]$ ด้วยเครื่อง Ubbelohde viscometer โดนเริ่มจากการละลายตัวอย่างให้มีความเข้มข้น 0.5 กรัม/เดซิลิตร ในตัวทำละลายผสม phenol/1,1,2,2- tetrachoroethane (60/40 w/w) ที่อุณหภูมิ 110 ± 10 องศาเซลเซียส ตามมาตรฐาน ISO 1628-5 และทำการคำนวณหาค่า $[\eta]$ ได้จากความสัมพันธ์ของ Billmeyer จากสมการที่ 3.1

$$\eta = 0.25 \times \left(\frac{\eta_r - 1 + 3 \ln \eta_r}{c} \right) \quad (\text{สมการที่ 3.1})$$

โดยที่ η_r	คือ ความหนืดสัมพัทธ์ (relative viscosity) ซึ่งมีค่าเท่ากับ t/t_0
t	คือ เวลาของการไหลของสารละลายเฉลี่ย (หน่วยวินาที)
t_0	คือ เวลาของการไหลของตัวทำละลายเฉลี่ย (หน่วยวินาที)
C	คือ ความเข้มข้นของสารละลาย (หน่วยกรัม/เดซิลิตร)

3.4.2 การศึกษาอิทธิพลของปริมาณการเติม Reactive compatibilizer ที่มีต่อสมบัติต่างๆ ของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 จะแสดงดังภาพที่ 3.11 โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.4.2.1 อบเม็ดพลาสติก PA6 ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง, อบ RPET ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และอบ Elvaloy (EBM) ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้นและป้องกันการเกิดปฏิกิริยา Hydrolysis ระหว่างการหลอมผสม โดยต้องทำการอบก่อนนำมาหลอมผสมด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (twin-screw extruder) ดังแสดงในภาพที่ 3.4 โดยใช้อุณหภูมิในการหลอมผสมในช่วง 200 - 280 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบในการผสม 150 รอบ/นาที โดยผสม RPET/PA6 ที่สัดส่วนคงที่ และจะทำการปรับปรุงสมบัติด้วยการผสม EBM ซึ่งทำหน้าที่เป็น reactive compatibilizer ที่ปริมาณ 1, 3 และ 5 phr



ภาพที่ 3.4 เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (twin screw extruder)

3.4.2.2 นำ RPET/PA6/EBM ในอัตราส่วนต่างๆ ที่ได้จากเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่มาตัดให้เป็นเม็ดด้วยเครื่องตัดเม็ด (pelletizer) จากนั้นนำเม็ดพลาสติกที่ได้ไปอบไล่ความชื้นในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ก่อนนำไปขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีดขึ้นรูป (Injection molding)

3.4.2.3 ฉีดขึ้นรูปฟิล์มด้วยเครื่อง Injection molding โดยใช้อุณหภูมิในช่วง 225-250 องศาเซลเซียส โดยอุณหภูมิแม่พิมพ์อยู่ที่ 80 องศาเซลเซียส โดยเตรียมชิ้นงานแบบดัมเบลล์ (dumbbell) และแบบ rectangular เพื่อใช้ในการทดสอบสมบัติการดึงยืด (tensile test) สมบัติความต้านทานต่อแรงกระแทก (impact test) และทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกส์ด้วยเครื่อง DMTA ต่อไป

3.4.2.4 การทดสอบสมบัติต่างๆ ของ RPET/PA6/EBM

3.4.2.4.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FTIR (Fourier transform spectroscopy)

เพื่อทำการศึกษาหมู่ฟังก์ชันของ RPET/PA6/EBM เริ่มจากเตรียม KBr disc โดยบด RPET/PA6/EBM ผสมกับผงโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ในอัตราส่วน 1:9 แล้วทำการทดสอบด้วยคลื่น IR ในช่วงเลขคลื่น $400-4000\text{ cm}^{-1}$

3.4.2.4.2 การศึกษาปฏิกิริยาการหลอมผสม (Reactive processing)

การศึกษาค่าทอร์ก (Torque) ของการหลอมผสมด้วยเครื่อง Brabender internal mixer ดังในภาพที่ 3.5 โดยใช้อุณหภูมิการหลอมผสมที่ 260 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบในการผสม 50 รอบ/นาที เป็นเวลา 10 นาที



ภาพที่ 3.5 เครื่อง Brabender internal mixer

3.4.2.4.3 การทดสอบสมบัติการไหล (Rheological property)

การทดสอบหาค่าดัชนีการไหล (Melt flow index, MFI) ด้วยเครื่อง Melt flow indexer ที่อุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียส และที่น้ำหนักกด 2.16 กิโลกรัม ตามมาตรฐาน ASTM D1238

3.4.2.4.4 การวัด intrinsic viscosity $[\eta]$

เพื่อศึกษาหาค่า intrinsic viscosity $[\eta]$ ด้วยเครื่อง Ubbelohde viscometer และคำนวณหาค่า $[\eta]$ ได้จากสมการที่ 3.1

3.4.2.4.5 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลแบบพลวัต (Dynamic mechanical thermal analysis)

เพื่อศึกษา Dynamic mechanical thermal property ด้วยเครื่อง Dynamic mechanical thermal analyzer ดังแสดงในภาพที่ 3.6 โดยใช้โหมด 3-point bending mode

ที่ความถี่ 1 เฮิรตซ์ โดยทดสอบที่อุณหภูมิช่วง 0 ถึง 200 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 3 องศาเซลเซียส/นาที่ ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน



ภาพที่ 3.6 เครื่อง Dynamic mechanical thermal property (DMTA)

3.4.2.4.6 การศึกษาสมบัติทางความร้อนและหาปริมาณผลึกของชิ้นงานตัวอย่างด้วยเทคนิค DSC (Differential scanning calorimetry)

เพื่อศึกษาอุณหภูมิการตกผลึกใหม่ขณะให้ความร้อน (T_c) อุณหภูมิการตกผลึก (T_d) อุณหภูมิการหลอมเหลวผลึก (T_m) และหาปริมาณผลึกของตัวอย่าง ด้วยเครื่อง Differential scanning calorimetry ดังแสดงในภาพที่ 3.7 โดยเตรียมตัวอย่างน้ำหนักประมาณ 5 มิลลิกรัม แล้วทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 30-280 องศาเซลเซียส อัตราเร็วในการให้ความร้อนและลดอุณหภูมิเท่ากับ 5 องศาเซลเซียส/นาที่ ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน



ภาพที่ 3.7 เครื่อง Differential scanning calorimetry (DSC)

3.4.2.4.7 การทดสอบสมบัติเชิงกล (Mechanical property)

- Tensile test : เพื่อศึกษาสมบัติการดึงยึดของชิ้นงานตัวอย่างรูปดัมเบลล์ ด้วยเครื่อง Universal testing machine ดังแสดงในภาพที่ 3.8 ตามมาตรฐาน ASTM D638 type I โดย

ชิ้นงานตัวอย่างที่ใช้เป็นชิ้นงานรูปดัมเบลล์ (dumbbell) โดยให้โหลด 5 กิโลนิวตัน ที่อัตราเร็วในการดึง 10 มิลลิเมตร/นาที



ภาพที่ 3.8 เครื่องทดสอบสมบัติของวัสดุแบบทั่วไป (Universal testing machine)

- Impact test

เพื่อศึกษาสมบัติความต้านทานต่อแรงกระแทกของชิ้นงานตัวอย่างด้วย Unnotched Izod Impact tester ดังแสดงในภาพที่ 3.9 ตามมาตรฐาน ASTM D256 โดยใช้ค้อนขนาด 1 จูลในการทดสอบ



ภาพที่ 3.9 เครื่องทดสอบการกระแทก (Impact tester)

3.4.2.4.8 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา (Morphology) ด้วยเทคนิค SEM (scanning electron microscopy)

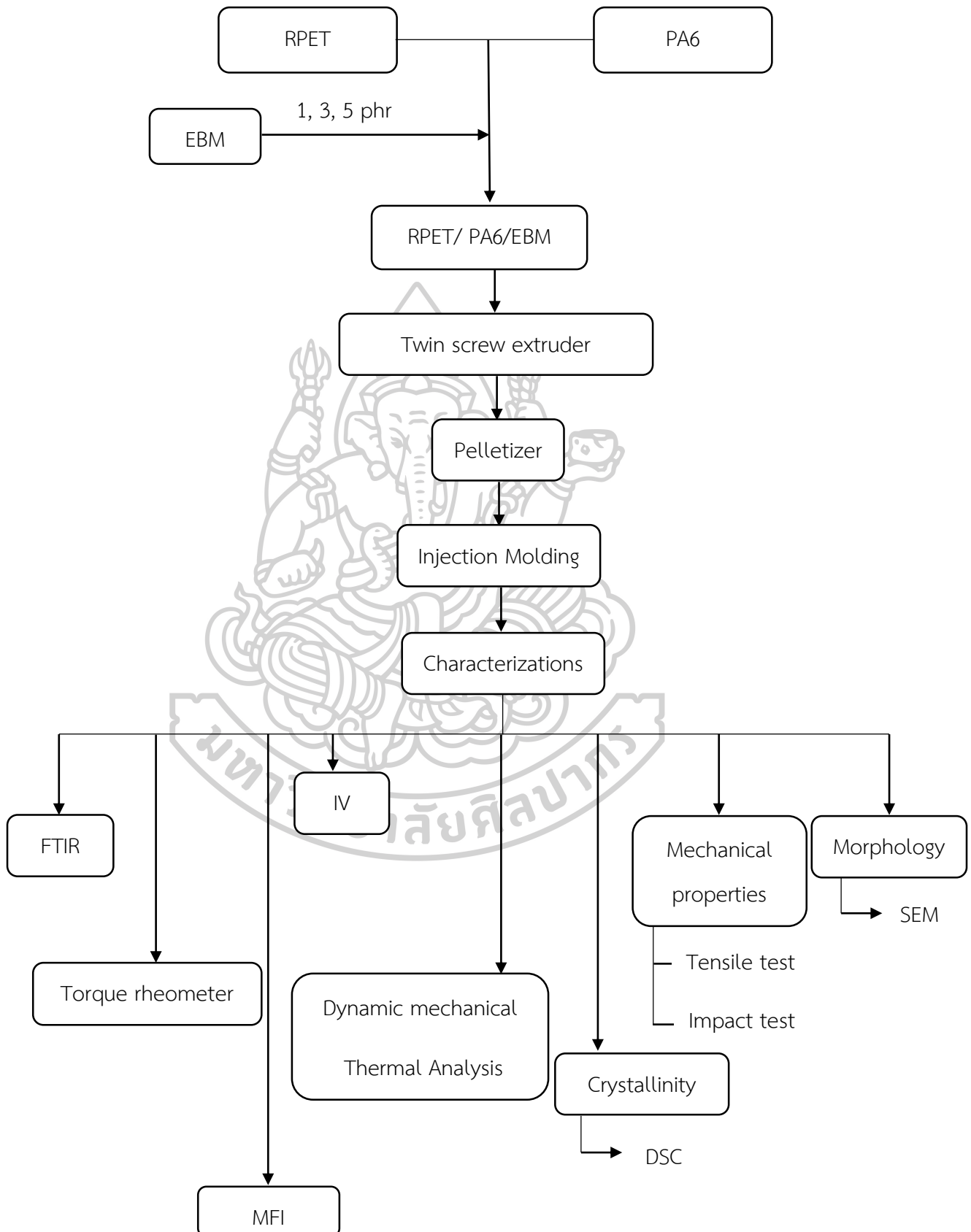
เพื่อศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) ดังแสดงในภาพที่ 3.10 โดยการนำชิ้นงานตัวอย่างฉีด (injection molding sample part) ไปแช่ในไนโตรเจนเหลวเป็นเวลา 30-45 นาที เพื่อให้ชิ้นงานแข็งตัวแล้วนำมาทำให้แห้งอย่างรวดเร็ว จากนั้นนำชิ้นงานที่แห้งมาเคลือบด้วยแพลทตินัม-ทอง ด้วยกระบวนการ sputtering เพื่อเลี่ยงการสะสมประจุขณะทำการทดสอบ ภายใต้การให้ศักย์ไฟฟ้า (voltage) เท่ากับ 15 กิโลวัตต์



ภาพที่ 3.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)



ภาพที่ 3.11 แสดงขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมและการขึ้นรูป RPET/PA6/EBM

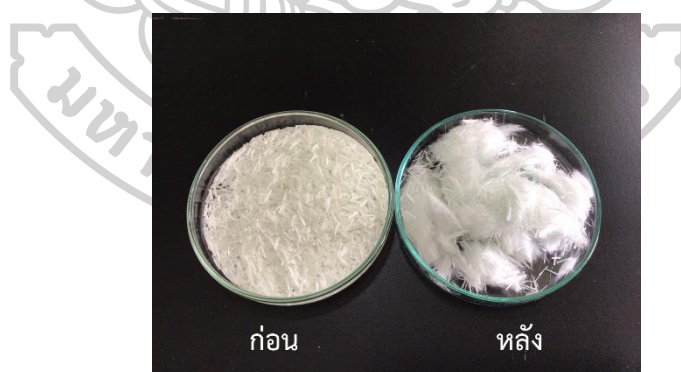


3.4.3 การศึกษาอิทธิพลชนิดของสารเชื่อมประสานไซเลนที่ใช้ปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วที่มีต่อสมบัติต่างๆ ของพอลิเมอร์คอมพอสิต จะแสดงดังภาพที่ 3.15 โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

ในขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาผลของชนิดของสารเชื่อมประสานไซเลนต่อสมบัติต่างๆ ของพอลิเมอร์คอมพอสิต PET/PA6 ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้ว โดยมีสารเชื่อมประสานไซเลนแตกต่างกัน 3 ชนิด ที่ใช้ในการปรับปรุงพื้นผิวของเส้นใยแก้ว โดยเลือกสูตรที่มีการเติม EBM ซึ่งเป็น Reactive compatibilizer ที่ปริมาณเหมาะสมที่ได้จากหัวข้อที่ 3.4.2

3.4.3.1 การปรับสภาพผิวของเส้นใยแก้วด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) และสารเชื่อมประสานไซเลน 3 ชนิด

นำเส้นใยแก้วแช่ในสารละลาย NaOH แล้วทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทำการล้างด้วยน้ำกลั่น และทำการสะเทินด้วย acetic acid แล้วนำเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นนำเส้นใยแก้วที่ได้มาปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารละลายสารเชื่อมประสานไซเลน 3 ชนิด ได้แก่ (3-Trimethoxysilyl) propyl methacrylate (TMSPM), (3-Aminopropyl) trimethoxy silane (APTMS) และ (3-Glycidyloxypropyl) trimethoxy silane (GPTMS) ในน้ำกลั่น โดยความเข้มข้นของสารละลายสารเชื่อมประสานไซเลนที่ใช้ คือ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นล้างเส้นใยแก้วด้วยเอทานอลและน้ำกลั่น แล้วนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง โดยมีสภาพเส้นใยแก้วดังแสดงในภาพที่ 3.12



ภาพที่ 3.12 สภาพเส้นใยแก้วก่อนและหลังปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน

3.4.3.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์เส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อม-ประสานไซเลน

3.4.3.2.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FTIR (Fourier transform spectroscopy)

เพื่อยืนยันการปรับปรุงพื้นผิวของเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน เริ่มจากเตรียม KBr disc โดยบดเส้นใยแก้วผสมกับผงโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ในอัตราส่วน 1:9 แล้วทำการทดสอบด้วยคลื่น IR ในช่วงเลขคลื่น $400-4000\text{ cm}^{-1}$

3.4.3.3 ขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิต RPET, PA6 และเส้นใยแก้ว ดังนี้

ในขั้นตอนนี้อัตราส่วนของพอลิเมอร์ผสมระหว่าง RPET และ PA6 คงที่และปริมาณเส้นใยแก้วที่ใช้คือ 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

สูตรที่ 1 RPET/PA6/EBM/GF ; โดยทำการหลอมผสม RPET, PA6, เส้นใยแก้วที่ไม่ได้ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน และ reactive compatibilizer ปริมาณที่เหมาะสมจากตอนที่ 3.4.2 พร้อมกันทั้งหมด

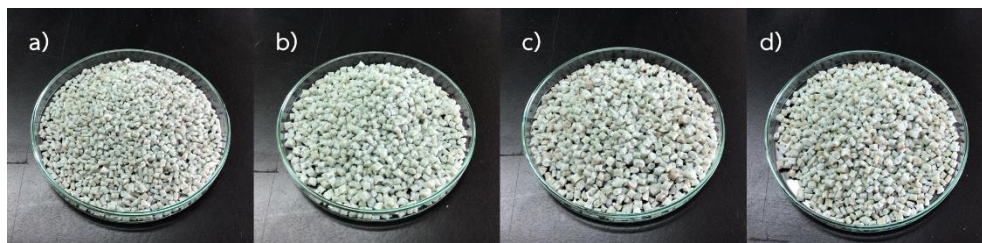
สูตรที่ 2 RPET/PA6/EBM/ GPTMS-GF ; โดยทำการหลอมผสม RPET, PA6, เส้นใยแก้วที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน (3-Trimethoxysilyl)propyl methacrylate และ reactive compatibilizer ปริมาณที่เหมาะสมจากตอนที่ 3.4.2 พร้อมกันทั้งหมด

สูตรที่ 3 RPET/PA6/EBM/APTMS-GF ; โดยทำการหลอมผสม RPET, PA6, เส้นใยแก้วที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน (3-Aminopropyl) trimethoxy silane และ reactive compatibilizer ปริมาณที่เหมาะสมจากตอนที่ 3.4.2 พร้อมกันทั้งหมด

สูตรที่ 4 RPET/Nylon 6/EBM/ TMSPM-GF ; โดยทำการหลอมผสม RPET, PA6, เส้นใยแก้วที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน (3-Glycidylxypropyl)trimethoxy silane และ reactive compatibilizer ปริมาณที่เหมาะสมจากตอนที่ 3.4.2 พร้อมกันทั้งหมด

3.4.3.4 นำ RPET/PA6/EBM/GF ที่ได้จากเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่มาตัดให้เป็นเม็ดด้วยเครื่องตัดเม็ด (pelletizer) โดยมีลักษณะเม็ด pellet ดังแสดงในภาพที่ 3.13 จากนั้นนำเม็ดพลาสติกที่ได้ไปอบไล่ความชื้นในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ก่อนนำไปขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดแผ่นพลาสติก (Cast- sheet extrusion) ซึ่งการขึ้นรูปขึ้นงานตัวอย่างของ

งานวิจัยในส่วนที่สามนี้ มีการเปลี่ยนแปลงไปจากที่เสนอไว้ในข้อเสนองานวิจัย เนื่องจากภาวะการระบาดของโควิด-19 ทำให้ไม่สามารถส่งชิ้นงานไปขึ้นรูปโดยเครื่องฉีดขึ้นรูปได้ จึงเปลี่ยนเป็นการขึ้นรูปด้วยการอัดรีดฟิล์มแทน



ภาพที่ 3.13 เม็ดคอมพอสิต (a) RPET/PA6/EBM/GF, (b) RPET/PA6/EBM/TMSPM-GF, (c) RPET/PA6/EBM/APTMS-GF และ (d) RPET/PA6/EBM/GPTMS-GF

3.4.3.5 ขึ้นรูปด้วยเครื่อง Cast sheet extruder ดังแสดงในภาพที่ 3.14 โดยใช้อุณหภูมิในช่วง 225-270 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบสกรูประมาณ 50-60 รอบต่อนาที ความเร็วรอบของลูกกลิ้งหล่อเย็นประมาณ 1.0-2.0 รอบต่อนาที โดยชิ้นงานที่ได้เป็นแผ่นซีทที่มีความหนาประมาณ 0.9-1 มิลลิเมตร และอุณหภูมิของลูกกลิ้งหล่อเย็นอยู่ที่ 80 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 3.14 เครื่องหล่ออัดรีดแผ่นฟิล์ม (cast film extruder)

3.4.3.6 การทดสอบสมบัติต่างๆ ของของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้ว ที่ผ่านและไม่ผ่านปรับปรุงเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน

3.4.3.6.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FTIR (Fourier transform spectroscopy) เพื่อทำการศึกษามุมฟังก์ชันของพอลิเมอร์คอมพอสิต เริ่มจากการเตรียม KBr disc โดยบดพอลิเมอร์คอมพอสิตผสมกับผงโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ในอัตราส่วน 1:9 แล้วทำการทดสอบด้วยคลื่น IR ในช่วงเลขคลื่น $400-4000\text{ cm}^{-1}$

3.4.3.6.2 การศึกษาปฏิกิริยาการหลอมผสม (Reactive processing) เพื่อศึกษาค่าทอร์ก (Torque) ของการหลอมผสมด้วยเครื่อง Brabender internal mixer โดยใช้อุณหภูมิการหลอมผสมที่ 260 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบในการผสม 50 รอบ/นาที เป็นเวลา 10 นาที

3.4.3.6.3 การทดสอบสมบัติการไหล (Rheological property) เพื่อทดสอบหาค่าดัชนีการไหล (Melt flow index, MFI) ด้วยเครื่อง Melt flow indexer ที่อุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียส และที่น้ำหนักกด 2.16 กิโลกรัม ตามมาตรฐาน ASTM D1238

3.4.3.6.4 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลแบบพลวัต (Dynamic mechanical thermal analysis) เพื่อศึกษา Dynamic mechanical thermal property ด้วยเครื่อง Dynamic mechanical thermal analyzer โดยใช้โหมด tension mode ที่ความถี่ 1 เฮิรตซ์ โดยทดสอบที่อุณหภูมิช่วง 0-200 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 3 องศาเซลเซียส/นาที ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน

3.4.3.6.5 การศึกษาพฤติกรรมการคืบ (Creep behavior) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต เพื่อศึกษาพฤติกรรมการคืบของชิ้นงานตัวอย่างด้วยเครื่อง Dynamic mechanical thermal analyzer ทำการทดสอบ creep ด้วยโหมด tension mode ที่ความถี่ 1 เฮิรตซ์ ที่อุณหภูมิการทดสอบ 40 องศาเซลเซียส

3.4.3.6.6 การศึกษาสมบัติทางความร้อนและหาปริมาณผลึกของชิ้นงานตัวอย่างด้วยเทคนิค DSC (Differential scanning calorimetry) เพื่อศึกษาอุณหภูมิการตกผลึกใหม่ขณะให้ความร้อน (T_{cc}) อุณหภูมิการตกผลึก (T_c) อุณหภูมิการหลอมเหลวผลึก (T_m) และหาปริมาณผลึกของตัวอย่าง โดยเตรียมตัวอย่างน้ำหนักประมาณ 5 มิลลิกรัม แล้วทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 30-280 องศาเซลเซียส อัตราเร็วในการให้ความร้อนและลดอุณหภูมิ เท่ากับ 5 องศาเซลเซียส/นาที ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน

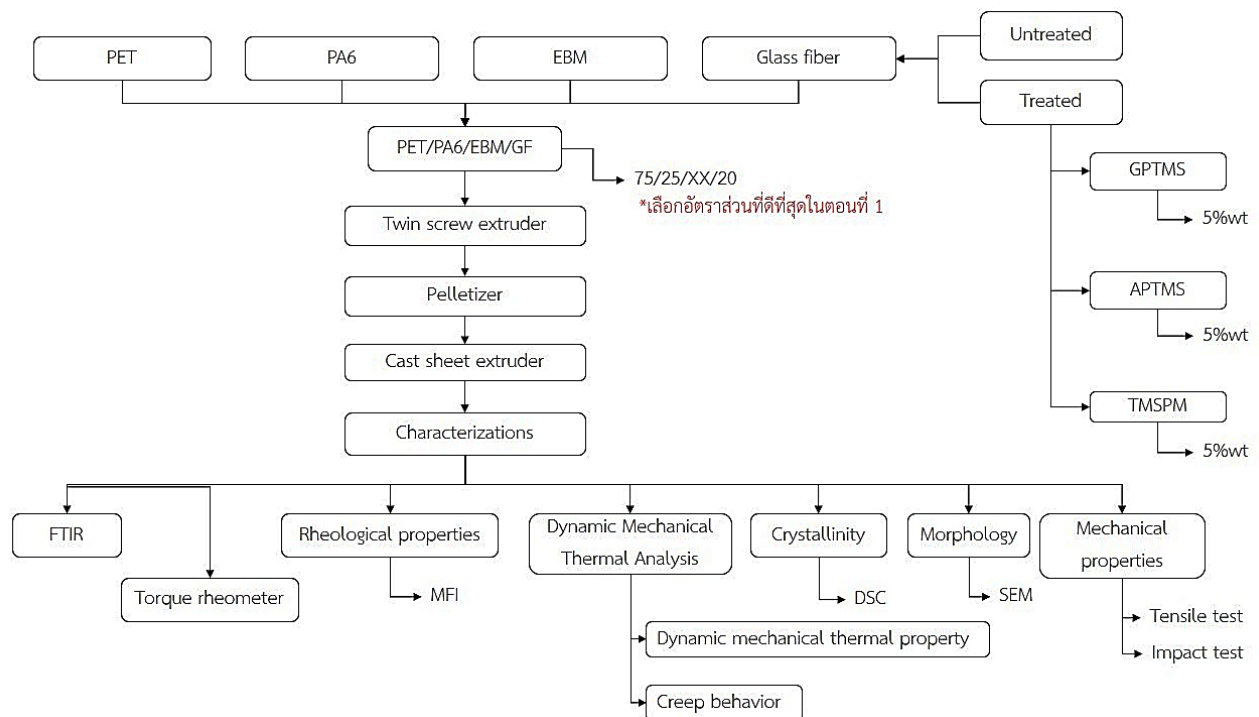
3.4.3.6.7 การทดสอบสมบัติเชิงกล (Mechanical property)

เพื่อศึกษาสมบัติการดึงยึดของแผ่นซีทตัวอย่างด้วยเครื่อง Universal testing machine ตามมาตรฐาน ASTM D882 โดยให้โหลด 5 กิโลนิวตัน ที่อัตราเร็วในการดึง 50 และ 200 มิลลิเมตร/นาที

3.4.3.6.8 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา (Morphology)

เพื่อศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) โดยการนำชิ้นงานตัวอย่างแผ่นซีทไปแช่ในไนโตรเจนเหลวเป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้ชิ้นงานแข็งตัวแล้วนำมาทำให้หักอย่างรวดเร็ว จากนั้นนำชิ้นงานที่หักมาเคลือบด้วยแพลทตินัม-ทอง ด้วยกระบวนการ sputtering เพื่อเลี่ยงการสะสมประจุขณะทำการทดสอบ ภายใต้การให้ศักย์ไฟฟ้า (voltage) เท่ากับ 15 กิโลวัตต์

ภาพที่ 3.15 แสดงขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตและการขึ้นรูป RPET/PA6/EBM/GF



บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายในการนำขยะพลาสติกเหลือใช้มารีไซเคิลนำกลับมาใช้ใหม่ โดยพลาสติกเหลือใช้ที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้เป็นขวดน้ำ PET ซึ่งเป็นการลดปริมาณขยะและเพิ่มมูลค่าแก่ขยะพลาสติก แต่เนื่องจากการนำขยะพลาสติกมาหลอมใช้ใหม่นั้นจะทำให้สมบัติเชิงกลต่างๆ แย่ลง ทำให้เป็นไปได้ยากในการจะนำเอาวัสดุรีไซเคิลมาใช้งานในฟังก์ชันต่างๆ ผู้วิจัยจึงมีแนวคิดในการนำเอา PA6 ซึ่งเป็นวัสดุเชิงวิศวกรรมที่มีความเหนียว แข็งแรง และมีความยืดหยุ่นสูง จึงมีสมบัติที่เหมาะสมต่อการนำมาปรับปรุงสมบัติเชิงกลของ recycled PET (RPET) แต่เนื่องจาก RPET และ PA6 ไม่มีความเข้ากันเลย จึงมีแนวคิดในการเติม EBM ซึ่งเป็น reactive compatibilizer ลงไปใน RPET/PA6 (75/25 w/w) โดยมีการปรับเปลี่ยนปริมาณ EBM เป็น 1, 3 และ 5 phr แล้วจึงทำการศึกษาสมบัติการไหล สมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล และลักษณะสัณฐานวิทยา และเมื่อได้ปริมาณ EBM ที่เหมาะสมจะนำไปสู่การเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตที่มีการเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่มีการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน 3 ชนิด ได้แก่ TMSPM, APTMS และ GPTMS เพื่อศึกษาผลของชนิดสารเชื่อมประสานไซเลนที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุ โดยในงานวิจัยจะแบ่งออกเป็น 3 ส่วน ดังนี้

ส่วนที่ 1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ RPET

ส่วนที่ 2 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณการเติม Reactive compatibilizer ในพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6

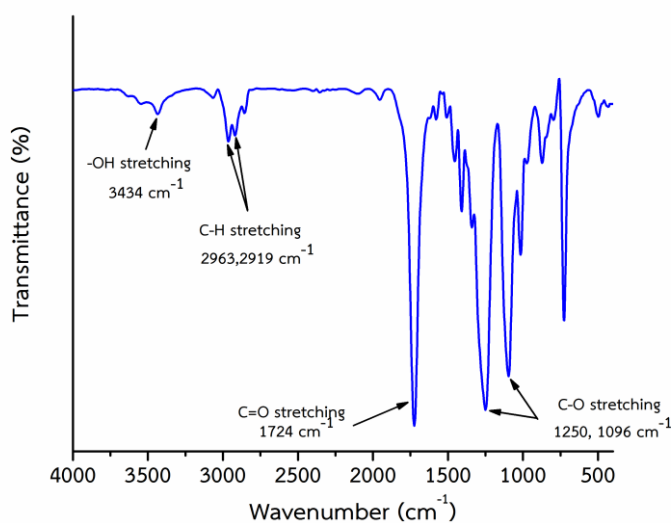
ส่วนที่ 3 ศึกษาอิทธิพลชนิดของสารเชื่อมประสานไซเลนที่ใช้ในการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วที่เสริมแรงในพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6/EBM

4.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ RPET

ในงานวิจัยนี้ได้มีการนำ RPET และ PA6 มาหลอมรวมผสมกัน และใช้ EBM เป็น compatibilizer โดย RPET ที่ใช้ในงานวิจัยเป็น recycled bottle-grade PET ดังนั้นจึงต้องมีการพิสูจน์เอกลักษณ์โดยการศึกษาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค fourier transform spectroscopy (FTIR) และศึกษาความหนืดของพอลิเมอร์หลอมเหลวจากการหาค่า melt flow index (MFI) และหาความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ด้วยการหาค่า intrinsic viscosity $[\eta]$

4.1.1 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค fourier transform spectroscopy (FTIR)

การศึกษาหมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีของ RPET ด้วยเทคนิค FTIR ช่วงเลขคลื่น 400 ถึง 4000 cm^{-1} ดังที่แสดงผลในภาพที่ 4.1 จะพบตำแหน่งเลขคลื่นเอกลักษณ์ที่สำคัญของ RPET ได้แก่ ตำแหน่งเลขคลื่นของ -OH stretching ที่ 3434 cm^{-1} ตำแหน่งเลขคลื่นของ C-H stretching ของ phenyl ring ที่ 3065 cm^{-1} ตำแหน่งเลขคลื่นของ symmetry และ asymmetry C-H stretching ที่ 2963 cm^{-1} และ 2919 cm^{-1} ตามลำดับ ตำแหน่งเลขคลื่นของ C=O stretching ของหมู่ carboxyl ที่เลขคลื่น 1724 cm^{-1} ตำแหน่งเลขคลื่นของ C=C stretching ที่ 1508 cm^{-1} ตำแหน่งเลขคลื่นของ ethylene glycol segment ที่ไม่ได้เกิดปฏิกิริยาพบที่ 1340 cm^{-1} และตำแหน่งเลขคลื่นของ C-O stretching ในหมู่ ester ที่เลขคลื่น 1250 cm^{-1} และ 1096 cm^{-1} ตามลำดับ [35]



ภาพที่ 4.1 IR spectrum ของ RPET ที่ได้จากการทดสอบ FTIR

4.1.2 ความหนืดของพอลิเมอร์หลอมเหลวด้วยการหาค่า melt flow index (MFI)

การศึกษาความหนืดของพอลิเมอร์หลอมเหลว RPET ด้วยการหาค่า melt flow index (MFI) ที่อุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียส และที่น้ำหนักกด 2.16 กิโลกรัม ตามมาตรฐาน ASTM D1238 จากตารางที่ 4.1 พบว่า RPET มีค่า MFI เท่ากับ 56.58 ± 0.74 กรัม/10 นาที ซึ่งมีค่า MFI มากกว่า PET แสดงให้เห็นว่า RPET มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำกว่า PET เนื่องจาก RPET ได้ผ่านกระบวนการรีไซเคิล และเกิดการสลายตัวทางความร้อนบางส่วน จึงส่งผลให้สายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์สั้นลง

ตารางที่ 4.1 ค่า melt flow index [MFI] ของ PET และ RPET

ชิ้นงานทดสอบ	Melt flow index [MFI] (g/10min)
PET	15.91 ± 0.66
RPET	56.58 ± 0.74

4.1.3 ความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ด้วยการหาค่า intrinsic viscosity $[\eta]$

การศึกษาความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ด้วยการวัดค่า intrinsic viscosity $[\eta]$ ตามมาตรฐาน ISO 1628-5 จากตารางที่ 4.2 พบว่า RPET มีค่า $[\eta]$ เท่ากับ 0.83 ± 0.03 dL/g ซึ่งมีความหนืดต่ำกว่า PET อย่างเห็นได้ชัด โดยผลเป็นแนวโน้มเดียวกับค่า MFI ซึ่งยืนยันได้ว่า RPET มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำกว่า PET

ตารางที่ 4.2 ค่า intrinsic viscosity $[\eta]$ ของ PET และ RPET

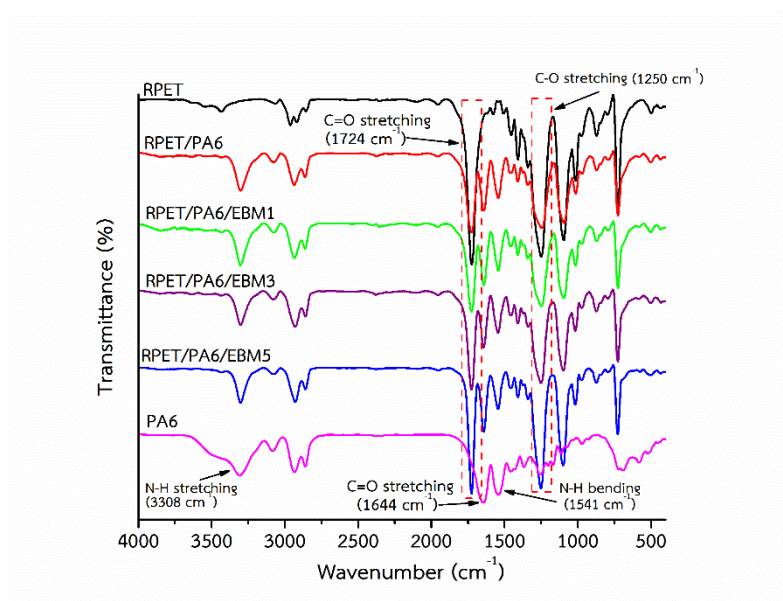
ชิ้นงานทดสอบ	intrinsic viscosity $[\eta]$ (dL/g)
PET	1.07 ± 0.01
RPET	0.83 ± 0.03

4.2 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณการเติม Reactive compatibilizer ในพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6

ในงานวิจัยนี้ได้มีการนำ RPET, PA6 และ EBM มาหลอมรวมผสมกัน โดยปริมาณสัดส่วนของ RPET และ PA6 ที่ใช้ในการผสมเป็น 75/25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักตามลำดับ และมีการปรับเปลี่ยนปริมาณของ EBM ที่ใช้เป็น 1, 3 และ 5 phr ซึ่งจะหลอมผสมด้วยเครื่อง twin-screw extruder ได้เป็นเม็ด pellet แล้วนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์โดยการศึกษาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค fourier transform spectroscopy (FTIR) แล้วทำการศึกษาความหนืดของพอลิเมอร์หลอมเหลวจากการหาค่า melt flow index (MFI) และหาความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ด้วยการหาค่า intrinsic viscosity $[\eta]$ จากนั้นนำเม็ด extrudate ไปฉีดขึ้นรูปด้วยเครื่อง injection molding และนำไปทดสอบสมบัติทางความร้อนแล้วสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6/EBM ต่อไป

4.2.1 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FTIR (fourier transform spectroscopy)

การศึกษาหมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีของ RPET, PA6 และพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ที่มีการเติม EBM ในปริมาณต่างกัน ด้วยเทคนิค FTIR ในช่วงเลขคลื่น 400 ถึง 4000 cm^{-1}

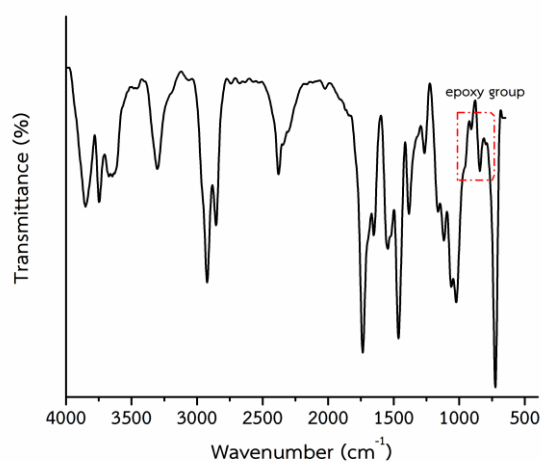


ภาพที่ 4.2 แสดง IR spectrum ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM ที่ได้จากการทดสอบ FTIR

จากภาพที่ 4.2 และตารางที่ 4.3 แสดงให้เห็นว่าเมื่อมีการผสม PA6 ลงใน RPET จะพบตำแหน่งเลขคลื่นเอกลักษณ์ C=O stretching ของ RPET ที่ 1724 cm^{-1} และ PA6 ที่ 1644 cm^{-1} เกิดตำแหน่งเลขคลื่นปรากฏขึ้นเป็น 2 ตำแหน่ง และมีการเลื่อนของตำแหน่งเลขคลื่นเอกลักษณ์ C=O stretching และ N-H stretching อาจเป็นไปได้ว่ามีอาจเกิดปฏิกิริยาการควบแน่น (condensation reaction) ระหว่างหมู่ปลาย amine กับ carboxyl [25] และเมื่อมีการเติม EBM ซึ่งทำหน้าที่เป็น reactive compatibilizer ใน RPET/PA6 ปริมาณ 1, 3 และ 5 phr พบว่าตำแหน่งเลขคลื่นของ C-O stretching ของหมู่ ester ช่วงประมาณ 1100 cm^{-1} มีการเลื่อนไปที่ความยาวคลื่นสูงขึ้นเมื่อเทียบกับสูตรที่ไม่มี EBM แสดงให้เห็นว่าหมู่ epoxide ใน EBM เกิดปฏิกิริยากับหมู่ carboxylic ของพอลิเมอร์ได้ โดยจากตารางที่ 4.4 แสดงอัตราส่วนค่า absorbance intensity ของหมู่ C=O stretching และ C-O stretching เทียบกับหมู่ C-H stretching (C-H stretching เป็นหมู่ฟังก์ชันที่ไม่เกิดปฏิกิริยา) พบว่าการเติม EBM ในปริมาณที่

สูงขึ้นทำให้ปริมาณหมู่ C=O stretching เพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของหมู่ carboxylic ในโครงสร้างของ EBM ตามปริมาณการเติม EBM และยังพบว่าปริมาณของหมู่ C—O stretching เพิ่มขึ้นตามปริมาณการเติม EBM เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยา ring opening ของหมู่ epoxide ใน EBM เข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ปลาย carboxylic ของ RPET แล้วเกิดการเชื่อมต่อกันเป็นพันธะ C—O ดังแสดงในภาพที่ 4.4 ซึ่งเป็นงานวิจัยของ Xiangyu You และคณะ [36] โดยในงานวิจัยได้ทำการหลอมผสมระหว่าง PET กับ PLA ที่มีการเติม chain extender สองชนิด ได้แก่ poly(ethylene-n-butylene-acrylate-co-glycidyl methacrylate) (EBA-GMA) และ poly(styrene-acrylic-co-glycidyl methacrylate) (SA-GMA) ซึ่ง chain extender สองชนิดนี้มีหมู่ epoxide ที่สามารถเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ปลายสายโซ่ carboxylic และหมู่ hydroxyl ของทั้ง PET และ PLA ได้ โดยงานวิจัยดังกล่าวได้ยืนยันว่าการเติม chain extender ดังกล่าว ทำให้ความหนืดของพอลิเมอร์สูงขึ้นเป็นผลจากน้ำหนักโมเลกุลเพิ่มขึ้น

ในขณะที่เดียวกันพบว่าสูตร RPET/PA6/EBM ไม่สังเกตพบตำแหน่งเลขคลื่นช่วง 908 และ 842 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งเลขคลื่นของหมู่ epoxide ใน EBM [37] โดยสามารถสังเกตได้จาก IR spectrum ของ EBM ดังภาพที่ 4.3 เป็นเพราะช่วงตำแหน่งเลขคลื่นดังกล่าวถูกบดบังด้วยตำแหน่งเลขคลื่นของหมู่ฟังก์ชัน RPET และ PA6 นอกจากนี้เป็นไปได้ว่าหมู่ epoxide ได้เข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ -COOH และหมู่ -OH ของ RPET และเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ -COOH และหมู่ -NH ของ PA6 อย่างสมบูรณ์ จึงไม่พบตำแหน่งคลื่นดังกล่าว ซึ่งยืนยันด้วยผลการทดสอบสมบัติเชิงกลได้ว่าเมื่อมีการเติม EBM ใน RPET/PA6 ที่ปริมาณที่มากขึ้น ส่งผลให้วัสดุดังกล่าวมีสมบัติเชิงกลดีขึ้น



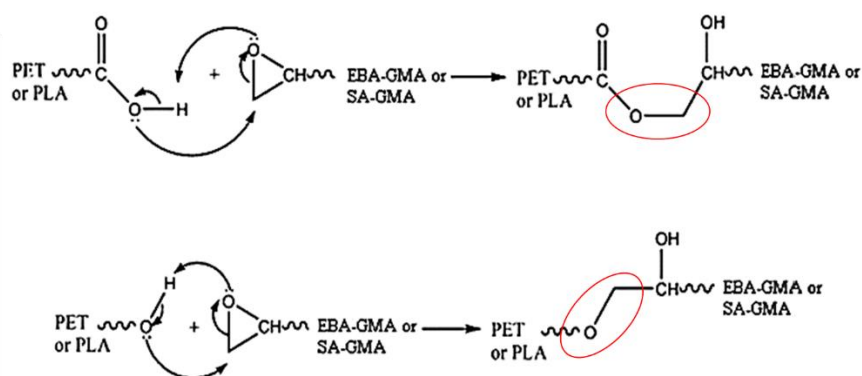
ภาพที่ 4.3 แสดง IR spectrum ของ EBM ที่ได้จากการทดสอบ FTIR

ตารางที่ 4.3 หมู่ฟังก์ชันของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM

ชิ้นงาน ทดสอบ	Wavenumber (cm ⁻¹)					
	O-H stretching	N-H stretching	C-H stretching	C=O stretching	C-O stretching (ester group)	C-H stretching (cyclohexylene ring)
RPET	3434.01	-	2962.69, 2856.43	1724.43	1249.85, 1095.63	973.49
PA6	-	3308.06	2934.27, 2861.03	1644.39	-	970.93
RPET/PA6	3433.03	3302.71	2932.05, 2861.09	1725.85, 1643.24	1252.28, 1092.96	971.14
RPET/PA6/ EBM1	3432.69	3303.02	2932.06, 2861.83	1725.18, 1641.31	1249.55, 1094.60	972.80
RPET/PA6/ EBM3	3433.62	3303.10	2929.57, 2860.29	1725.85, 1642.27	1251.75, 1100.05	972.33
RPET/PA6/ EBM5	3434.16	3302.91	2930.14, 2860.32	1725.94, 1642.92	1250.98, 1097.75	972.35

ตารางที่ 4.4 แสดงอัตราส่วนค่า absorbance intensity ของหมู่ฟังก์ชัน C=O stretching : C-H stretching และหมู่ฟังก์ชัน C-O stretching : C-H stretching ของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM

ชิ้นงานทดสอบ	C=O stretching : C-H stretching	C-O stretching : C-H stretching
RPET/PA6	3.14	2.99
RPET/PA6/EBM1	3.29	3.09
RPET/PA6/EBM3	3.69	3.46
RPET/PA6/EBM5	5.31	5.10

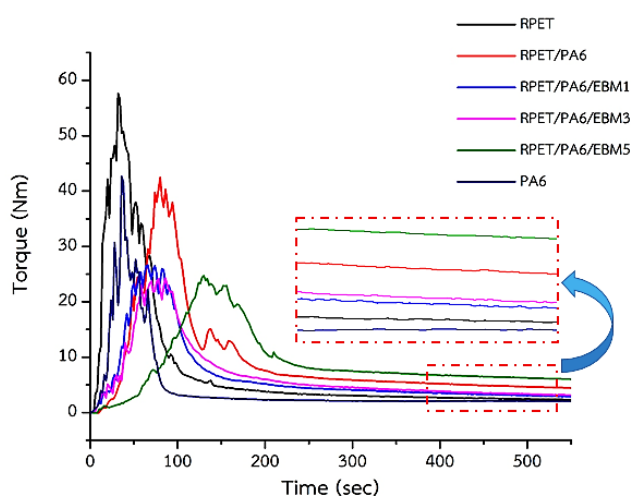


ภาพที่ 4.4 แสดงการเกิดปฏิกิริยาระหว่างหมู่ epoxide ของ chain extender กับหมู่ปลายสายโซ่ของ RPET และ PLA [36]

4.2.2 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่างการหลอมผสม (Reactive processing) ด้วยเครื่อง Brabender internal mixer

การศึกษาปฏิกิริยาระหว่างการหลอมพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ที่เติม EBM ในปริมาณต่างกัน โดยดูจากค่าทอร์กในระหว่างการหลอมผสมด้วยเครื่อง Brabender internal mixer โดยอุณหภูมิหลอมผสมที่ 260 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบการหลอมผสม 50 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที

จากภาพที่ 4.5 แสดง torque rheometry ของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ที่มีการเติม EBM ในปริมาณต่างกัน จะเห็นได้ว่าเมื่อทดสอบเวลาผ่านไป 10 นาที พบว่า RPET และ PA6 มีค่าทอร์กต่ำใกล้เคียงกัน แต่เมื่อทำการหลอมผสม RPET/PA6 (75/25 wt%) พบว่าค่าทอร์กเพิ่มสูงขึ้นอย่างมาก แสดงให้เห็นว่า พอลิเมอร์ทั้งสองชนิดไม่มีความเข้ากัน (immiscible) และแยกเฟสกันอย่างชัดเจน โดยสามารถพิจารณาได้จากภาพ SEM พบว่ามี PA6 ที่มีขนาดใหญ่กระจายในเฟสของ RPET ส่งผลให้เกิดแรงเฉือน (shear force) ในระบบเพิ่มขึ้น [38] จากนั้นเมื่อเติม EBM ในปริมาณ 1 phr ในพอลิเมอร์ผสม พบว่าค่าทอร์กไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่อเปรียบเทียบกับสูตรที่ไม่เติม EBM และเมื่อเพิ่มปริมาณ EBM เป็น 3 และ 5 phr พบว่าค่าทอร์กของระบบเพิ่มขึ้นตามปริมาณการเติม EBM เนื่องจากหมู่ epoxide ของ EBM สามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ปลาย carboxyl, hydroxyl และ amine ของ RPET และ PA6 ได้ จึงเพิ่มความเข้ากัน (compatibility) ระหว่าง RPET กับ PA6 ได้ และนอกจากนี้ EBM ยังมีสมบัติเป็น chain extender จึงเป็นสะพานเชื่อมต่อระหว่างสายโซ่โมเลกุลระหว่าง RPET กับ PA6 หรือเกิดการเชื่อมต่อระหว่างสายโซ่โมเลกุลของ RPET ด้วยกันเอง จึงทำให้น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์เพิ่มขึ้น โดยสามารถสังเกตได้จากผลจากการทดสอบ melt flow index และการทดสอบ solution viscosity ของพอลิเมอร์ผสม จึงเป็นการยืนยันว่ามีการเกิดปฏิกิริยาเมื่อมีการเติม EBM



ภาพที่ 4.5 แสดง Torque rheometry ของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ที่เติม EBM ในปริมาณต่างๆ

4.2.3 การทดสอบ melt viscosity ด้วยการวัดค่า melt flow index (MFI)

จากการหาค่า melt flow index (MFI) เพื่อศึกษาความหนืดของพอลิเมอร์หลอมเหลวที่อุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียส และน้ำหนักกด 2.16 กิโลกรัม ตามมาตรฐานการทดสอบ ASTM D1238 แสดงผลดังตารางที่ 4.5 แสดงค่า melt flow index ของพอลิเมอร์ พบว่าเมื่อมีการเติม PA6 ลงไปผสมใน RPET พบว่าค่า MFI สูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด เป็นผลมาจากความชื้นใน PA6 เนื่องจาก PA6 เป็นพอลิเมอร์ที่มีหมู่เอไมด์ในโครงสร้างและมีความเป็นขั้วสูงจึงสามารถดูดความชื้นได้ง่ายผ่านพันธะไฮโดรเจน [39] ส่งผลให้ความชื้นที่มีเหนี่ยวนำให้เกิดปฏิกิริยา hydrolysis บริเวณหมู่ carboxylic ของสายโซ่โมเลกุล RPET ทำให้เกิดการตัดสายโซ่โมเลกุลให้สั้นลงในขณะหลอมผสมในเครื่อง twin-screw extruder โดยสอดคล้องกับค่า intrinsic viscosity ดังตารางที่ 4.5 พบว่าสูตร RPET/PA6 มีความหนืดน้อยกว่าเมื่อเทียบกับความหนืด pure RPET แต่เมื่อเติม EBM ลงไปใน RPET/PA6 ในปริมาณที่สูงขึ้น พบว่าค่า MFI ลดลงตามลำดับ เป็นผลมาจากหมู่ epoxide ของ EBM สามารถเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ carboxyl ของ RPET และสามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ amide ของ PA6 ได้ เป็นไปได้ว่าทำให้สายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์ยาวขึ้นและเกิดการเกี่ยวพันกันขณะไหลในรูปของพอลิเมอร์หลอมเหลว

4.2.4 การทดสอบ solution viscosity ด้วยการวัดค่า intrinsic viscosity $[\eta]$

การศึกษาคความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์โดยการวัดค่า intrinsic viscosity $[\eta]$ โดยค่าดังกล่าวมีความสัมพันธ์กับน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ ดังที่แสดงในตารางที่ 4.5 จากผลการทดสอบของสารละลายพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ในสัดส่วน 75/25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าการเติม EBM ใน RPET/PA6 ในปริมาณเพิ่มขึ้น จะทำให้สารละลายพอลิเมอร์ผสมมีค่า $[\eta]$ สูงขึ้น จะเห็นว่าสอดคล้องกับค่า MFI ที่ได้จากการทดสอบ melt flow index จึงสามารถยืนยันการเกิดปฏิกิริยาการเปิดวง (ring-opening) ของหมู่ epoxide ในโครงสร้าง EBM: กับหมู่ปลายสายโซ่ amine และ carboxylic ของ PA6 และ RPET ตามลำดับได้ ดังนั้นการเติม EBM ช่วยเพิ่มน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ทั้งสองชนิดได้

ตารางที่ 4.5 ค่า melt flow index [MFI] และค่า intrinsic viscosity [η] ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM

ชิ้นงานทดสอบ	melt flow index [MFI] (g/10 min)	intrinsic viscosity [η] (dl/g)
RPET	56.58 \pm 0.74	0.83 \pm 0.03
PA6	83.49 \pm 4.23	1.44 \pm 0.02
RPET/PA6	105.42 \pm 5.87	0.70 \pm 0.02
RPET/PA6/EBM1	100.60 \pm 2.81	0.78 \pm 0.02
RPET/PA6/EBM3	75.68 \pm 0.64	0.89 \pm 0.04
RPET/PA6/EBM5	65.69 \pm 1.90	0.92 \pm 0.00

4.2.5 การศึกษาสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกส์ด้วยเทคนิค DMTA (dynamic mechanical thermal analysis)

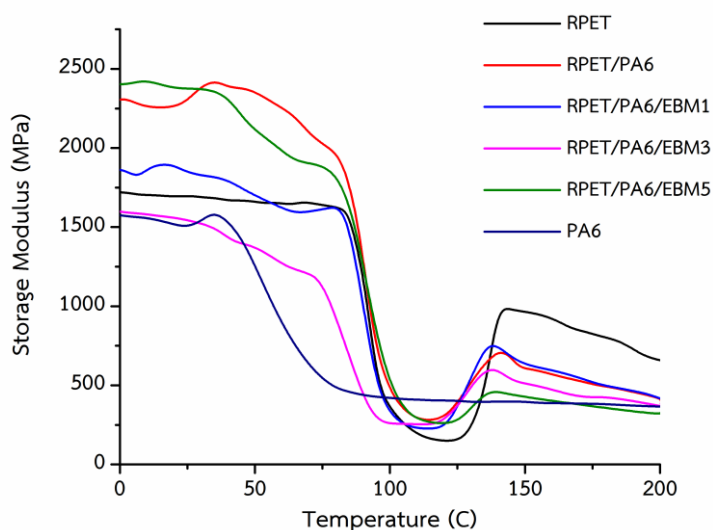
จากการทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกส์ที่ความถี่ 1 เฮิรตซ์ อุณหภูมิ 0-200 องศาเซลเซียส จะทดสอบด้วยโหมด 3-point bending ด้วยอัตราการให้ความร้อน 3 องศาเซลเซียส/นาที ภาพที่ 4.6 และภาพที่ 4.7 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า storage modulus กับอุณหภูมิ และค่า loss-modulus กับอุณหภูมิของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ในอัตราส่วน 75/25 w/w ที่มีการเติม EBM ที่ปริมาณต่างกัน

จากภาพที่ 4.6 และตารางที่ 4.6 แสดงค่าและกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า storage-modulus กับอุณหภูมิของ RPET พบว่าในช่วงแรกของการทดสอบ RPET มีค่า storage modulus มากกว่า PA6 โดยช่วงอุณหภูมิ glass transition ของ RPET และ PA6 อยู่ที่ประมาณ 90 และ 50 องศาเซลเซียสตามลำดับ และพบว่าในช่วงอุณหภูมิทดสอบประมาณ 140 องศาเซลเซียส พบการเพิ่มขึ้นของ storage modulus อย่างเห็นได้ชัด เป็นผลมาจากการเกิด cold-crystallization ของ RPET ซึ่งสามารถยืนยันได้จากผล DSC ที่พบการเกิด cold-crystallization ของ RPET ช่วงอุณหภูมิประมาณ 110-116 องศาเซลเซียส

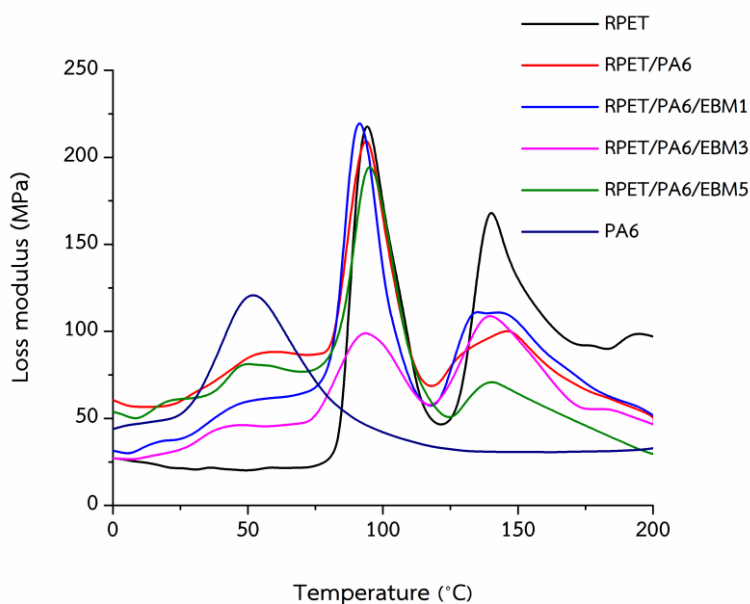
จากการทดสอบพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ในอัตราส่วน 75/25 w/w ที่มีการเติม EBM ที่ 1 และ 3 phr พบว่าค่า storage modulus ต่ำกว่าพอลิเมอร์ผสมที่ไม่มีเติม EBM เนื่องจากในโครงสร้างของ EBM copolymer ประกอบด้วยโมเลกุลของ ethylene ในโครงสร้างซึ่งมีความยืดหยุ่น (flexibility) และมีการยืดตัว (elongation) ที่มากกว่า RPET และ PA6 เป็นผลให้เมื่อเติม EBM ในพอลิเมอร์ผสม

RPET/PA6 จึงมีค่า storage modulus ลดลง แต่เมื่อเติม EBM ที่ 5 phr พบว่าค่า storage modulus สูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด เนื่องจากการเติม EBM อาจทำให้เกิด RPET-PA6 random copolymer ซึ่งเกิดจากการที่หมู่ epoxide ในโครงสร้างของ EBM เข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ปลายสายโซ่ของ RPET และ PA6 ส่งผลให้น้ำหนักโมเลกุลสูงขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการศึกษา melt flow index และการวัดค่า intrinsic-viscosity ทำให้โครงสร้างของพอลิเมอร์ผสมที่มีการเติม EBM เกิดเป็น branched-chains แล้วเกิดการเกี่ยวพันกันของสายโซ่ (chain-entanglement) มากขึ้น จึงส่งผลให้สามารถทนทานต่อการเสีรูปมากขึ้น

เมื่อพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างค่า loss modulus กับอุณหภูมิของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ในอัตราส่วน 75/25 w/w ที่มีการเติม EBM แสดงดังภาพที่ 4.7 และตารางที่ 4.6 พบว่าในช่วงอุณหภูมิการทดสอบ 140 องศาเซลเซียส มีการเพิ่มขึ้นของ loss modulus เนื่องจากการเกิด cold-crystallization ของ RPET และพบว่าการเกิด cold-crystallization ของ RPET ลดลงตามปริมาณการเติม EBM ที่เพิ่มขึ้นในพอลิเมอร์ผสม ซึ่งในการเกิด cold-crystallization ของพอลิเมอร์เกิดได้จากส่วนที่เป็น amorphous บางส่วนสามารถจัดเรียงตัวและเกิดเป็นผลึกใหม่ได้ในขณะตัวอย่างถูกยึดแบบไดนามิกสในช่วงอุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิ T_g โดยการเติม EBM ในพอลิเมอร์ผสมอาจเข้าไปขัดขวางการจัดเรียงตัวใหม่ของสายโซ่พอลิเมอร์ หรืออาจเกิดจากการเพิ่มขึ้นของน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ผสม แล้วเกิดการเกี่ยวพันกันของสายโซ่พอลิเมอร์และเกิดการเคลื่อนไหวของสายโซ่ได้ยากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดสอบ DSC ที่พบว่าปริมาณการเติม EBM ที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ปริมาณผลึกของ RPET ลดลง



ภาพที่ 4.6 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า storage modulus กับอุณหภูมิของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM



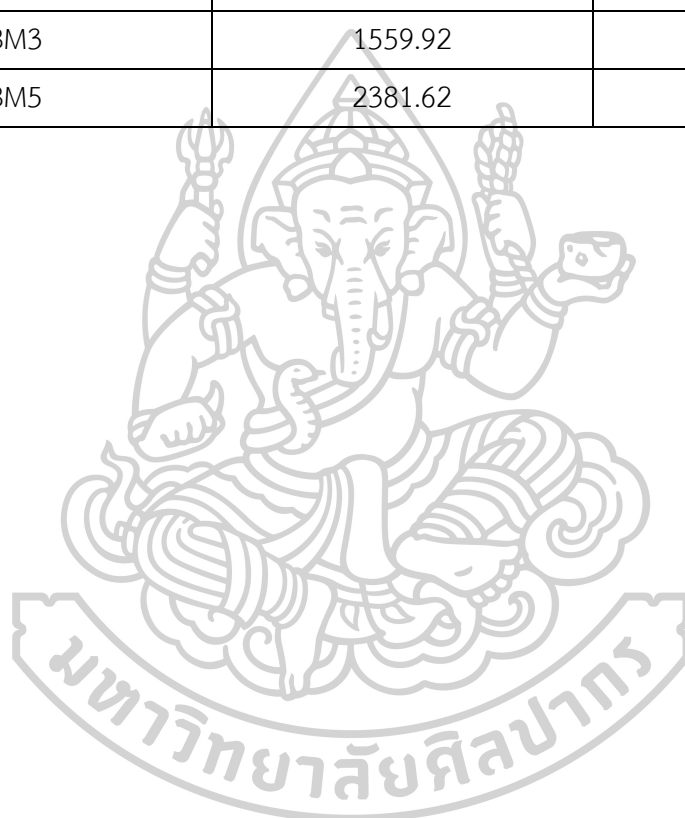
ภาพที่ 4.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า loss modulus กับอุณหภูมิ
ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM

ตารางที่ 4.6 ค่า storage modulus และค่า loss modulus ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ
RPET/PA6/EBM

ชิ้นงานทดสอบ	Storage modulus [E'] ที่ T = 20°C (MPa)	Storage modulus [E'] ที่ T = 110°C (MPa)	$\Delta E'$ (MPa)	Loss modulus [E'']			
				1 st peak (MPa)	Temp. (°C)	2 nd peak (MPa)	Temp. (°C)
RPET	1,694.49	197.33	1,497.16	228.68	95.1	179.01	140.0
RPET/PA6	2,254.32	289.04	1,965.28	228.56	93.9	102.36	147.1
RPET/PA6/EBM1	1,890.08	230.49	1,659.59	235.44	89.0	112.07	144.0
RPET/PA6/EBM3	1,559.92	253.94	1,305.98	101.08	89.7	112.40	138.3
RPET/PA6/EBM5	2,381.62	278.67	2,102.95	210.98	93.4	72.21	141.6
PA6	1,517.35	410.24	1,107.11	122.11	50.2	-	-

ตารางที่ 4.7 เปอร์เซ็นต์การเพิ่มขึ้นของค่า storage modulus ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM

ชิ้นงานทดสอบ	Storage modulus (MPa)	Increasing percentage (%)
RPET	1694.49	0
RPET/PA6	2254.32	33.04
RPET/PA6/EBM1	1890.08	11.54
RPET/PA6/EBM3	1559.92	-7.94
RPET/PA6/EBM5	2381.62	40.55



4.2.6 การศึกษาสมบัติทางความร้อนและหาปริมาณผลึกด้วยเทคนิค DSC (differential scanning calorimetry)

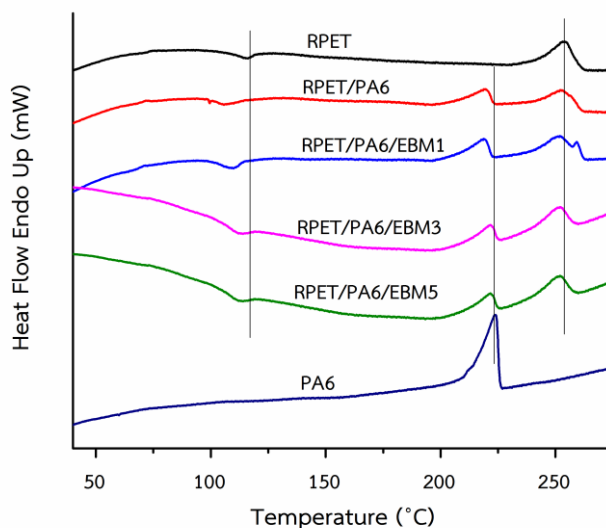
การศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ที่มีการเติม EBM ในปริมาณที่ต่างกัน โดยใช้เทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC) โดยทดสอบตั้งแต่อุณหภูมิ 30 ถึง 280 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อนและอัตราการเย็นตัวที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ในขั้นตอนการเย็นตัวจะใช้ศึกษาอุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) และในขั้นตอนการให้ความร้อนครั้งที่สองจะใช้ศึกษาอุณหภูมิหลอมผลึก (T_m) และศึกษาปริมาณผลึก (X_c) แสดงดังตารางที่ 4.8 และตารางที่ 4.9

จากภาพที่ 4.8 แสดง DSC thermogram ในขั้นตอนการให้ความร้อนครั้งที่ 1 (First heating) ของพอลิเมอร์ผสมที่มีและไม่มีเติม EBM ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ไปจนถึงอุณหภูมิ 275 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อนที่ 5 องศาเซลเซียส/นาที ซึ่งจากภาพที่ 4.8 แสดงการให้ความร้อนครั้งที่ 1 ของพอลิเมอร์ผสมที่เติมและไม่เติม EBM พบว่าเฟส RPET มีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) ที่ประมาณช่วง 70-71 องศาเซลเซียส ซึ่งมีอุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิ T_g ของ pure RPET (73 องศาเซลเซียส) แสดงให้เห็นว่า PA6 สามารถเข้ากันได้บางส่วนกับ RPET อีกยังพบว่านอกจากนี้ยังพบว่าการตกผลึกในขณะที่ให้ความร้อน (T_{cc}) ที่ช่วงอุณหภูมิ 110-117 องศาเซลเซียส ซึ่งการเติม EBM ในปริมาณที่เพิ่มขึ้นพบว่าผลึกที่เกิดขึ้นใหม่ในขณะที่ให้ความร้อนมีปริมาณผลึกลดลงโดยสังเกตได้จากค่าพลังงานความร้อนในการเกิดผลึกใหม่ในขณะที่ให้ความร้อน (ΔH_{cc}) ที่ลดลงดังที่แสดงในตารางที่ 4.9

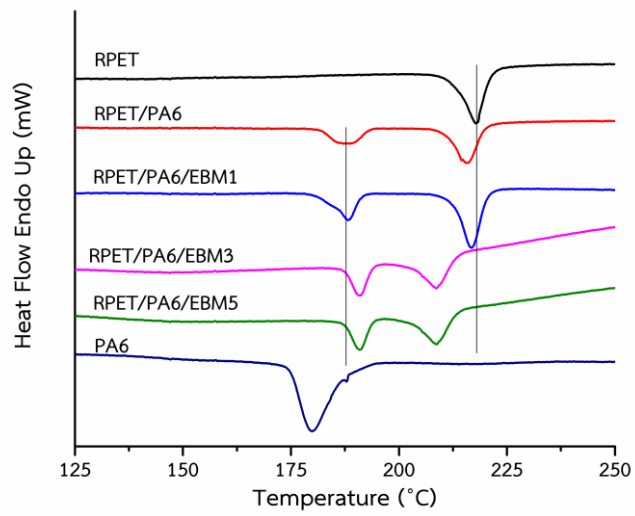
จากภาพที่ 4.9 แสดง DSC thermogram ในการเย็นตัวของพอลิเมอร์ผสม พบว่าการเติม PA6 ผสมลงใน RPET พบว่าอุณหภูมิ T_c ของ PA6 เกิดการเลื่อนไปที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น แสดงให้เห็นสายโซ่พอลิเมอร์ PA6 สามารถเกิดผลึกได้ง่ายขึ้น เป็นผลมาจาก RPET ช่วยเหนี่ยวนำการเกิดผลึกของ PA6 และเมื่อมีการเติม EBM ลงใน RPET/PA6 ในปริมาณ 3 และ 5 phr พบว่าอุณหภูมิ T_c ของ RPET เกิดการเลื่อนไปที่อุณหภูมิต่ำลง แสดงให้เห็นว่าการเกิดผลึกของ RPET เกิดได้ยากขึ้น เป็นผลมาจากการเติม EBM ในปริมาณที่มากขึ้น จะทำให้พอลิเมอร์มีน้ำหนักโมเลกุลที่มากขึ้น โดยสอดคล้องกับผลการทดสอบ melt viscosity และค่า intrinsic viscosity ของพอลิเมอร์ผสม จะเห็นได้ว่าการเติม EBM ลงไปใน RPET/PA6 ในปริมาณมากขึ้น ส่งผลให้พอลิเมอร์ผสมมีความหนืดเพิ่มขึ้น เนื่องจากหมู่ epoxide ใน EBM สามารถเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ carboxyl และหมู่ hydroxyl ของ RPET ได้ อีกทั้งหมู่ epoxide ยังสามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ amine ของ PA6 ได้ด้วย เป็นผลให้

สายโซ่พอลิเมอร์ถูกจำกัดการเคลื่อนไหว และการเคลื่อนไหวของสายโซ่ที่ยากขึ้นเป็นผลให้สายโซ่พอลิเมอร์เกิดการจัดเรียงตัวเป็นผลึกได้ยากขึ้นด้วย [40] ซึ่งดูได้จากค่า X_c ของ RPET ลดลงตามปริมาณการเติม EBM ที่เพิ่มขึ้น

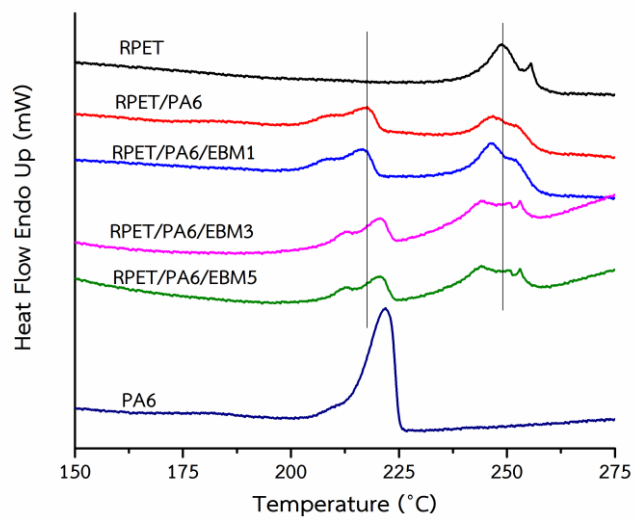
จากภาพที่ 4.10 เป็น DSC thermogram ในการให้ความร้อนครั้งที่สอง พบว่า T_m ของ RPET และ PA6 อยู่ที่ประมาณ 243 และ 222 องศาเซลเซียส ตามลำดับ โดยจะสังเกตเห็น double melting peak ของ RPET อย่างชัดเจน ซึ่งเป็นผลมาจากการกระจายตัวของชั้น lamella ที่มีความหนาต่างกันและเกิดการผลึกใหม่ในขณะการให้ความร้อน [41] อีกทั้งพบว่าเมื่อมีการเติม PA6 ผสมลงใน RPET พบว่าค่า T_m ของ PA6 ไม่มีการเปลี่ยนแปลง แต่ในขณะที่ค่า T_m ของ RPET เกิดการเลื่อนไปที่อุณหภูมิลดลงเมื่อเทียบกับ T_m ของ RPET เป็นผลจาก PA6 ไปขัดขวางการจัดเรียงตัวเป็นผลึกของ RPET และการเติม EBM ลงไปใน RPET/PA6 พบว่า T_m ของ RPET ไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อเปรียบเทียบกับสูตรที่ไม่เติม EBM แสดงให้เห็นว่า EBM ไม่มีผลต่ออุณหภูมิการหลอมผลึกของ RPET แต่มีผลต่อลักษณะรูปร่างของพีค T_m ของ RPET ที่มีการเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการเติม EBM ส่งผลต่อการเกิดผลึกใหม่ของ RPET



ภาพที่ 4.8 DSC curve แสดง first heating scan ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM



ภาพที่ 4.9 DSC curve แสดง cooling scan ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM



ภาพที่ 4.10 DSC curve แสดง second heating scan ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM

ตารางที่ 4.8 ค่า T_g , T_{cc} , T_c และ T_m ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM ที่ได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค DSC

ชิ้นงานทดสอบ	1 st heating scan		Cooling scan		2 nd heating scan	
	RPET		PA6	RPET	PA6	RPET
	T_g (°C)	T_{cc} (°C)	T_c (°C)	T_c (°C)	T_m (°C)	T_m (°C)
RPET	73.02	116.25	-	217.80	-	247.88
RPET/PA6	70.96	105.76	188.74	215.87	219.82	244.01
RPET/PA6/EBM1	70.03	110.05	188.25	216.80	220.83	244.86
RPET/PA6/EBM3	70.46	110.03	189.74	214.77	220.91	243.75
RPET/PA6/EBM5	70.70	112.05	191.15	205.74	221.34	243.77
PA6	-	-	175.10	-	221.93	-

ตารางที่ 4.9 ค่า ΔH_{cc} , ΔH_m และปริมาณผลึก (X_c) ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM ที่ได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค DSC

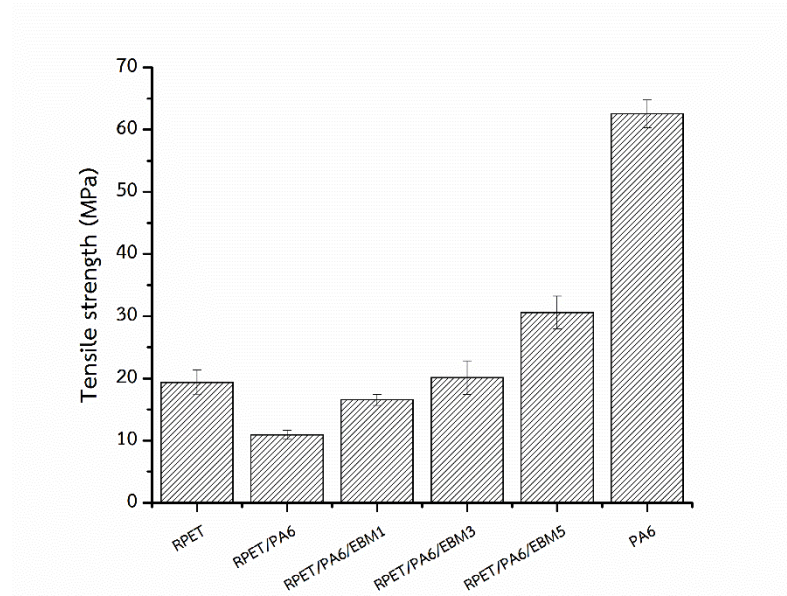
ชิ้นงานทดสอบ	1 st heating scan	2 nd heating scan			
	RPET	PA6		RPET	
	ΔH_{cc} (J/g)	ΔH_m (J/g)	X_c (%)	ΔH_m (J/g)	X_c (%)
RPET	-9.30	-	-	32.24	23.01
RPET/PA6	-9.60	15.41	26.79	21.69	20.64
RPET/PA6/EBM1	-8.01	13.81	24.01	26.74	14.31
RPET/PA6/EBM3	-5.37	11.28	19.60	18.02	17.15
RPET/PA6/EBM5	-3.50	8.89	15.45	11.60	11.04
PA6	-	49.69	21.59	-	-

4.2.7 การทดสอบสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสม

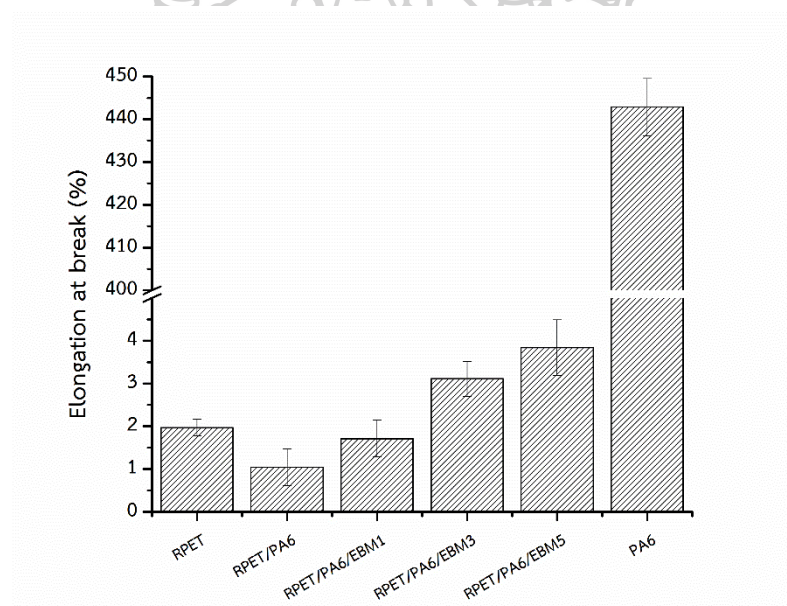
4.2.7.1 การศึกษาสมบัติการดึงยึด (tensile testing)

จากการทดสอบสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสมด้วยการทดสอบสมบัติการดึงยึดของชิ้นงานด้วยเครื่อง universal testing machine ตามมาตรฐาน ASTM D638 โดยขนาด load cell เท่ากับ 5 กิโลนิวตัน ด้วยความเร็วในการดึงชิ้นงาน 10 มิลลิเมตร/นาที โดยในการทดสอบจะศึกษาพฤติกรรมของชิ้นงานในระหว่างการให้แรงดึง ซึ่งจะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนการเติม EBM ในพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 กับค่าความต้านทานต่อแรงดึง (tensile strength) และค่าเปอร์เซ็นต์การยืด ณ จุดขาด (elongation at break)

จากการทดสอบสมบัติการดึงยึดของ RPET พบว่ามีค่า tensile strength และค่า elongation at break เท่ากับ 19.66 MPa และ 1.97 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ในขณะที่ PA6 มีค่า tensile strength และค่า elongation at break สูง เท่ากับ 63 MPa และ 443 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่า PA6 มีความเหนียวสูงกว่า RPET มาก จากนั้นเมื่อนำ RPET/PA6 ที่อัตราส่วน 75/25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ไปทำการทดสอบการดึงยึดพบว่าค่า tensile strength และค่า elongation at break ลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับ pure RPET เนื่องจากความไม่เข้ากันระหว่าง RPET และ PA6 ทำให้เห็นการแยกเฟสของ RPET และ PA6 ดังแสดงในภาพ SEM ส่งผลให้เกิดการฉีกแยกออกจากกันที่จุดเชื่อมต่อ (interphase) ระหว่างเฟสพอลิเมอร์ทั้งสองชนิด และเมื่อเติม EBM ที่ปริมาณเพิ่มขึ้นนั้นช่วยเพิ่มค่า tensile strength และค่า elongation at break โดยค่าดังกล่าวจะเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจนเมื่อเติม EBM ที่ปริมาณ 3 และ 5 phr ดังแสดงในตารางที่ 4.10 เป็นผลมาจากการเติม EBM ในพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ช่วยเพิ่มแรงยึดเหนี่ยวระหว่างเฟสของ RPET และ PA6 ซึ่งสามารถสังเกตได้จากภาพการทดสอบ SEM จะเห็นได้ว่าการเติม EBM ลงในพอลิเมอร์ผสม ทำให้ขนาดอนุภาคของเฟส PA6 มีขนาดเล็กลงและกระจายตัวได้ดีในเฟส RPET มีผลต่อการถ่ายโอนแรงได้ดีจาก RPET ไปยัง PA6 เมื่อได้รับแรงในการดึงยึดขณะที่ทำการทดสอบ จึงยืนยันได้ว่าการเติม EBM ในระบบจะช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลแก่พอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ได้



ภาพที่ 4.11 Tensile strength ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM



ภาพที่ 4.12 Elongation at break ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM

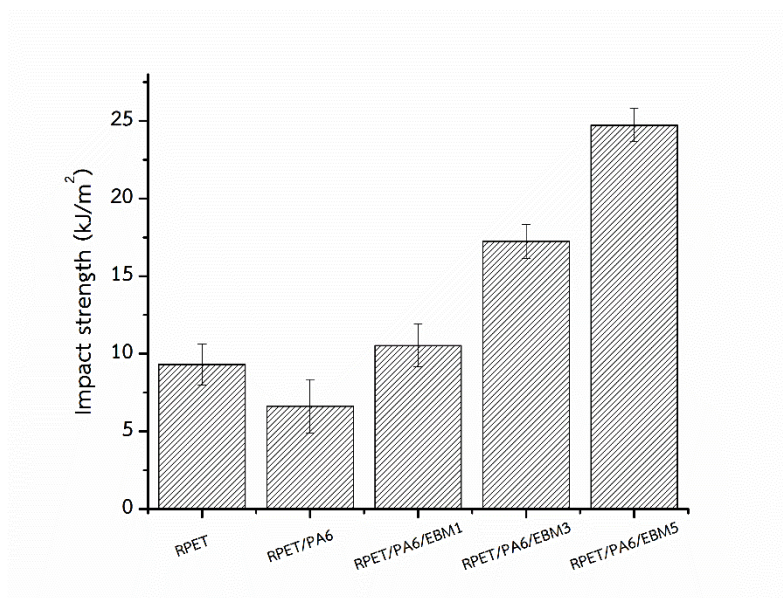
ตารางที่ 4.10 แสดงค่า Tensile strength และค่า Elongation at break ของ RPET, PA6, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM

ชิ้นงานทดสอบ	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)
RPET	19.37 ± 2.01	1.99 ± 0.19
RPET/PA6	10.65 ± 0.64	1.05 ± 0.32
RPET/PA6/EBM1	16.56 ± 0.68	1.76 ± 0.26
RPET/PA6/EBM3	20.18 ± 1.51	3.02 ± 0.22
RPET/PA6/EBM5	30.69 ± 2.00	3.94 ± 0.42
PA6	62.55 ± 2.23	442.24 ± 8.50

4.2.7.2 การศึกษาสมบัติความทนทานต่อการกระแทก (impact testing)

จากการทดสอบสมบัติเชิงกลด้วยการทดสอบสมบัติความทนทานต่อการกระแทกของชิ้นงานแบบ Unnotched Izod Impact ตามมาตรฐาน ASTM D256 ทดสอบโดยใช้ Pendulum หนัก 1 จูล โดยจากภาพที่ 4.13 และตารางที่ 4.11 แสดงอิทธิพลปริมาณการเติม EBM ที่มีผลต่อค่า impact strength ของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 พบว่าการเติม EBM ในปริมาณเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ค่า impact strength เพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นว่าการเติม EBM ช่วยเพิ่มความเข้ากันระหว่างเฟส RPET และ PA6 ซึ่งทำให้ PA6 ช่วยปรับปรุงความสามารถในการรับแรงกระแทกให้กับพอลิเมอร์ผสม โดยสามารถดูความเข้ากันระหว่างเฟสพอลิเมอร์ได้จากภาพ SEM ที่แสดงพื้นผิวการแตกหักของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ที่เติม EBM ในปริมาณที่เพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นถึงขนาดของเฟส PA6 ที่เล็กลงและกระจายตัวได้ดีในเฟส RPET อีกทั้งยังพบวาค่า impact strength เป็นแนวโน้มเดียวกันกับค่า tensile strength และค่า elongation at break ซึ่ง EBM เปรียบเสมือนเป็นอิมัลซิไฟเออร์ (emulsifier) ไปลดแรงตึงผิว (interfacial tension) ระหว่างเฟสของพอลิเมอร์ ทำให้พอลิเมอร์ผสมมีความสามารถในการดูดซับพลังงานได้ดี เนื่องจากมีประสิทธิภาพในการถ่ายโอนแรงระหว่างเฟส จึงทำให้ค่า impact strength เพิ่มขึ้นนั่นเอง [42] นอกจากนี้ยังมีค่า impact strength ในงานวิจัยนี้เป็นแนวโน้มเดียวกับผลการทดลองในงานวิจัยของ S.-M. Lai และคณะ [43] ที่ศึกษาพฤติกรรมความทนทานต่อการกระแทก (impact behavior) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต nanoclay-filled nylon 6 (nano-nylon 6) blended กับ poly(acrylonitrile butadiene styrene) terpolymers (ABS) ที่ใช้ polyethylene grafted maleic anhydride (POE-g-MA) เป็น compatibilizer ที่ปริมาณ

การเติมเป็น 0 ถึง 10 phr พบว่าการเติม POE-g-MA ในปริมาณที่เพิ่มขึ้น พบว่าค่า impact-strength ของวัสดุมีค่าเพิ่มขึ้น



ภาพที่ 4.13 Impact strength ของ RPET, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM

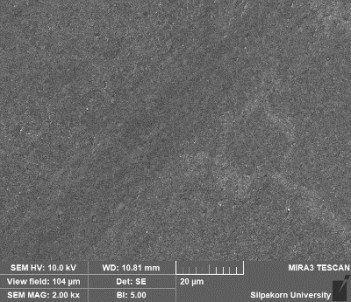
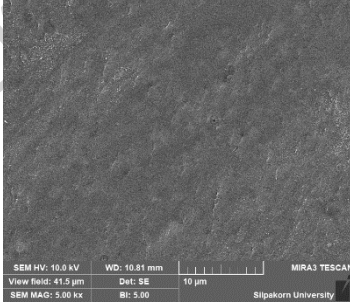
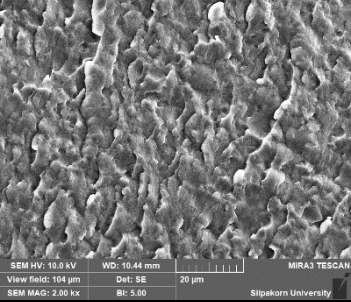
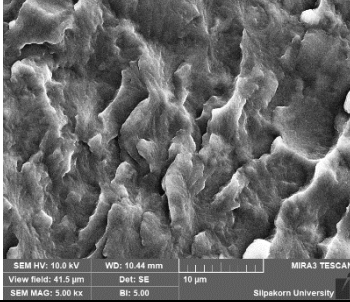
ตารางที่ 4.11 แสดงค่า Impact strength ของ RPET, RPET/PA6 และ RPET/PA6/EBM

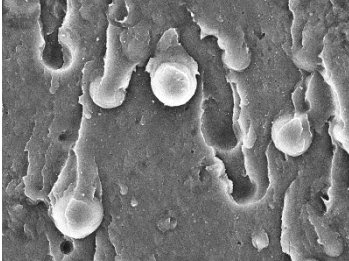
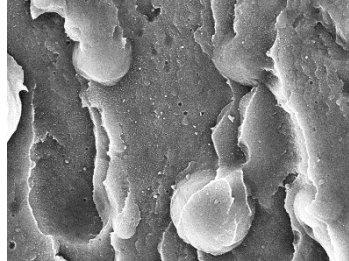
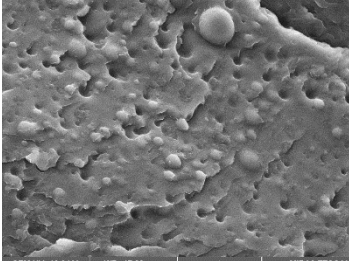
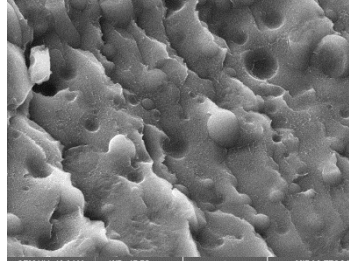
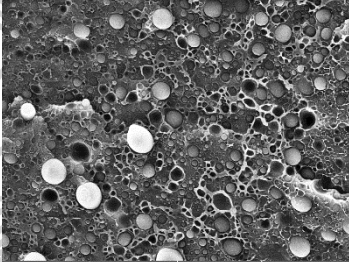
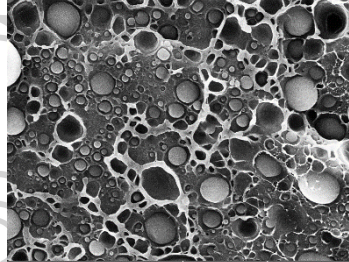
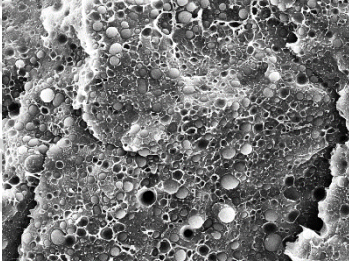
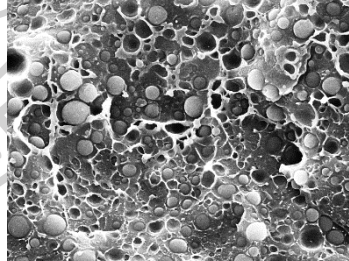
ชิ้นงานทดสอบ	Impact strength (MPa)
RPET	9.31 ± 1.32
RPET/PA6	6.62 ± 1.72
RPET/PA6/EBM1	10.53 ± 1.37
RPET/PA6/EBM3	17.24 ± 1.09
RPET/PA6/EBM5	24.72 ± 1.07

4.2.8 การทดสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM (scanning electron microscopy)

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของคอมพอลิเมอร์ผลิตด้วยเทคนิค SEM โดยทดสอบชิ้นงานที่ผ่านการแตกหักหลังจากแช่ในไนโตรเจนเหลว ผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 4.12 เป็นภาพ SEM พอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 เพื่อศึกษาอิทธิพลของการเติม EBM ใน RPET/PA6 ที่กำลังขยาย 2,000 และ 5,000 เท่า พบว่าสูตร RPET/PA6 ที่ไม่ได้เติม EBM มีการกระจายตัวของเฟส PA6 ในเฟส RPET ที่ไม่ดี และเฟส PA6 มีการเกาะกลุ่มกันและมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่ แสดงให้เห็นถึงความไม่เข้ากันระหว่าง RPET และ PA6 แต่เมื่อเติม EBM ในพอลิเมอร์ผสมพบว่าการกระจายตัวของเฟส PA6 ในเฟสหลักดีขึ้น และขนาดอนุภาคของ PA6 เล็กลงอย่างเห็นได้ชัด จึงสามารถยืนยันได้ว่า EBM มีสมบัติเป็น reactive compatibilizer ที่ดี เนื่องจากช่วยลดแรงตึงผิว (surface tension) และเพิ่มแรงดึงดูดระหว่างเฟส (Interfacial interaction) ของ RPET และ PA6 ซึ่งปริมาณการเติม EBM ที่ 5 phr ในพอลิเมอร์ผสม พบว่าการกระจายตัวของเฟส PA6 ในพอลิเมอร์เมทริกซ์ที่ดีที่สุด อีกทั้งยังมีสมบัติเชิงกลของวัสดุที่ดีที่สุด จึงเป็นผลทำให้เลือกปริมาณการเติม EBM ที่ 5 phr ในพอลิเมอร์คอมพอลิเมอร์ในตอนต่อไป

ตารางที่ 4.12 ภาพ SEM แสดงพื้นผิวการแตกหักของ RPET, PA6 และ RPET/PA6/EBM ที่ได้จากการจุ่มแช่ไนโตรเจนเหลวที่กำลังขยาย 2,000 และ 5,000 เท่า

ชิ้นงานทดสอบ	กำลังขยาย 2,000 เท่า	กำลังขยาย 5,000 เท่า
RPET		
PA6		

ชิ้นงานทดสอบ	กำลังขยาย 2,000 เท่า	กำลังขยาย 5,000 เท่า
RPET/PA6	 <p>SEM HV: 10.0 kV WD: 11.03 mm MIRA3 TESCAN View field: 41.5 µm Det: SE 10 µm SEM MAG: 5.00 kx BI: 5.00 Slipakorn University</p>	 <p>SEM HV: 10.0 kV WD: 11.01 mm MIRA3 TESCAN View field: 20.8 µm Det: SE 5 µm SEM MAG: 10.0 kx BI: 5.00 Slipakorn University</p>
RPET/PA6/EBM1	 <p>SEM HV: 10.0 kV WD: 17.28 mm MIRA3 TESCAN View field: 41.5 µm Det: SE 10 µm SEM MAG: 5.00 kx BI: 5.00 Slipakorn University</p>	 <p>SEM HV: 10.0 kV WD: 17.75 mm MIRA3 TESCAN View field: 20.8 µm Det: SE 5 µm SEM MAG: 10.0 kx BI: 5.00 Slipakorn University</p>
RPET/PA6/EBM3	 <p>SEM HV: 10.0 kV WD: 16.81 mm MIRA3 TESCAN View field: 41.5 µm Det: SE 10 µm SEM MAG: 5.01 kx BI: 5.00 Slipakorn University</p>	 <p>SEM HV: 10.0 kV WD: 16.81 mm MIRA3 TESCAN View field: 20.8 µm Det: SE 5 µm SEM MAG: 10.00 kx BI: 5.00 Slipakorn University</p>
RPET/PA6/EBM5	 <p>SEM HV: 10.0 kV WD: 15.91 mm MIRA3 TESCAN View field: 41.5 µm Det: SE 10 µm SEM MAG: 5.00 kx BI: 5.00 Slipakorn University</p>	 <p>SEM HV: 10.0 kV WD: 15.91 mm MIRA3 TESCAN View field: 20.8 µm Det: SE 5 µm SEM MAG: 10.0 kx BI: 5.00 Slipakorn University</p>

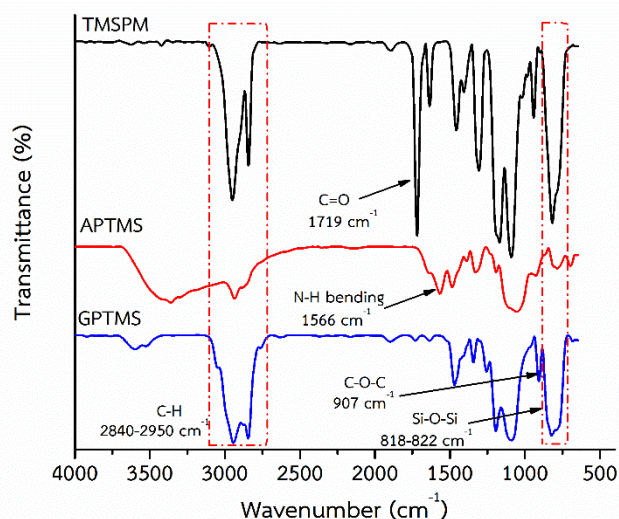
4.3 ศึกษาอิทธิพลชนิดของสารเชื่อมประสานไซเลนที่ใช้ในการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วที่เสริมแรงในพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6/EBM

4.3.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของเส้นใยแก้ว

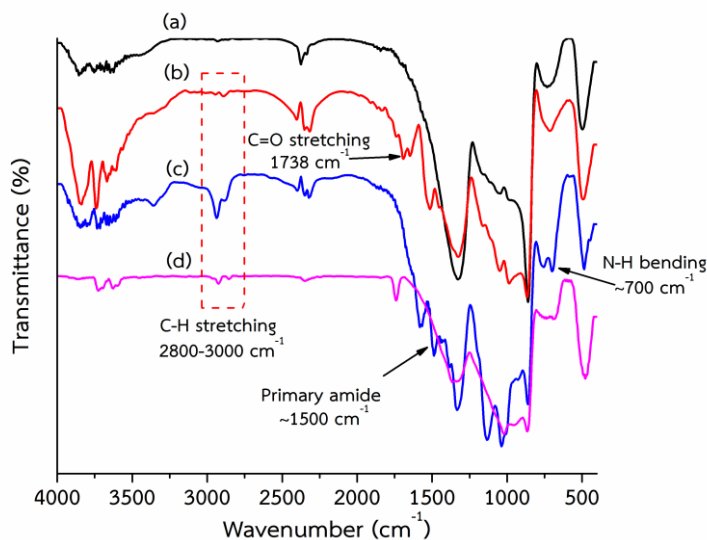
ก่อนปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนต้องนำเส้นใยแก้วไปปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารละลายไฮดรอกไซด์ก่อนเพื่อกำจัดสิ่งเจือปนบนพื้นผิวของเส้นใยแก้ว และเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการทำปฏิกิริยากับสารเชื่อมประสานไซเลน หลังจากนั้นนำเส้นใยแก้วไปปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนที่มีหมู่ฟังก์ชันเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการเกิดอันตรกิริยากับพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 จากนั้นนำเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวแล้วไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค Fourier transform spectroscopy (FTIR)

4.3.1.1 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FTIR (fourier transform spectroscopy)

จากการทดสอบด้วยเทคนิค FTIR เพื่อเป็นการยืนยันในการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน 3 ชนิด ได้แก่ TMSPM, APTMS และ GPTMS โดยจะศึกษาหมู่ฟังก์ชันทางเคมีที่เกิดขึ้นดังแสดงในภาพที่ 4.15



ภาพที่ 4.14 แสดง IR spectrum ของสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS



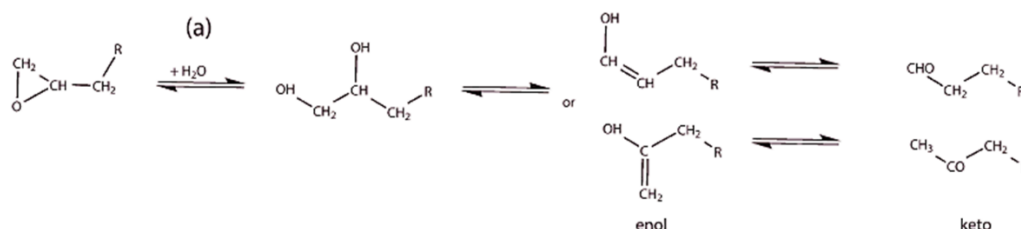
ภาพที่ 4.15 แสดง FTIR สเปกตรัมของเส้นใยแก้ว

(a) GF (b) TMSPM-GF (c) APTMS-GF และ (d) GPTMS-GF

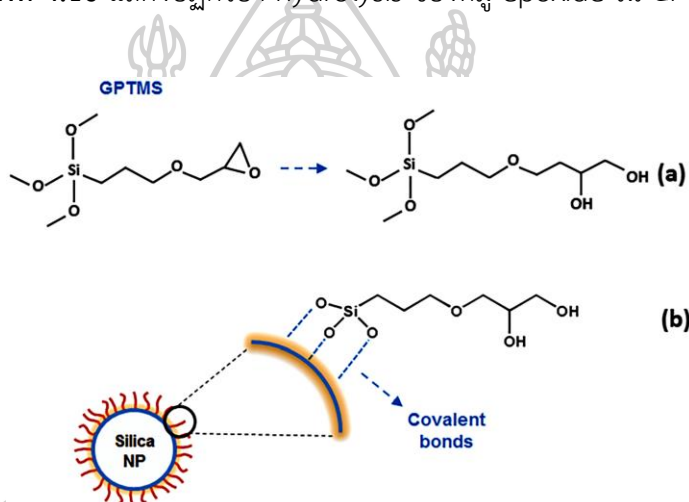
พบว่าเส้นใยที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานทั้ง 3 ชนิด พบตำแหน่งเลขคลื่นเอกลักษณ์ของ C-H asymmetric และ symmetric stretching ที่ช่วง $\sim 2900 \text{ cm}^{-1}$ และ $\sim 2800 \text{ cm}^{-1}$ ตามลำดับ ตำแหน่งเลขคลื่นเอกลักษณ์ของ C=O stretching ที่ประมาณ 1738 cm^{-1} ซึ่งพบในเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย TMSPM [44] พิจารณาเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย APTMS พบตำแหน่งเลขคลื่นเอกลักษณ์ N-H bending ที่ $\sim 700 \text{ cm}^{-1}$ และตำแหน่งเลขคลื่นเอกลักษณ์ primary amide ที่ $\sim 1500 \text{ cm}^{-1}$ [45] ซึ่งเป็นการยืนยันได้ว่าเส้นใยแก้วได้ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนทั้ง 3 ชนิดแล้ว

จาก IR spectrum ของเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย GPTMS พบตำแหน่งเลขคลื่นที่ 1729 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งเอกลักษณ์ของ C=O ซึ่งสามารถเกิดขึ้นผ่านปฏิกิริยา hydrolysis, dehydration และสามารถเกิดเป็นโครงสร้างเคมีของ enol-keto ที่เกิดจากหมู่ epoxide (ภาพที่ 4.16) [46] ซึ่งอาจเป็นสาเหตุที่ทำให้ไม่พบหมู่ epoxide ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 907 cm^{-1} เป็นผลมาจากในขณะที่หมู่ hydroxyl ของสารเชื่อมประสานไฮเลนหลังจากการเกิด hydrolysis ทำปฏิกิริยากับหมู่ silanol บริเวณพื้นผิวของเส้นใยแก้วและเกิดเป็นพันธะโควาเลนต์ ส่วนหมู่ epoxide ในโครงสร้างของ GPTMS ได้เกิด ring opening เกิดเป็น diol ดังแผนภาพที่ 4.17 ในงานวิจัยของ Mohsen Mirzaie Yegane และคณะ [47] ที่ได้มีการปรับปรุงพื้นผิวของอนุภาคนาโนซิลิกาด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลน GPTMS โดยเป็นสารเชื่อมประสานไฮเลนชนิดเดียวกันที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ซึ่งเป็นเหตุผลทำให้ไม่พบหมู่ epoxide ในเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย GPTMS จากการพิสูจน์

เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FTIR นอกจากนี้ยังเป็นผลมาจากปริมาณของสารเชื่อมประสานไซเลนที่ใช้มีปริมาณเพียง 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นปริมาณที่น้อยเมื่อเทียบกับปริมาณเส้นใยแก้วที่ใช้ ทำให้ไม่สามารถสังเกตเห็นหมู่ epoxide ได้จาก FTIR สเปกตรัม



ภาพที่ 4.16 แสดงปฏิกิริยา hydrolysis ของหมู่ epoxide ใน GPTMS



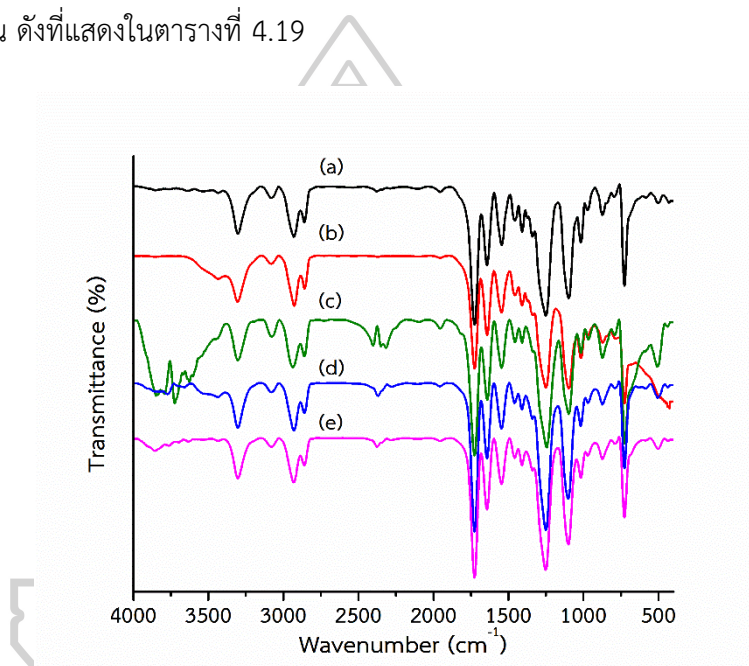
ภาพที่ 4.17 (a) Ring-opening ของ GPTMS ระหว่างเกิดปฏิกิริยา silylation
(b) การเกิดพันธะโควาเลนต์ระหว่าง GPTMS กับพื้นผิวของอนุภาคนาโนซิลิกา [47]

4.3.2 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FTIR (Fourier transform spectroscopy) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต RPET/PA6/EBM ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้ว

หลังจากการปรับปรุงเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน จากนั้นทำการเตรียมคอมพอสิต RPET/PA6/EBM ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้ว โดยเลือกปริมาณการเติม EBM ที่ 5 phr ซึ่งเป็นปริมาณที่เหมาะสมที่สุดที่เลือกมาจากตอนที่ 2 หลังจากนั้นทำการศึกษาหมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FTIR เพื่อติดตามปฏิกิริยาและอันตรกิริยาระหว่างหมู่ฟังก์ชันของสารเชื่อมประสานไซเลนทั้งสามชนิดบนผิวเส้นใยแก้วกับหมู่ปลายสายโซ่ของ RPET/PA6/EBM แสดงดังภาพที่ 4.18

จากภาพที่ 4.18 แสดง FTIR สเปกตรัมของพอลิเมอร์คอมพอสิต RPET/PA6/EBM ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนทั้งสามชนิดมี FTIR

สเปกตรัมที่คล้ายคลึงกัน และไม่สามารถสังเกตเห็นตำแหน่งเลขคลื่นที่แสดงถึงการเกิดพันธะจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารเชื่อมประสานไซเลนทั้งสามชนิดกับหมู่ปลายสายโซ่ของ RPET และ PA6 ซึ่งหากเปรียบเทียบจำนวนหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ที่เกิดปฏิกิริยากับสารเชื่อมประสานไซเลนนั้นมีจำนวนน้อยเมื่อเทียบกับปริมาณหมู่ฟังก์ชันบนสายโซ่หลักของพอลิเมอร์ ทำให้ถูกบดบังด้วยตำแหน่งเลขคลื่นของ RPET และ PA6 บนสายโซ่หลัก จึงต้องยืนยันการเกิดปฏิกิริยาดังกล่าวด้วยผลการทดสอบ SEM ที่กำลังขยาย 2,000 และ 5,000 เท่า ซึ่งได้จากการหักชิ้นงานหลังจากการแช่ในไนโตรเจนเหลว พบว่ามีเนื้อพอลิเมอร์ยึดติดบนผิวเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อม-ประสานไซเลน ดังที่แสดงในตารางที่ 4.19



ภาพที่ 4.18 แสดง FTIR สเปกตรัมของ (a) RPET/PA6/EBM5, (b) RPET/PA6/EBM/GF, (c) RPET/PA6/EBM/TMSPM-GF, (d) RPET/PA6/EBM/APTMS-GF และ (e) RPET/PA6/EBM/GPTMS-GF

4.3.3 การศึกษาปฏิกิริยาระหว่างการหลอมผสม (Reactive processing) ด้วยเครื่อง Brabender internal mixer

การศึกษาปฏิกิริยาระหว่างการหลอมพอลิเมอร์คอมพอสิต RPET/PA6/EBM ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน 3 ชนิด ได้แก่ TMSPM, APTMS และ GPTMS โดยดูผลการทดสอบจากค่าทอร์ก ในระหว่างการหลอมผสมด้วยเครื่อง Brabender internal mixer โดยอุณหภูมิหลอมผสมที่ 260 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบการหลอมผสม 50 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที

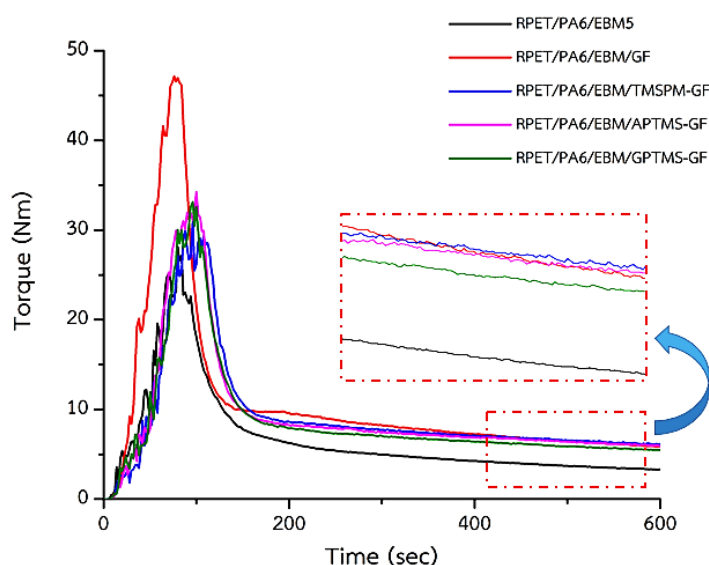
จากภาพที่ 4.19 แสดง Torque rheometry ของพอลิเมอร์คอมพอสิต พบว่าการเติมเส้นใยแก้วลงไปในพอลิเมอร์ผสม จะมีค่าทอร์กเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน เมื่อเปรียบเทียบกับสูตรที่ไม่มีการเติมเส้นใยแก้ว เป็นผลมาจากเส้นใยแก้วที่มีสถานะเป็นของแข็งที่ผสมอยู่ในพอลิเมอร์หลอมเหลวนั้นเข้าไปขัดขวางการเลื่อนผ่านกันของสายโซ่พอลิเมอร์ ส่งผลให้พอลิเมอร์คอมพอสิตดังกล่าวมีความหนืดสูงขึ้น และเมื่อเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนทั้งสามชนิดพบว่าค่าทอร์กสูงกว่าการเติมเส้นใยแก้วที่ไม่ปรับปรุงพื้นผิว เนื่องจากสารเชื่อมประสานไซเลนที่เคลือบอยู่บนผิวหน้าเส้นใยแก้วสามารถเกิดอันตรกิริยากับพอลิเมอร์ได้

เมื่อพิจารณาการเติมเส้นใยแก้วที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย TMSPM โดยโครงสร้างของ TMSPM มีหมู่ acryloxy ที่สามารถเกิดปฏิกิริยา copolymerization กับสารเชื่อมประสานไซเลนด้วยตัวเองผ่านพันธะคู่ในโครงสร้างที่บริเวณผิวหน้าของเส้นใยแก้ว และเมื่อมีการนำเส้นใยแก้วที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย TMSPM ผสมลงใน RPET/PA6/EBM จะเกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างกันด้วยพันธะโควาเลนต์และพันธะไฮโดรเจน หรืออาจเกิดปฏิกิริยาบริเวณหมู่ ester ของ TMSPM กับหมู่ปลายสายโซ่ amine ของ PA6 แล้วเกิดเป็นพันธะเพปไทด์ (Peptide bond) ได้ หรืออาจจะเกิดปฏิกิริยาระหว่างหมู่ ester ของ TMSPM กับหมู่ปลายสายโซ่ hydroxyl ของพอลิเมอร์ผ่านปฏิกิริยา transesterification ได้ แต่โดยทั่วไปแล้ว TMSPM ไม่ค่อยเกิดปฏิกิริยากับ RPET และ PA6 แต่จะเกิดปฏิกิริยาได้ดีกับพอลิเมอร์ที่มีพันธะคู่ในโครงสร้างเป็นส่วนใหญ่

ส่วนพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมเส้นใยแก้วที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย APTMS โดย APTMS มีหมู่ amine ที่สามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับสายโซ่พอลิเมอร์ได้ ส่วนการเติมเส้นใยแก้วที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย GPTMS ในพอลิเมอร์ผสม จะเกิดปฏิกิริยาระหว่าง หมู่ epoxide ของ GPTMS กับหมู่ปลาย amine, carboxylic และ hydroxyl ของสายโซ่ PA6 และ RPET ผ่านปฏิกิริยาเปิดวงแหวน (ring opening) ได้ อีกทั้งยังสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่าง GPTMS กับสายโซ่พอลิเมอร์ได้อีกด้วย โดย

จากการศึกษาปฏิกิริยาระหว่างการหลอมผสมของพอลิเมอร์คอมพอลิไซด์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนที่มีค่าทอร์กมากที่สุดคือ TMSPM รองลงมาคือ APTMS และ GPTMS ตามลำดับ

จากงานวิจัยของ Ai Ling Pang และคณะ [48] ที่ได้ปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยปอแก้วด้วย 3-(trimethoxysilyl)propyl Methacrylate ที่ใช้เสริมแรงในพอลิเมอร์ผสม LDPE/PVOH พบว่าเมื่อเติมเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยไซเลน มีค่าทอร์กสูงขึ้นเมื่อเทียบกับสูตรที่เติมเส้นใยปอแก้วที่ไม่ได้ปรับปรุงพื้นผิว อีกทั้งยังสอดคล้องกับงานวิจัยของ J. F. Chi-Caballero และคณะ [49] ได้ปรับปรุงพื้นผิว palygorskite clay ด้วย 3-aminopropyl trimethoxysilane ที่เสริมแรงใน polypropylene พบว่าการเติม palygorskite clay ที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยเพิ่มความหนืดของคอมพอลิไซด์ให้สูงขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับ การเติม palygorskite clay ที่ได้ปรับปรุงพื้นผิวแล้ว



ภาพที่ 4.19 แสดง Torque rheometry ของพอลิเมอร์คอมพอลิไซด์โดยเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS

4.3.4 การทดสอบ melt viscosity ด้วยการวัดค่า melt flow index (MFI)

จากตารางที่ 4.13 แสดงค่า melt flow index (MFI) ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮลีนต่างชนิดกัน พบว่าการเติมเส้นใยแก้วที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวลงในพอลิเมอร์ผสม (RPET/PA6/EBM/GF) พบว่ามีค่า MFI ลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเปรียบเทียบกับสูตรที่ไม่เติมเส้นใยแก้ว เนื่องจากการเติมเส้นใยแก้วลงไปจะเข้าไปขัดขวางการไหลผ่านของสายโซ่พอลิเมอร์ แต่เมื่อเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮลีนทั้งสามชนิดลงไปในพอลิเมอร์ผสม พบว่าพอลิเมอร์คอมพอสิตมีค่า MFI ลดลง แสดงให้เห็นว่าการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไฮลีนช่วยเพิ่มแรงยึดเหนี่ยวระหว่างเส้นใยแก้วและเมทริกซ์ โดยหากการยึดติดดังกล่าวมีความแข็งแรงจะส่งผลให้สายโซ่พอลิเมอร์มีการเคลื่อนไหวและจัดเรียงตัวไปตามแนวแรงยากขึ้นและเกิดความต้านทานการไหลของคอมพอสิตหลอมที่เพิ่มขึ้นด้วย ส่งผลให้ระบบมีความหนืดสูงขึ้น โดยความหนืดของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮลีนที่มีความหนืดมากที่สุดคือ TMSPM และรองลงมาเป็น APTMS และ GPTMS ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าสอดคล้องกับผลค่าทอร์กของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ศึกษาในงานวิจัยนี้

ตารางที่ 4.13 ค่า melt flow index [MFI] ของพอลิเมอร์คอมพอสิต RPET/PA6/EBM ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้ว

ชิ้นงานทดสอบ	Melt flow index [MFI]
	(g/10 min)
RPET/PA6/EBM5	65.59 ± 1.90
RPET/PA6/EBM/GF	56.27 ± 1.06
RPET/PA6/EBM/TMSPM-GF	53.86 ± 0.73
RPET/PA6/EBM/APTMS-GF	54.10 ± 0.58
RPET/PA6/EBM/GPTMS-GF	55.51 ± 0.89

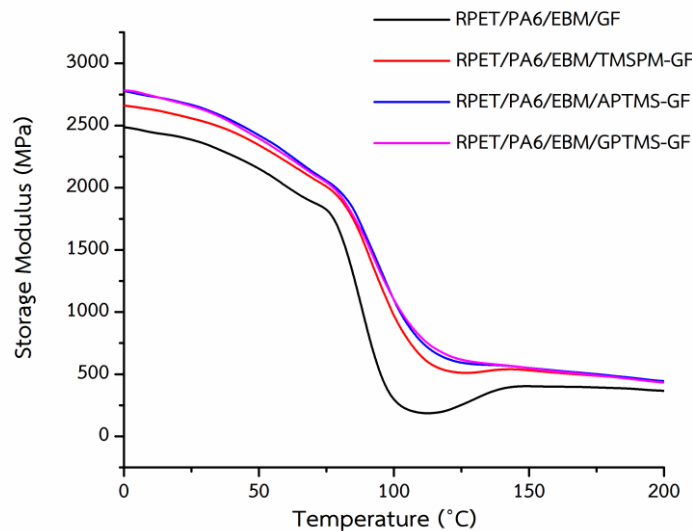
4.3.5 การศึกษาสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกส์ด้วยเทคนิค DMTA (dynamic mechanical analysis)

สมบัติเชิงกลแบบพลวัตของวัสดุคอมพอสิตได้ทำการศึกษาด้วยเครื่อง Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) โหมด tension โดยทำการทดสอบชิ้นงานแผ่นซีทที่ช่วงอุณหภูมิการทดสอบตั้งแต่ 0 ถึง 200 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 3 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่ความถี่ 1 เฮิรตซ์

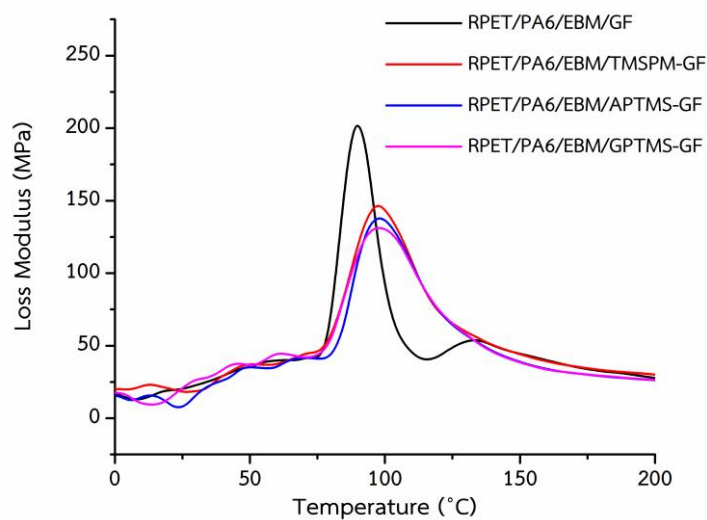
จากภาพที่ 4.20 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า Storage modulus (E') กับอุณหภูมิของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสาน-ไฮเลนต่างชนิดกัน โดยค่า E' เป็นค่าที่บ่งบอกถึงความเป็นอิลาสติกหรือความแข็งเกร็ง (stiffness) ของวัสดุ หากพิจารณาในช่วงอุณหภูมิทดสอบ 0 ถึง 70 องศาเซลเซียส พบว่าวัสดุคอมพอสิตที่มีการเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนมีค่า E' สูงกว่าสูตรที่เติมเส้นใยแก้วที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว แสดงให้เห็นถึงการยึดติดกันที่ดีระหว่างพื้นผิวของเส้นใยแก้วและเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ จึงทำให้ในขณะให้แรงกระทำแก่วัสดุคอมพอสิตสามารถลดการเลื่อนผ่านแยกออกจากกันของสายโซ่พอลิเมอร์ได้ และทำให้วัสดุคอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนสามารถเก็บสะสมพลังงานไว้ได้มากกว่าการเติมเส้นใยแก้วที่ไม่ปรับปรุงพื้นผิว จากนั้นเมื่อให้อุณหภูมิสูงขึ้นค่า E' ของวัสดุคอมพอสิตทุกสูตรจะลดลงอย่างมากในช่วงอุณหภูมิประมาณ 75 ถึง 130 องศาเซลเซียส เป็นผลมาจากการให้พลังงานแก่วัสดุคอมพอสิตแล้วแล้วเกิดการสั่นไหวของสายโซ่พอลิเมอร์ส่วนอสัณฐานของ RPET หลังจากนั้นช่วงอุณหภูมิประมาณ 140 องศาเซลเซียสมีการเพิ่มขึ้นของค่า E' เป็นผลจากการเกิด cold-crystallization ของ RPET และพบว่าสูตรที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อม-ประสานไฮเลนนั้นพบว่าเกิด cold-crystallization ของ RPET ลดลง

จากภาพที่ 4.21 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า Loss modulus (E'') กับอุณหภูมิ โดยค่า E'' ซึ่งได้จากพลังงานที่กระจายหรือสูญเสียไปเป็นความร้อนของวัสดุ พบว่าสูตรที่มีการเติมเส้นใยแก้วที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนมีค่า E'' น้อยกว่าสูตรที่เติมเส้นใยแก้วที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว โดยอุณหภูมิที่พิกของค่า E'' สามารถบ่งบอกถึงอุณหภูมิ T_g ของวัสดุได้ โดยจากการทดสอบตำแหน่งของค่า T_g ของ RPET ในสูตรที่มีการเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนนั้นจะเลื่อนไปยังอุณหภูมิที่สูงกว่าสูตรที่เติมเส้นใยแก้วที่ไม่ปรับปรุงพื้นผิว ซึ่งสามารถอธิบายได้จากเกิดการหน่วง (retardation) ในการเกิดคลายตัว (relaxation) ของส่วนที่เป็น

อสังฐาน [50] เป็นผลมาจากการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยให้เกิดอันตรกิริยาทางกายภาพ (physical Interactions) ระหว่างเฟสของเส้นใยแก้วและเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ที่เป็นส่วนของผลึก จึงทำให้ความสามารถในการเคลื่อนไหวของสายโซ่พอลิเมอร์ลดลง จึงทำให้ค่า T_g ของวัสดุเพิ่มขึ้น



ภาพที่ 4.20 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า storage modulus กับอุณหภูมิของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนต่างชนิดกัน



ภาพที่ 4.21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า loss modulus กับอุณหภูมิของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนต่างชนิดกัน

ตารางที่ 4.14 ค่า storage modulus และค่า loss modulus ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนต่างชนิดกัน

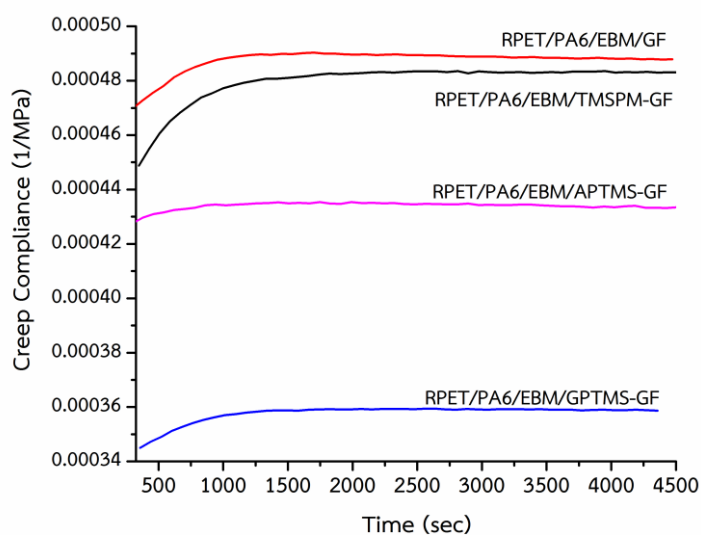
ชั้นงานทดสอบ	Storage modulus [E'] ที่ T= 20°C (MPa)	Storage modulus [E'] ที่ T= 110°C (MPa)	$\Delta E'$ (MPa)	Loss modulus Peak (MPa)	Temperature at loss modulus Peak (°C)
RPET/PA6/EBM/GF	2,412.96	188.22	2,224.74	240.34	88.60
RPET/PA6/EBM/TMSPM-GF	2,584.32	636.45	1,947.87	145.38	96.70
RPET/PA6/EBM/APTMS-GF	2,710.49	758.27	1,952.22	135.18	101.20
RPET/PA6/EBM/GPTMS-GF	2,685.97	756.20	1,929.77	132.43	101.10

ตารางที่ 4.15 เปอร์เซ็นต์การเพิ่มขึ้นของค่า storage modulus ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนต่างชนิดกัน

ชั้นงานทดสอบ	Storage modulus (MPa)	Increasing percentage (%)
RPET/PA6/EBM/GF	2,156.51	0
RPET/PA6/EBM/TMSPM-GF	2,346.24	8.80
RPET/PA6/EBM/APTMS-GF	2,426.26	12.51
RPET/PA6/EBM/GPTMS-GF	2,391.15	10.88

4.3.6 การศึกษาพฤติกรรมการคืบแบบของวัสดุคอมพอลิเมอร์แบบไดนามิกส์ด้วยเทคนิค DMTA (dynamic mechanic thermal analysis)

จากการศึกษาพฤติกรรมการคืบของวัสดุคอมพอลิเมอร์ด้วยเครื่อง Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) โหมด tension โดยทำการทดสอบชิ้นงานแผ่นซีทคอมพอลิเมอร์ RPET/PA6/EBM ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน 3 ชนิด ได้แก่ TMSPM, APTMS และ GPTMS ที่อุณหภูมิการทดสอบ 40 องศาเซลเซียส ความถี่ 1 เฮิร์ตซ์ โดยทดสอบเป็นเวลา 75 นาที (4,500 วินาที) จากภาพที่ 4.22 แสดงค่ากราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า creep compliance กับเวลา โดยทำการทดสอบ short-term creep strain พบว่าสูตรที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยปรับปรุงให้วัสดุเกิดการคืบลดลง ในขณะที่ให้แรงกระทำที่โหลดคงที่แก้ววัสดุ แสดงให้เห็นว่าการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยเพิ่มการยึดติดผิวที่ดีระหว่างเส้นใยแก้วและเมทริกซ์พอลิเมอร์เกิดเป็นพันธะโควาเลนต์ระหว่างกัน จึงทำให้เกิดการถ่ายโอนแรงระหว่างพอลิเมอร์เมทริกซ์และเส้นใยเสริมแรงได้ดีมากขึ้น ส่งผลให้วัสดุคอมพอลิเมอร์เกิดการคืบลดลง โดยจากผลการทดสอบพบว่าสูตรที่ปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วย GPTMS วัสดุเกิดการคืบน้อยที่สุด



ภาพที่ 4.22 แสดงค่า creep compliance ของพอลิเมอร์คอมพอลิเมอร์ที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนต่างชนิดกัน

4.3.7 การศึกษาสมบัติทางความร้อนและหาปริมาณผลึกด้วยเทคนิค DSC (differential scanning calorimetry)

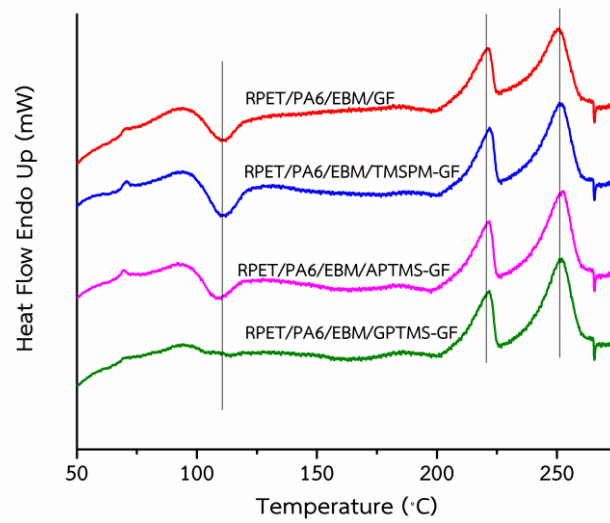
การศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์คอมพอสิตด้วยเทคนิค differential scanning calorimetry (DSC) โดยทดสอบช่วงอุณหภูมิ 30 ถึง 280 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อนและอัตราการเย็นตัวอยู่ที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

จากภาพที่ 4.23 แสดง DSC thermogram ในการให้ความร้อนครั้งแรก (1st heating scan) พบอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) ของ RPET ในวัสดุคอมพอสิตที่มีการเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนอยู่ในช่วง 68-69 องศาเซลเซียส ซึ่งวัสดุคอมพอสิตในแต่ละสูตรมีอุณหภูมิ T_g ใกล้เคียงกัน ซึ่งแตกต่างจากการทดสอบ DMTA ที่สังเกตเห็นการเลื่อนไปของอุณหภูมิ T_g ชัดเจนมากกว่า อาจเป็นผลมาจากการทดสอบ DSC นั้นไม่มีการให้แรงโหลด จึงทำให้การสังเกตเห็นอันตรกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างเฟสได้ยากกว่า นอกจากนี้ในการให้ความร้อนครั้งแรกแก้ววัสดุคอมพอสิตยังแสดงให้เห็นถึงการเกิดการตกผลึกในขณะที่ให้ความร้อน (cold crystallization) ที่ช่วงอุณหภูมิ 100 ถึง 115 องศาเซลเซียส โดยพบว่าการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน ส่งผลต่อการเกิด cold crystallization ของ RPET ลดลง โดยสามารถสังเกตได้จากค่า ΔH_{cc} ดังตารางที่ 4.17 ซึ่งปริมาณการเกิดผลึกในขณะที่ให้ความร้อนของคอมพอสิตที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย GPTMS มีการตกผลึกน้อยที่สุด รองลงมาเป็นการปรับปรุงเส้นใยแก้วด้วย APTMS และ TMSPM เกิดผลึกในขณะที่ให้ความร้อนมากขึ้นตามลำดับ เนื่องจากการปรับปรุงเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยเพิ่มอันตรกิริยา (interaction) ระหว่างผิวเส้นใยแก้วและเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ ทำให้ขณะที่ให้ความร้อนแก่คอมพอสิตเกิดการเคลื่อนที่ของสายโซ่พอลิเมอร์ที่ถูกจำกัด [51] ทำให้การจัดเรียงตัวแล้วตกผลึกใหม่ในขณะที่ให้ความร้อนเป็นไปได้ยากขึ้นด้วย

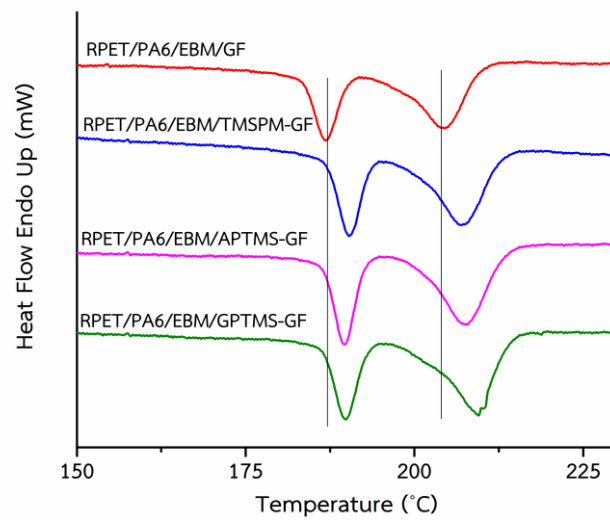
จากภาพที่ 4.24 และตารางที่ 4.16 แสดง DSC curve ในขั้นตอนการหล่อเย็น (cooling scan) พบว่าการเติมเส้นใยแก้วที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีอุณหภูมิ T_c ของ RPET และ PA6 สูงขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับสูตรที่ไม่เติมเส้นใยแก้ว เป็นผลจากการเกิด nucleating effect จากการเติมเส้นใยแก้วลงไปในพอลิเมอร์ผสม ทำให้สายโซ่พอลิเมอร์เริ่มเกิดผลึกได้เร็วขึ้น แต่ในทางกลับกันเมื่อพิจารณาตารางที่ 4.17 พบว่าปริมาณผลึก (X_c) ของ RPET ลดลง เนื่องจากการเติมเส้นใยแก้วจะเข้าไปขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่พอลิเมอร์ในระหว่างกระบวนการเกิดผลึก [52] และเมื่อพิจารณาการเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนทั้งสามชนิด ส่งผลให้ค่า T_c

ของ RPET และ PA6 เกิดการเลื่อนไปที่อุณหภูมิสูงขึ้น โดยสูตร RPET/PA6/EBM/GPTMS-GF จะเกิดการเลื่อนของ T_c ของ RPET ไปที่อุณหภูมิสูงที่สุด รองลงมาเป็นสูตร RPET/PA6/EBM/TMSPM-GF และ RPET/PA6/EBM/APTMS-GF ตามลำดับ เป็นผลมาจากอิทธิพลของสารเชื่อมประสานไซเลนที่อยู่บริเวณผิวของเส้นใยแก้วประพฤติตัวเป็น nucleating agent จึงเหนี่ยวนำให้สายโซ่พอลิเมอร์ เกิดผลึกได้ง่ายขึ้น และเมื่อพิจารณาการเติมเส้นใยแก้วที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน มีปริมาณผลึก (X_c) เพิ่มขึ้นเช่นกัน เมื่อเทียบกับสูตรที่เติมเส้นใยแก้วที่ไม่ปรับปรุงพื้นผิว อาจเป็นเพราะสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยปรับปรุงความเข้ากันและการยึดติดกันระหว่างบริเวณผิวหน้าของเส้นใยแก้วและเฟสของพอลิเมอร์ จึงเหนี่ยวนำให้สายโซ่พอลิเมอร์สามารถก่อผลึกที่บริเวณผิวของเส้นใยแก้ว ปริมาณผลึกของคอมพอสิตจึงเพิ่มขึ้น นอกจากนี้เมื่อพิจารณาอุณหภูมิหลอมผลึก (T_m) ในการให้ความร้อนขั้นที่ 2 ดังที่แสดงในภาพที่ 4.25 และตารางที่ 4.16 จะเห็นว่า การเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนนั้นไม่มีผลต่อค่า T_m ของ RPET และ PA6 เมื่อเทียบกับสูตรที่ไม่มีการเติมเส้นใยแก้ว

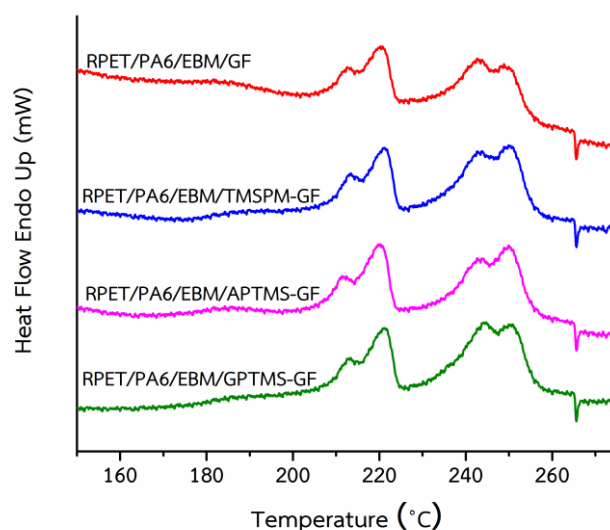
โดยงานวิจัยของ Guilong Wang และคณะ [53] ที่ได้ทำการเสริมแรง PLA ซึ่งเป็น polyester ด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย 3-aminopropyl methyl dimethoxy silane พบว่าการเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวปริมาณ 5, 10, 15 และ 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าปริมาณผลึกของ PLA เพิ่มขึ้น ตามปริมาณการเติมเส้นใยแก้วที่เพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับ pure PLA



ภาพที่ 4.23 DSC curve แสดง first heating scan ของพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS



ภาพที่ 4.24 DSC curve แสดง cooling scan ของพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS



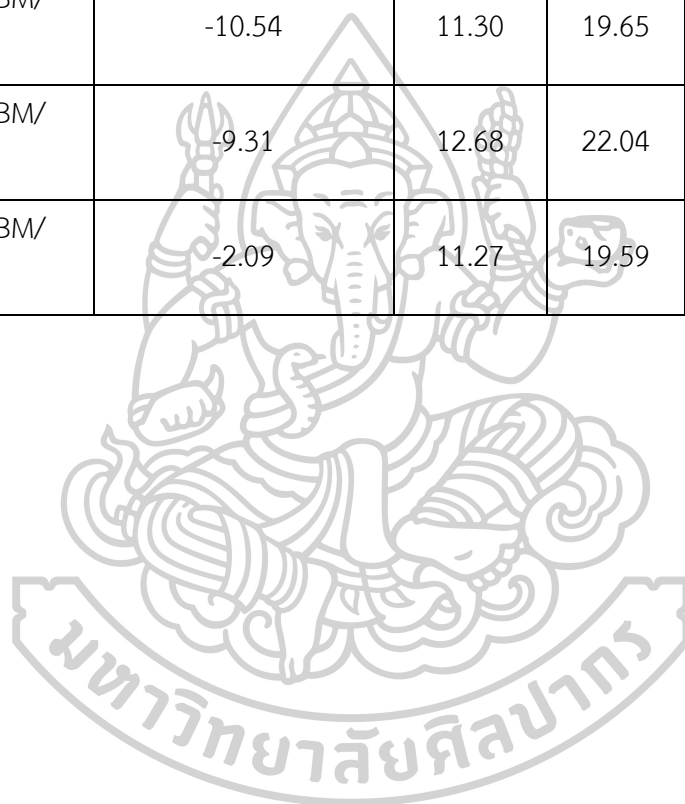
ภาพที่ 4.25 DSC curve แสดง second heating scan ของพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS

ตารางที่ 4.16 ค่า T_g , T_c และ T_m ของ RPET และ PA6 ของพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS ได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค DSC

ชิ้นงานทดสอบ	1 st heating scan		Cooling scan		2 nd heating scan	
	RPET		PA6	RPET	PA6	RPET
	T_g (°C)	T_{cc} (°C)	T_c (°C)	T_c (°C)	T_m (°C)	T_m (°C)
RPET/PA6/EBM/GF	68.95	110.05	187.84	206.51	220.74	249.67
RPET/PA6/EBM/TMSPM-GF	69.36	110.05	190.34	208.00	221.24	249.95
RPET/PA6/EBM/APTMS-GF	68.54	107.87	189.69	208.59	220.25	249.95
RPET/PA6/EBM/GPTMS-GF	68.53	114.16	189.85	209.51	221.24	249.68

ตารางที่ 4.17 ค่า ΔH_{cc} , ΔH_m และปริมาณผลึก (X_c) ของพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน TMSPM, APTMS และ GPTMS ที่ได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค DSC

ชิ้นงานทดสอบ	1 st heating scan	2 nd heating scan			
	RPET	PA6		RPET	
	ΔH_{cc} (J/g)	ΔH_m (J/g)	X_c (%)	ΔH_m (J/g)	X_c (%)
RPET/PA6/EBM/GF	-12.99	10.64	18.49	18.08	17.21
RPET/PA6/EBM/ TMSPM-GF	-10.54	11.30	19.65	19.33	18.39
RPET/PA6/EBM/ APTMS-GF	-9.31	12.68	22.04	19.50	18.56
RPET/PA6/EBM/ GPTMS-GF	-2.09	11.27	19.59	20.41	19.42



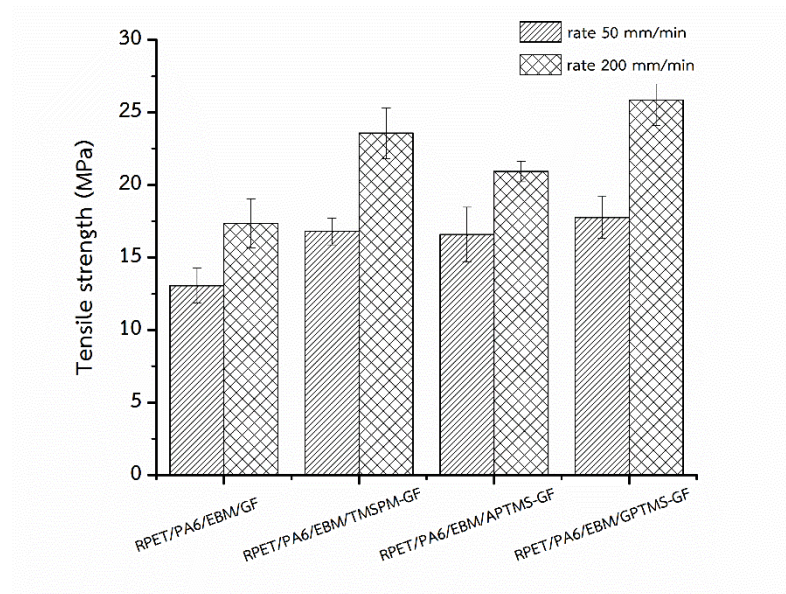
4.3.8 การทดสอบสมบัติเชิงกลด้วยการทดสอบสมบัติการดึงยืด (tensile testing)

จากการทดสอบสมบัติการดึงยืดของแผ่นซีทพอลิเมอร์คอมพอสิตด้วยเครื่อง universal testing machine ตามมาตรฐาน ASTM D882 โดยขนาด load cell เท่ากับ 5 กิโลนิวตัน ด้วยความเร็วในการดึงขึ้นงาน 50 และ 200 มิลลิเมตร/นาที เพื่อศึกษาพฤติกรรมของขึ้นงานในระหว่างการดึง โดยจะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างชนิดของสารเชื่อมประสานไซเลนที่ใช้ในการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วที่เติมใน RPET/PA6/EBM5 ต่อค่าความต้านทานต่อแรงดึง (tensile strength) และค่าเปอร์เซ็นต์การยืด ณ จุดขาด (elongation at break)

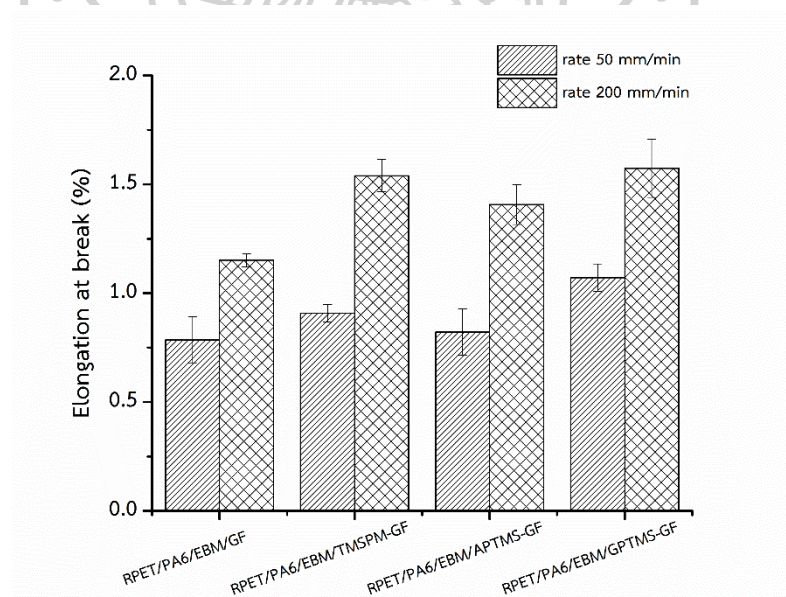
จากภาพที่ 4.26 และตารางที่ 4.18 แสดงค่า tensile strength ที่อัตราการดึง 50 มิลลิเมตร/นาที พบว่าวัสดุคอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนมีค่า tensile strength สูงกว่าวัสดุคอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว เนื่องจากการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยให้เกิดอันตรกิริยาระหว่างพื้นผิวระหว่างเส้นใยแก้ว (Interfacial interaction) และเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ ส่งผลให้การยึดติด (adhesion) ของเส้นใยแก้วและพอลิเมอร์เมทริกซ์ดีขึ้น [54] เป็นไปได้ว่าความเค้น (stress) ที่แก้ววัสดุคอมพอสิตสามารถถ่ายเทจากเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ไปยังเส้นใยแก้ว [55] เป็นผลให้ค่า tensile strength มีค่าสูงขึ้น ซึ่งผลการทดลองมีแนวโน้มเดียวกับงานวิจัยของ Kutlay Sever และคณะ [56] ได้ศึกษาผลของการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุคอมพอสิต epoxy ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้ว พบว่าเมื่อมีการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วย γ -glycidoxypropyltrimethoxysilane (γ -GPS) ส่งผลให้ค่า tensile strength ของวัสดุคอมพอสิตมีค่าเพิ่มขึ้น

เมื่อพิจารณาการทดสอบที่อัตราการดึง 200 มิลลิเมตร/นาที พบว่าค่า tensile strength และค่า elongation at break ของพอลิเมอร์คอมพอสิตทุกสูตรมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด เมื่อเปรียบเทียบกับอัตราการดึง 50 มิลลิเมตร/นาที เป็นผลมาจากการเพิ่มอัตราการดึง (strain rate) แก่วัสดุ จะทำให้สายโซ่พอลิเมอร์มีเวลาในการตอบสนองต่อแรงกระทำภายนอกสั้นลง ซึ่งเป็นการตอบสนองแบบบิลาสติก เป็นผลให้วัสดุมีความแข็งแรง (strength) และความแข็งเกร็ง (stiffness) เพิ่มขึ้น [57] ซึ่งผลการทดสอบสอดคล้องกับงานวิจัยของ Junjia Cui และคณะ [58] ได้ศึกษาอิทธิพลของอัตราการดึงยืด (strain rate) ที่ผลต่อสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์คอมพอสิต polypropylene ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้ว พบว่าการเพิ่มอัตราการดึงยืดแก้ววัสดุคอมพอสิตนั้นช่วยเพิ่มแรงยึดเหนี่ยวระหว่างเฟสพอลิเมอร์กับเส้นใยแก้ว (interfacial bonding) ส่งผลให้ค่า ultimate strength และ

fracture strain ของวัสดุมีค่าเพิ่มขึ้น โดยการแตกหักของวัสดุนั้นสามารถเกิดขึ้นได้หลายแบบ ได้แก่ การดึงออกของเส้นใย (pull out), การแตกหักของเส้นใย, การแตกของพันธะที่ยึดเหนี่ยวระหว่างเฟสของเนื้อพื้กับเส้นใย (interfacial debonding), การแตกร้าวของเมทริกซ์ (matrix cracking) และพฤติกรรมการแตกหักของเมทริกซ์แบบเหนียวไปถึงเปราะ



ภาพที่ 4.26 Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนต่างชนิดกัน



ภาพที่ 4.27 Elongation at break ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนต่างชนิดกัน

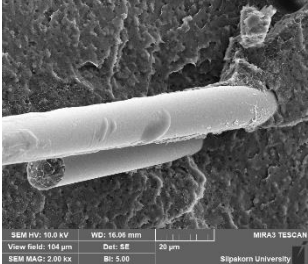
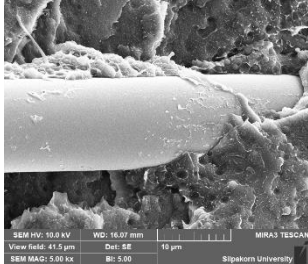
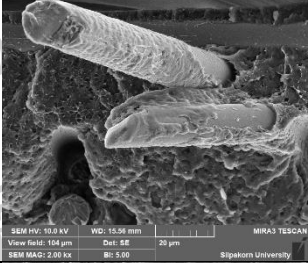


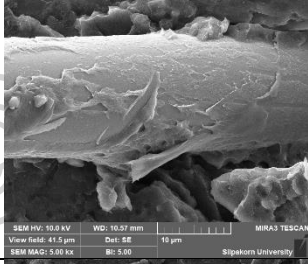
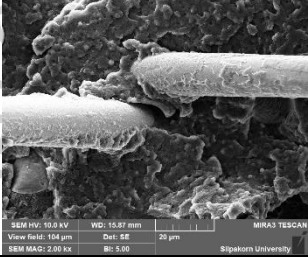
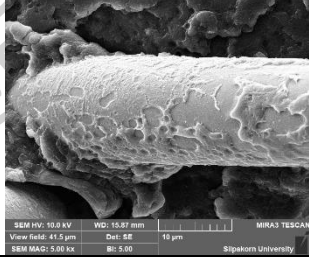
ตารางที่ 4.18 แสดงค่า Tensile strength และค่า Elongation at break ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนด่างชนิดกัน

ชิ้นงานทดสอบ	Tensile strength (MPa)		Elongation at break (%)	
	Rate 50 mm/min	Rate 200 mm/min	Rate 50 mm/min	Rate 200 mm/min
RPET/PA6/EBM/GF	13.06 ± 1.21	17.34 ± 1.67	0.78 ± 0.11	1.15 ± 0.03
RPET/PA6/EBM/ TMSPM-GF	16.80 ± 0.92	23.57 ± 1.74	0.91 ± 0.04	1.57 ± 0.13
RPET/PA6/EBM/ APTMS-GF	16.59 ± 1.88	20.93 ± 0.70	0.82 ± 0.11	1.41 ± 0.09
RPET/PA6/EBM/ GPTMS-GF	17.75 ± 1.44	25.84 ± 1.75	1.07 ± 0.06	1.54 ± 0.07

4.3.9 การทดสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM (scanning electron microscopy)

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของคอมพอสิตด้วยเทคนิค SEM โดยทดสอบชิ้นงานที่ผ่านการแตกหักหลังจากแช่ในไนโตรเจนเหลว ผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 4.19 เป็นภาพ SEM แสดงลักษณะพื้นผิวของเส้นใยแก้ว ที่กำลังขยาย 2,000 และ 5,000 เท่า พบว่าเส้นใยแก้วที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวในสูตร RPET/PA6/EBM/GF มีลักษณะพื้นผิวเรียบและไม่มีการยึดติดของเนื้อพอลิเมอร์บริเวณผิวหน้าของเส้นใยแก้ว แสดงให้เห็นว่ามีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างเฟสพอลิเมอร์กับเส้นใยแก้วที่น้อย แต่เมื่อมีการเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลน พบว่าเกิดการยึดติดของเนื้อพอลิเมอร์บริเวณผิวของเส้นใยแก้วที่ดีขึ้น ยืนยันได้ว่าการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนช่วยเพิ่มความเข้ากันระหว่างเส้นใยแก้วและเฟสของพอลิเมอร์ได้ดีขึ้น ซึ่งสังเกตเห็นได้จากผลของสมบัติเชิงกลของวัสดุที่เมื่อได้รับแรงดึง แรงดังกล่าวจะถูกส่งผ่านจากเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ไปยังเส้นใยแก้วเพื่อดูดซับแรงไว้ได้ จึงทำให้สมบัติเชิงกลได้ถูกปรับปรุงให้ดีขึ้นเมื่อมีการเติมเส้นใยแก้วที่ถูกปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนลงใน RPET/PA6/EBM5

ตารางที่ 4.19 ภาพ SEM แสดงพื้นผิวการแตกหักของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนด่างชนิดกันที่ได้จากการจุ่มแช่ในโตรเจนเหลวที่กำลังขยาย 2,000 และ 5,000 เท่า

ชิ้นงานทดสอบ	กำลังขยาย 2,000 เท่า	กำลังขยาย 5,000 เท่า
RPET/PA6/EBM/GF		
RPET/PA6/EBM/TMSPM-GF		
RPET/PA6/EBM/APTMS-GF		
RPET/PA6/EBM/GPTMS-GF		

บทที่ 5

สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลงานวิจัย

5.1.1 ศึกษาผลของปริมาณของ reactive compatibilizer ที่มีต่อสมบัติต่างๆ ของ RPET/PA6

งานวิจัยในตอนต้นที่ 1 เป็นการศึกษาค่าผลของปริมาณของ reactive compatibilizer ที่มีต่อสมบัติต่างๆ ของ RPET/PA6 โดยกำหนดให้สัดส่วนระหว่าง RPET กับ PA6 คงที่ จากผลการศึกษาพบว่า

- จากการพิสูจน์เอกลักษณ์ของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค FTIR เพื่อศึกษาการเกิดปฏิกิริยาของหมู่ฟังก์ชันของ EBM ซึ่งเป็น reactive compatibilizer กับหมู่ฟังก์ชันที่ปลายสายโซ่ RPET และ PA6 ซึ่งพบว่าไม่สามารถยืนยันได้อย่างแน่ชัดเกี่ยวกับการเกิดปฏิกิริยาดังกล่าวได้

- การศึกษาปฏิกิริยาระหว่างการหลอมผสมด้วยเครื่อง brabender internal mixer พบว่าการเติม EBM ที่ปริมาณ 3 และ 5 phr มีค่าทอร์กสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเจน จึงสามารถยืนยันการเกิดปฏิกิริยาระหว่างหมู่ฟังก์ชันของ EBM กับหมู่ฟังก์ชันที่ปลายสายโซ่ RPET และ PA6 ได้

- ความหนืดของพอลิเมอร์หลอมเหลวด้วยการวัดค่า MFI ของพอลิเมอร์ผสมมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเติม EBM ปริมาณสูงขึ้น โดยการเติม EBM ที่ 5 phr นั้นพอลิเมอร์ผสมมีค่า MFI สูงที่สุด แสดงให้เห็นว่าการเติม EBM ลงไปทำให้สายโซ่โมเลกุลของ RPET และ PA6 ยาวขึ้นและเกิดการเกี่ยวพันกันในขณะการไหลผ่าน capillary die ของพอลิเมอร์หลอมเหลว ซึ่งเป็นแนวโน้มเดียวกันค่า intrinsic viscosity ของสารละลายพอลิเมอร์มีค่าสูงขึ้นเมื่อมีการเพิ่มปริมาณการเติม EBM ซึ่งได้จากการทดสอบ solution viscosity

- การศึกษาสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกส์ด้วยเทคนิค DMTA พบว่าการเติม EBM ปริมาณเพิ่มขึ้นส่งผลให้การตกผลึกในขณะให้ความร้อนลดลง อีกทั้งยังพบว่าการเติม EBM ที่ 5 phr พอลิเมอร์ผสมมีค่า storage เพิ่มขึ้นอย่างมาก จึงสามารถยืนยันได้ว่าการเติม EBM ช่วยเพิ่มความเข้ากันระหว่าง RPET และ PA6 และช่วยเพิ่มน้ำหนักโมเลกุลของระบบและเกิดการเกี่ยวพันกันของสายโซ่พอลิเมอร์

- ศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC พบว่าการเติม EBM ที่ 3 และ 5 phr มีอุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) ของ RPET ลดลง เนื่องจากสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์มีความยาวเพิ่มขึ้น

สายโซ่โมเลกุลจึงเกิดการเคลื่อนไหวได้ยากขึ้นและเกิดการจัดเรียงตัวเป็นผลึกได้ยาก ซึ่งยืนยันได้จากปริมาณผลึก (X_c) ของ RPET ที่ลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณการเติม EBM โดยสูตรที่เติม EBM 5 phr มีปริมาณผลึกน้อยที่สุด รองลงมาเป็นสูตรที่เติม EBM ที่ 3 และ 1 phr ตามลำดับ และสูตรที่ไม่เติม EBM มีปริมาณผลึกสูงที่สุด แต่ในทางกลับกันการเติม EBM ไม่ส่งผลต่ออุณหภูมิการหลอมผลึก (T_m)

- จากการทดสอบสมบัติการดึงยืด พบว่าพอลิเมอร์ผสมที่เติม EBM มีค่า tensile strength และ elongation at break สูงกว่าเมื่อเทียบกับสูตรที่ไม่เติม EBM เนื่องจากการเติม EBM ช่วยเพิ่มความเข้ากันระหว่างเฟส RPET กับ PA6 และการเพิ่มปริมาณการเติม EBM ช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลแก้วสุดที่ดีขึ้น โดยพบว่าสูตรที่เติม EBM ที่ 5 phr มีสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสมดีสุด รองลงมาเป็นสูตรที่เติม EBM 3 และ 1 phr ตามลำดับ

- จากการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทกของพอลิเมอร์ผสม พบว่าการเติม EBM ใน RPET/PA6 ช่วยให้ค่า impact strength ของวัสดุสูงขึ้น เพราะการเติม EBM ช่วยเพิ่มแรงยึดเหนี่ยวระหว่างเฟส RPET กับ PA6 จึงช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการถ่ายโอนแรงระหว่างเฟสพอลิเมอร์ โดยสูตรที่เติม EBM ที่ 5 phr มีค่า impact strength สูงที่สุด รองลงมาเป็นสูตรที่เติม EBM 3 และ 1 phr ตามลำดับ

- จากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM พบว่าการเติม EBM ใน RPET/PA6 ช่วยให้อนุภาคของเฟส PA6 มีขนาดเล็กลงและมีการกระจายตัวที่ดีในเฟสหลักได้ดี แสดงถึงความเข้ากันระหว่างเฟสรองและเฟสหลักที่ดี โดยพบว่าสูตรที่เติม EBM ที่ 5 phr มีการกระจายตัวของอนุภาคของเฟส PA6 ใน RPET ที่ดีและมีขนาดอนุภาคเล็กที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับสูตรที่เติม EBM ที่ 3 และ 1 phr

- จากผลการทดสอบสมบัติต่างๆ ของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 ที่มีการเติม EBM ที่ 5 phr ช่วยปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ผสมได้ดีที่สุด ทำให้ผู้วิจัยเลือกอัตราส่วนการเติม EBM ที่ 5 phr มาใช้ในงานวิจัยตอนที่ 2 ต่อไป

5.1.2 ศึกษาอิทธิพลของชนิดของสารเชื่อมประสานไซเลนที่ใช้ในการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใย แก้วที่เสริมแรงในพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6/EBM5

งานวิจัยในตอนที 2 เป็นการศึกษาอิทธิพลของชนิดของสารเชื่อมประสานไซเลนที่ใช้ในการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วที่เสริมแรงในพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6/EBM5 โดยการกำหนดปริมาณการเติมเส้นใยแก้วที่ 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากผลการศึกษาพบว่า

- จากการพิสูจน์เอกลักษณ์ของคอมพอสิตด้วยเทคนิค FTIR เพื่อศึกษาการเกิดปฏิกิริยาของหมู่ฟังก์ชันของสารเชื่อมประสานไซเลนกับหมู่ฟังก์ชันที่ปลายสายโซ่ RPET และ PA6 พบว่าไม่สามารถยืนยันได้อย่างแน่ชัดเกี่ยวกับการเกิดปฏิกิริยาดังกล่าวได้ เนื่องจากอาจถูกบดบังด้วยตำแหน่งเลขคลื่นของ RPET และ PA6 บนสายโซ่หลัก

- การศึกษาปฏิกิริยาระหว่างการหลอมผสมด้วยเครื่อง brabender internal mixer พบว่าค่าทอร์คเพิ่มสูงขึ้นเมื่อมีการเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนเมื่อเปรียบเทียบกับสูตรที่เติมเส้นใยแก้วที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว เนื่องจากหมู่ฟังก์ชันของสารเชื่อมประสานไซเลนแต่ละชนิดที่เคลือบบนผิวหน้าเส้นใยแก้วนั้นสามารถเกิดอันตรกิริยากับหมู่ปลายสายโซ่ของ RPET และ PA6 ได้ โดยการเติมเส้นใยแก้วที่ปรับปรุงผิวด้วยชนิด TMSPM จะทำให้คอมพอสิตมีค่าทอร์คสูงสุด รองลงมาคือชนิด APTMS และ GPTMS ตามลำดับ

- จากการทดสอบความหนืดของพอลิเมอร์หลอมเหลวด้วยการวัดค่า MFI ของพอลิเมอร์คอมพอสิต พบว่าการเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนทั้งสามชนิด ส่งผลให้คอมพอสิตมีค่า MFI ที่ลดลงเมื่อเทียบกับสูตรที่เติมเส้นใยแก้วที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว เนื่องจากการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วช่วยให้มีการยึดติดกันดีกับพอลิเมอร์ โดยการเติมเส้นใยแก้วที่ปรับปรุงผิวด้วยชนิด GPTMS จะทำให้คอมพอสิตหลอมเหลวมีค่า MFI สูงสุด รองลงมาคือชนิด APTMS และ TMSPM ตามลำดับ

- จากการศึกษาสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกส์พอลิเมอร์คอมพอสิตด้วยเทคนิค DMTA พบว่าการเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยปรับปรุงให้ค่า storage-modulus ของคอมพอสิตเพิ่มขึ้น และมีค่า loss modulus ลดลง แสดงให้เห็นถึงการยึดติดกันที่ดีระหว่างเส้นใยแก้วและเมทริกซ์ของพอลิเมอร์

- จากการศึกษาพฤติกรรมการคืบแบบไดนามิกส์ของพอลิเมอร์คอมพอสิตด้วยเทคนิค DMTA พบว่าการเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน พบว่าการเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยปรับปรุงให้คอมพอสิตเกิด

การคืบน้อยลงเมื่อเวลาผ่านไป เนื่องจากปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสาน - ไซเลนช่วยลด free volume ระหว่างเส้นใยแก้วและพอลิเมอร์ เนื่องจากการเกิดอันตรกิริยาที่ดีระหว่างกัน

- จากการศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์คอมพอสิตด้วยเทคนิค DSC พบว่าการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนส่งผลให้อุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) ของ RPET เลื่อนไปที่อุณหภูมิสูงขึ้น เนื่องจากสารเชื่อมประสานไซเลนที่อยู่บริเวณผิวของเส้นใยแก้วเปรียบเสมือน nucleating agent จึงเหนี่ยวนำทำให้ RPET เกิดผลึกได้ง่ายขึ้น โดยการเติมเส้นใยแก้วที่ปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนชนิด GPTMS จะส่งผลให้ T_c ของ RPET เลื่อนไปที่อุณหภูมิสูงสุดและมีปริมาณผลึก (X_c) ของ RPET สูงสุด รองลงมาเป็นชนิด APTMS และ TMSPM ตามลำดับ แต่ในทางกลับกันพบว่าการปรับปรุงพื้นผิวของเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนไม่ส่งผลต่ออุณหภูมิการเกิดผลึกของ RPET และ PA6

- จากการทดสอบการดึงยึดแผ่นซีทคอมพอสิต พบว่าการเติมเส้นใยแก้วที่ปรับปรุงผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนทั้งสามชนิดทำให้ค่า tensile strength และค่า elongation at break ของคอมพอสิตสูงขึ้น แสดงให้เห็นว่าสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยเพิ่มการยึดติดกันระหว่างเส้นใยแก้วและเนื้อพอลิเมอร์ ส่งผลให้แรงที่กระทำต่อวัสดุสามารถถ่ายเทจากเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ไปยังเส้นใยแก้วได้ และการเพิ่มอัตราการดึงยึดคอมพอสิตจาก 50 เป็น 200 มิลลิเมตร/นาที พบว่าค่า tensile strength และค่า elongation at break ของคอมพอสิตสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด เนื่องจากสายโซ่พอลิเมอร์มีเวลาในการตอบสนองต่อแรงกระทำภายนอกสั้นลง จึงทำให้วัสดุมีความแข็งแรงและแข็งแรงเพิ่มขึ้น โดยการเติมเส้นใยแก้วที่ปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนชนิด GPTMS จะทำให้คอมพอสิตมีสมบัติเชิงกลดีที่สุด รองลงมาเป็นชนิด TMSPM และ APTMS ตามลำดับ

- จากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM ของคอมพอสิตพบว่าบริเวณผิวหน้าของเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนทั้งสามชนิดนั้นมีการยึดติดของเนื้อพอลิเมอร์บนผิวของเส้นใยแก้ว จึงยืนยันได้ว่าการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยปรับปรุงความเข้ากันได้ระหว่างเฟสพอลิเมอร์กับเส้นใยแก้วให้ดีขึ้น

5.2 ข้อเสนอแนะ

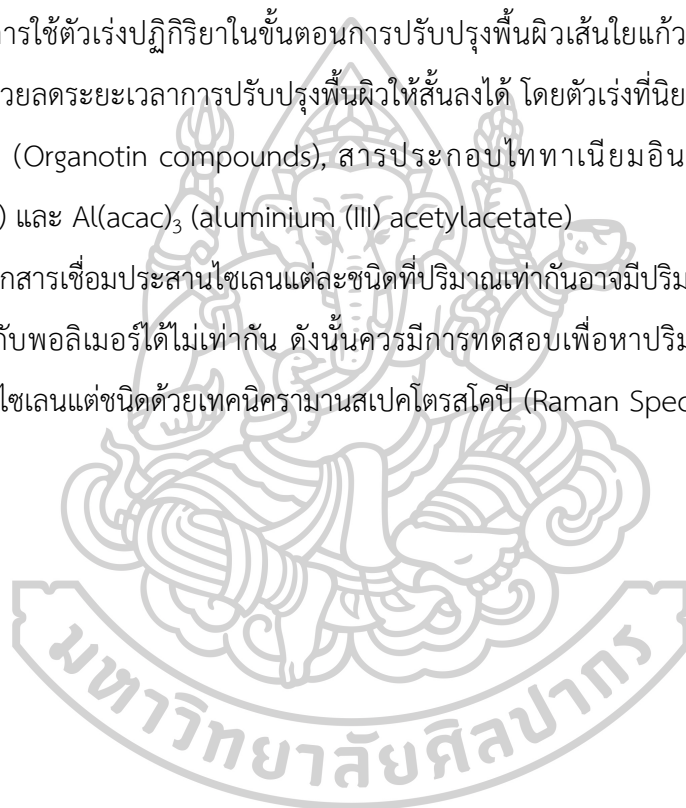
5.2.1 ก่อนนำ PA6 มาใช้ในการหลอมผสม ควรทำการอบให้ดีก่อนทุกครั้งและควรวัดความชื้นด้วยเครื่องวัดความชื้น เนื่องจาก PA6 มีความสามารถในการดูดความชื้นได้ง่ายมาก

5.2.2 การใช้ reactive compatibilizer ในงานวิจัย อาจจะส่งผลกระทบต่อกระบวนการย่อยสลายของพอลิเมอร์ผสม

5.2.3 เนื่องจากในงานวิจัยนี้มีการใช้เส้นใยแก้วที่มีขนาดเล็ก จึงเป็นอันตรายต่อการระคายเคืองผิวหนังและระบบทางเดินหายใจ ดังนั้นควรสวมถุงมือและอุปกรณ์ป้องกันการสูดดม

5.2.4 หากมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้นตอนการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสาน-ไฮเลนนั้นจะช่วยลดระยะเวลาการปรับปรุงพื้นผิวให้สั้นลงได้ โดยตัวเร่งที่นิยมใช้จะเป็นสารประกอบดีบุกอินทรีย์ (Organotin compounds), สารประกอบไททาเนียมอินทรีย์ (organotitanate compounds) และ $Al(acac)_3$ (aluminium (III) acetylacacetate)

5.2.5 เนื่องจากสารเชื่อมประสานไฮเลนแต่ละชนิดที่ปริมาณเท่ากันอาจมีปริมาณหมู่ฟังก์ชันที่สามารถเกิดปฏิกิริยากับพอลิเมอร์ได้ไม่เท่ากัน ดังนั้นควรมีการทดสอบเพื่อหาปริมาณหมู่ฟังก์ชันของสารเชื่อมประสานไฮเลนแต่ละชนิดด้วยเทคนิครามานสเปคโตรสโคปี (Raman Spectroscopy)



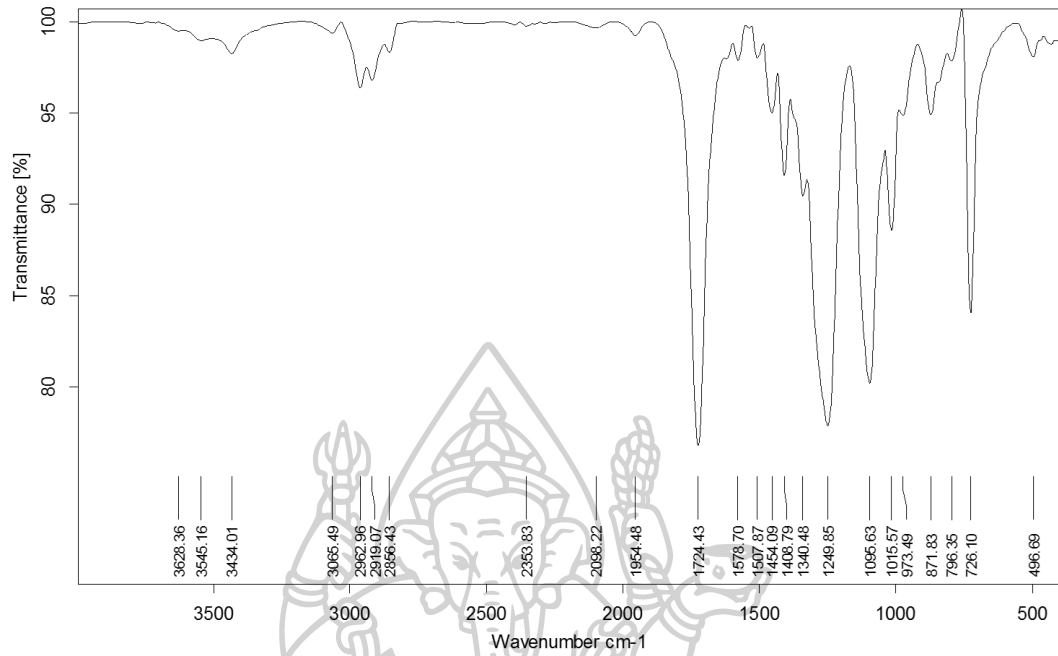




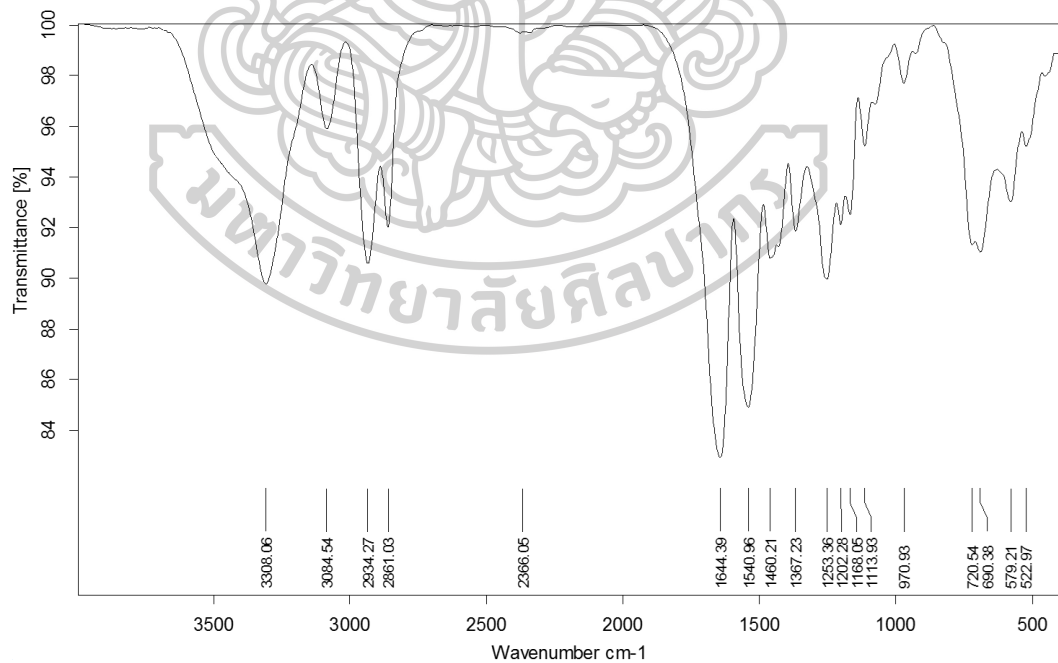
ภาคผนวก ก

ข้อมูลและผลการทดสอบสมบัติต่างๆ

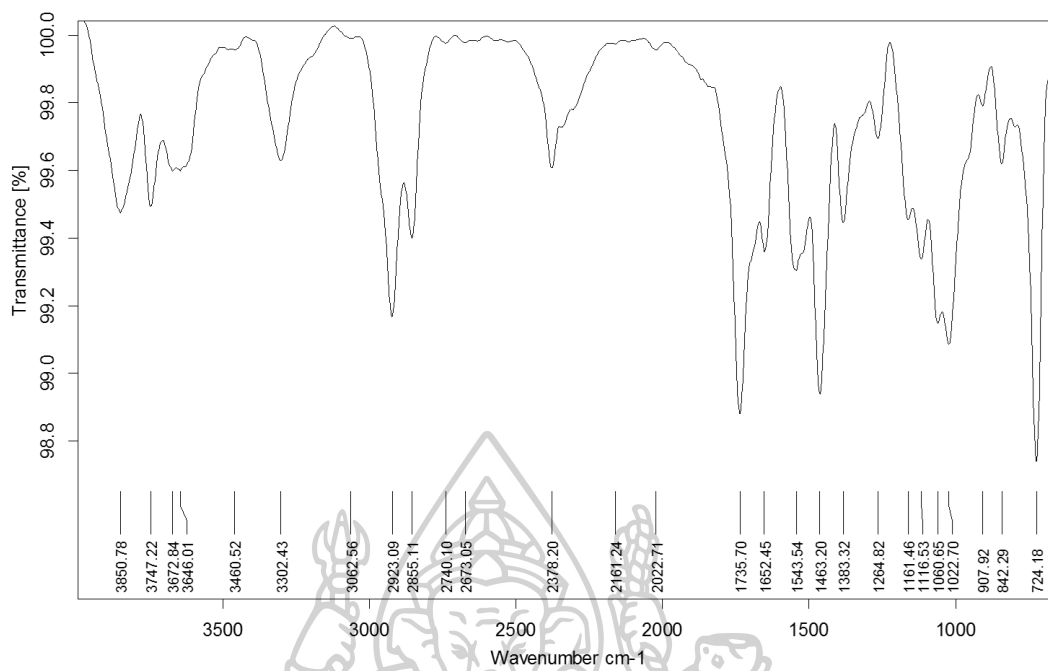
ก-1 ผลการศึกษาหมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FTIR



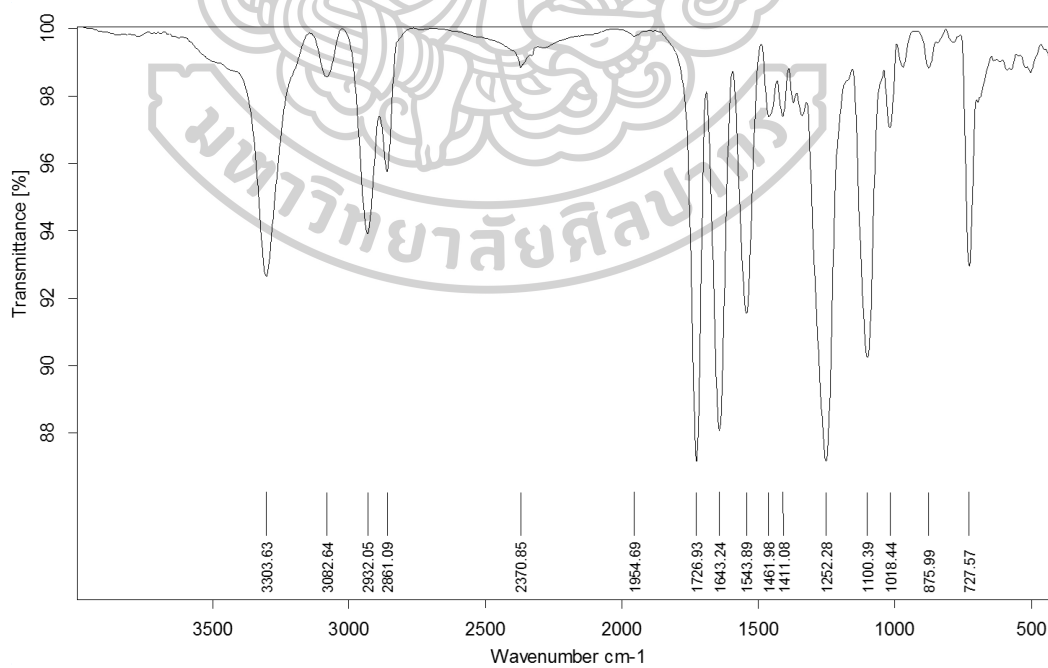
ภาพภาคผนวก ก.1 IR spectra ของ RPET



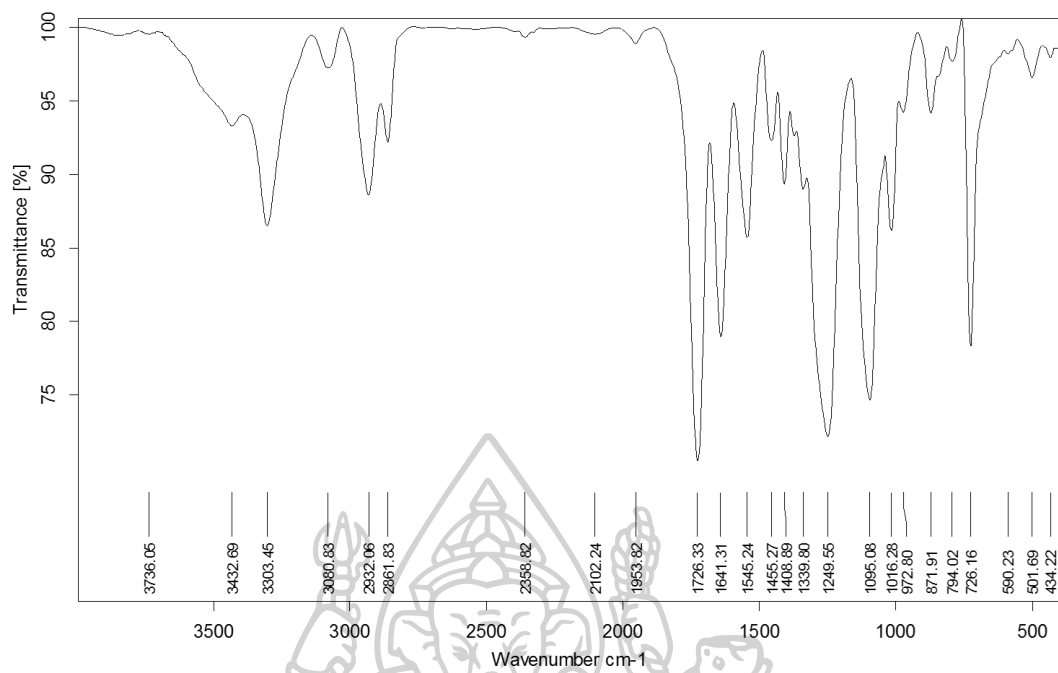
ภาพภาคผนวก ก.2 IR spectra ของ PA6



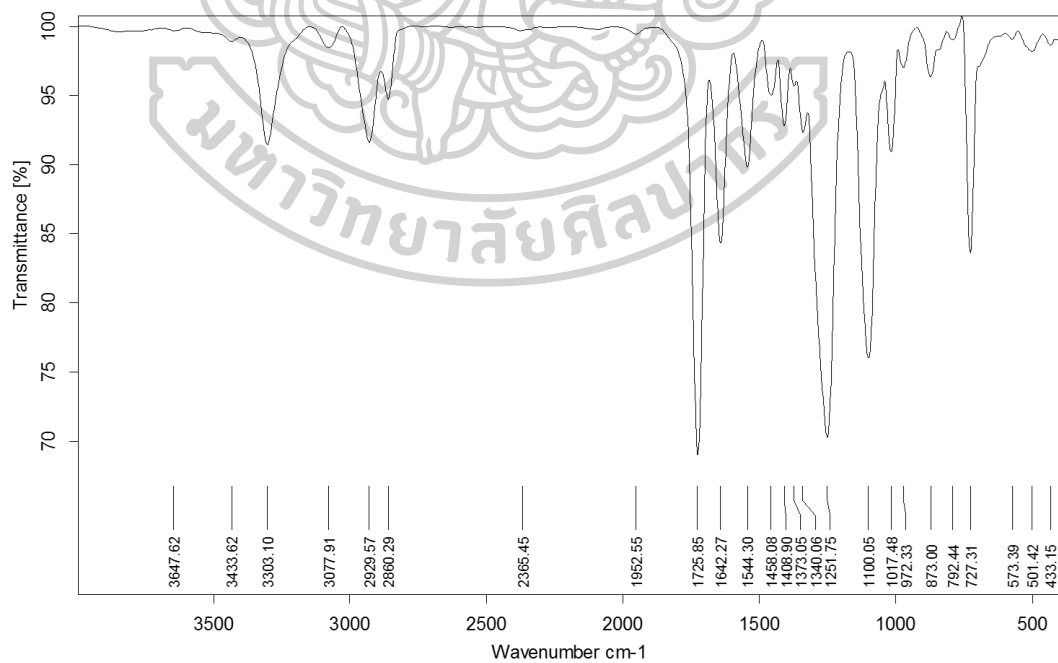
ภาพภาคผนวก ก.3 IR spectra ของ EBM



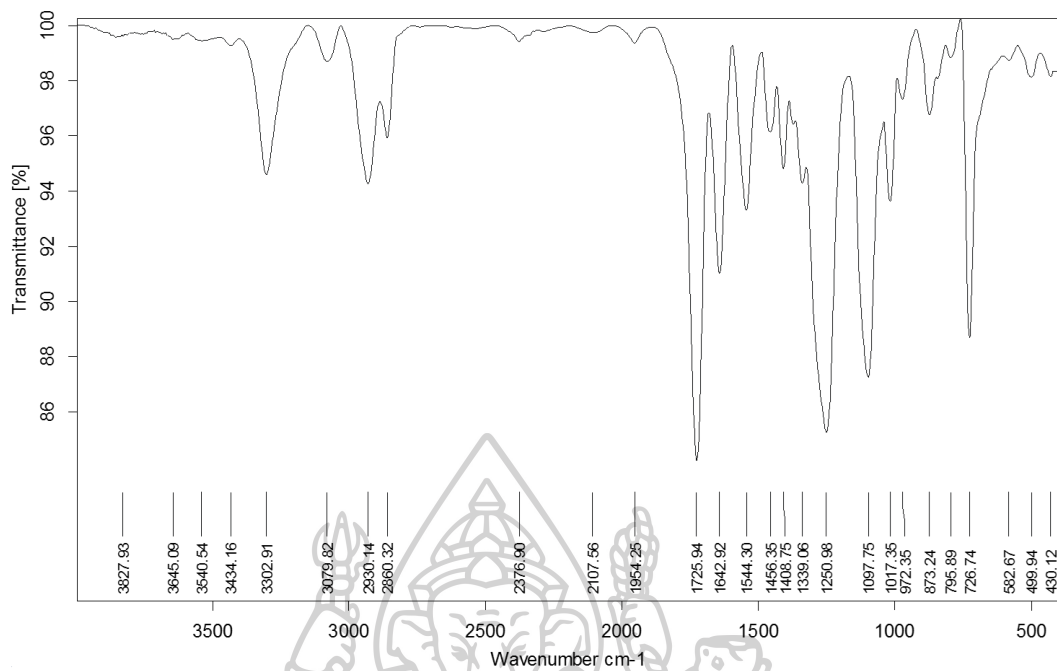
ภาพภาคผนวก ก.4 IR spectra ของ RPET/PA6



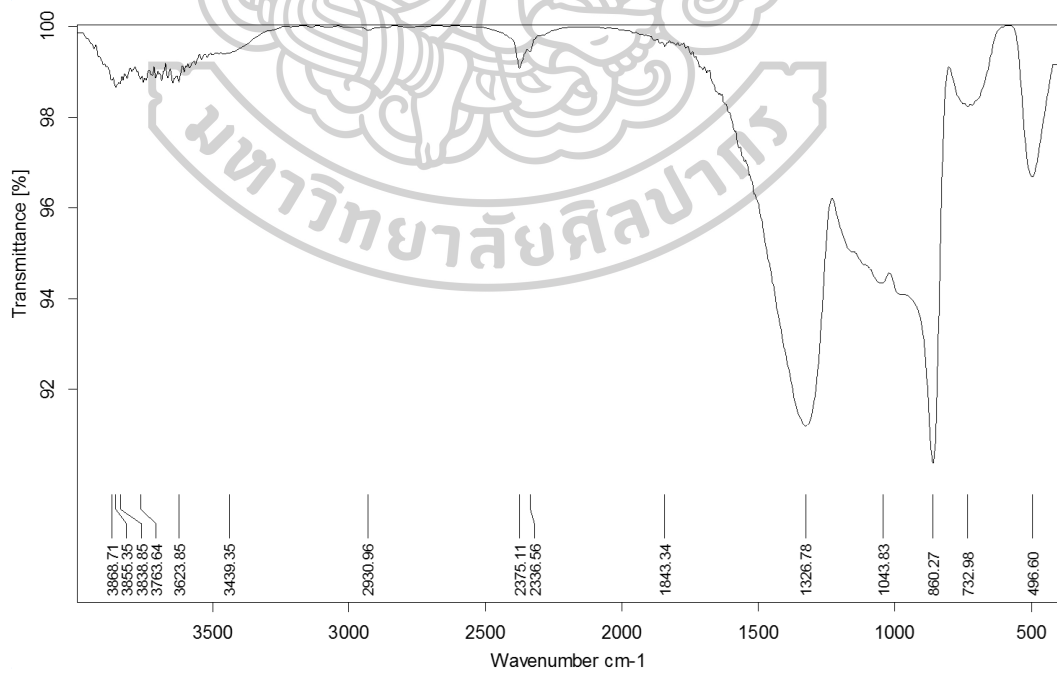
ภาพภาคผนวก ก.5 IR spectra ของ RPET/PA6/EBM1



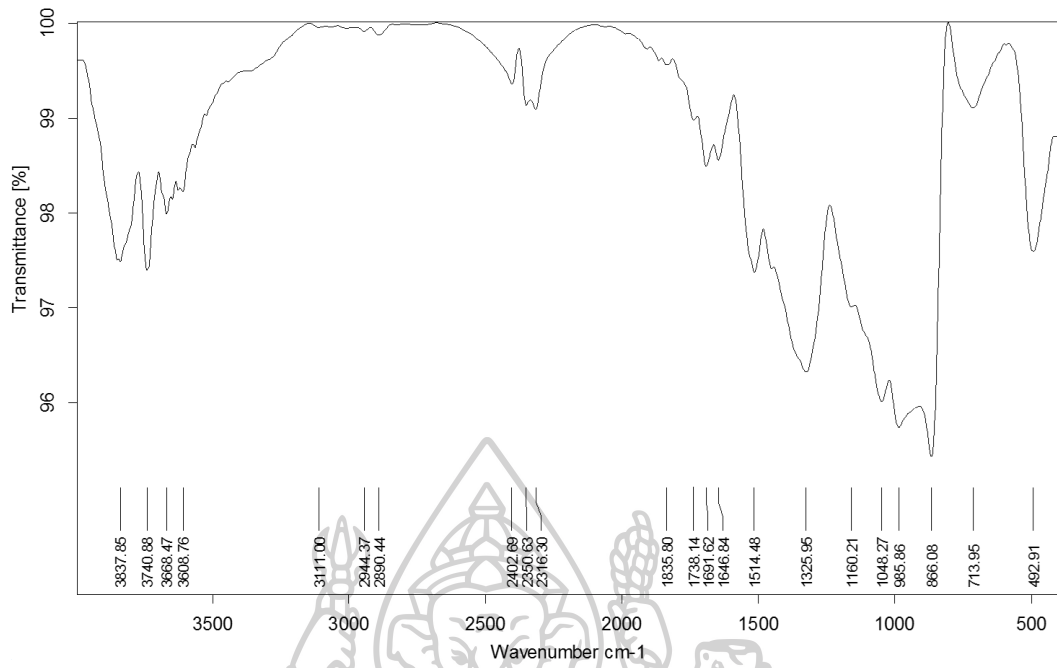
ภาพภาคผนวก ก.6 IR spectra ของ RPET/PA6/EBM3



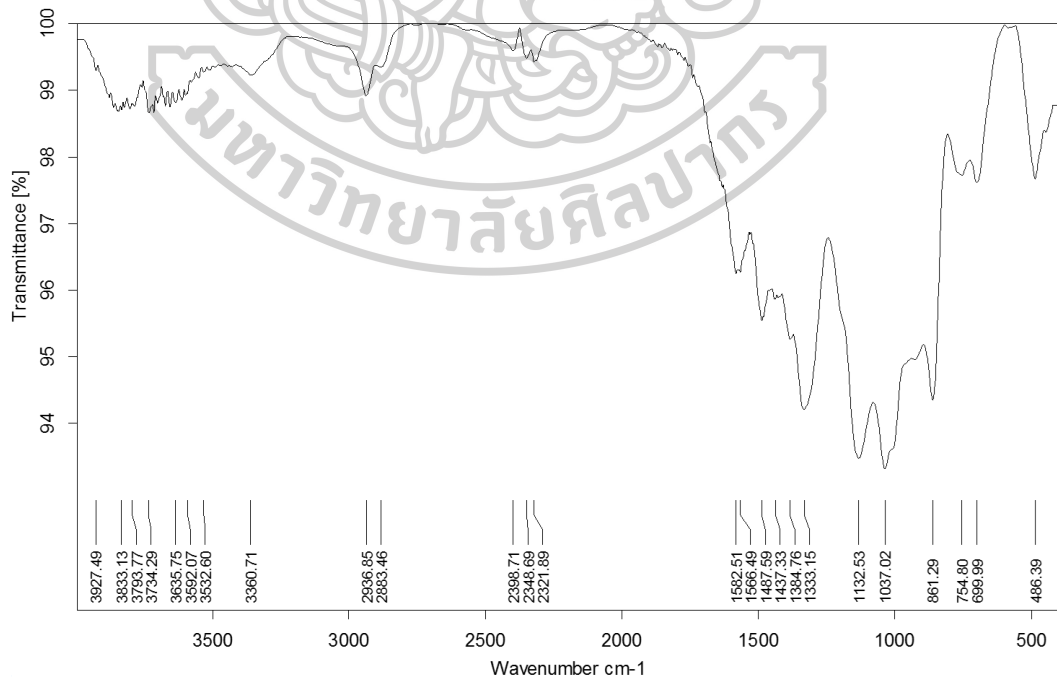
ภาพภาคผนวก ก.7 IR spectra ของ RPET/PA6/EBM5



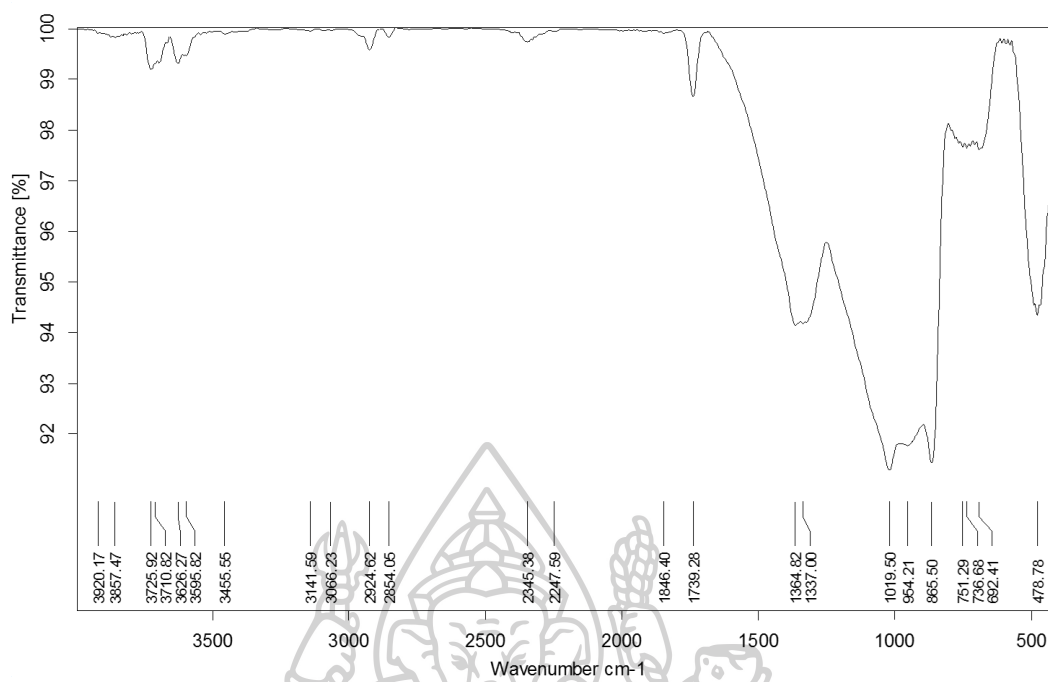
ภาพภาคผนวก ก.8 IR spectra ของ GF



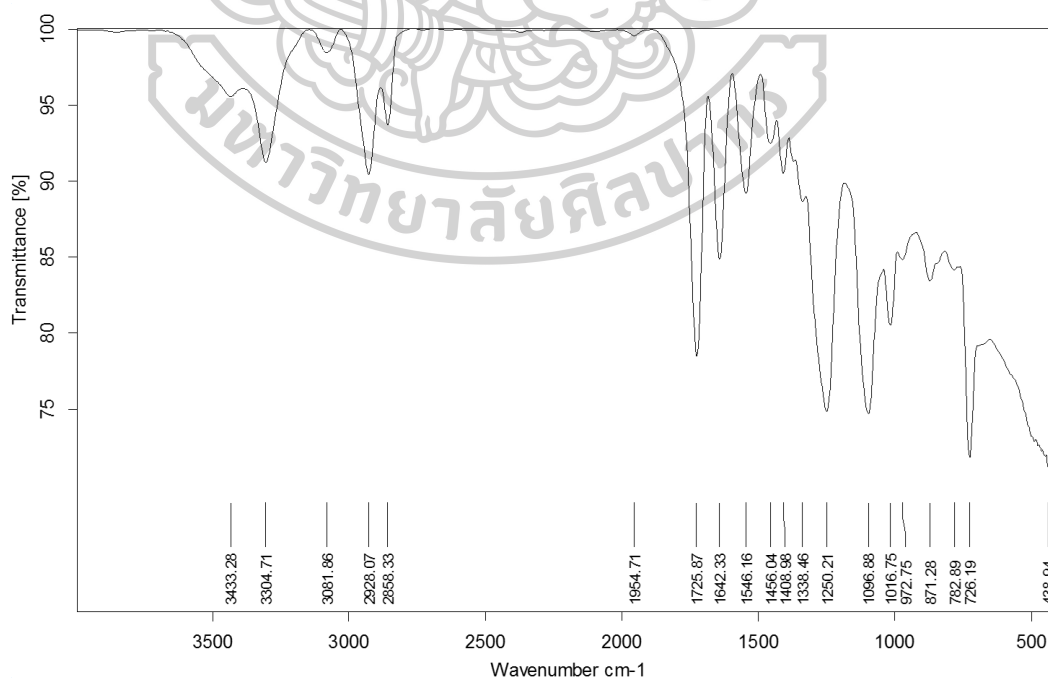
ภาพภาคผนวก ก.9 IR spectra ของ TMS-PM-GF



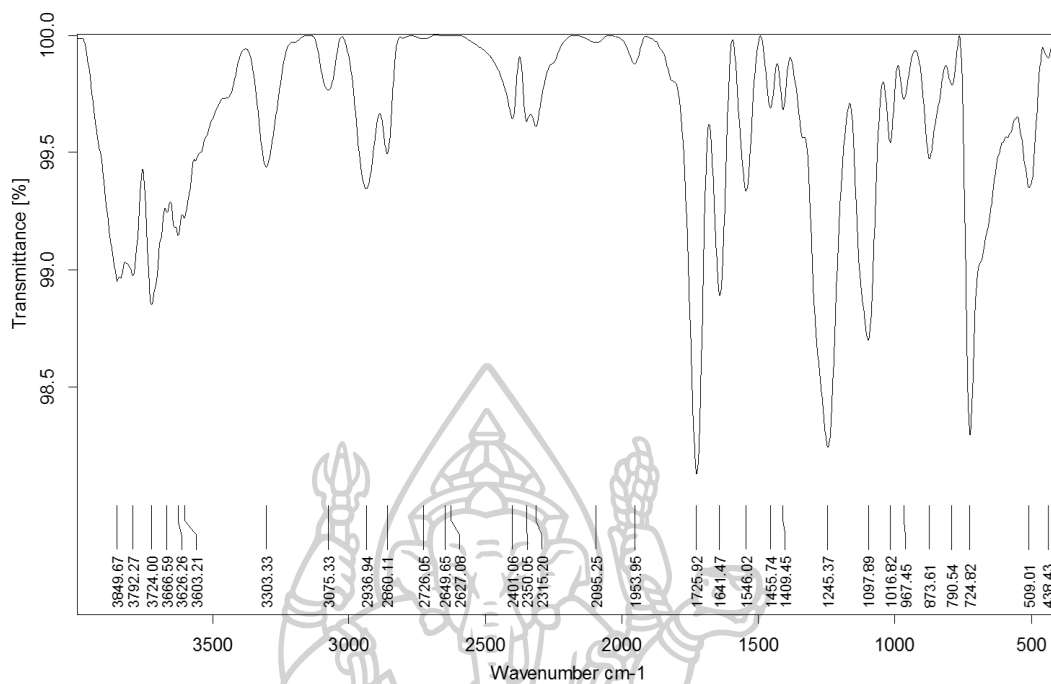
ภาพภาคผนวก ก.10 IR spectra ของ APTMS-GF



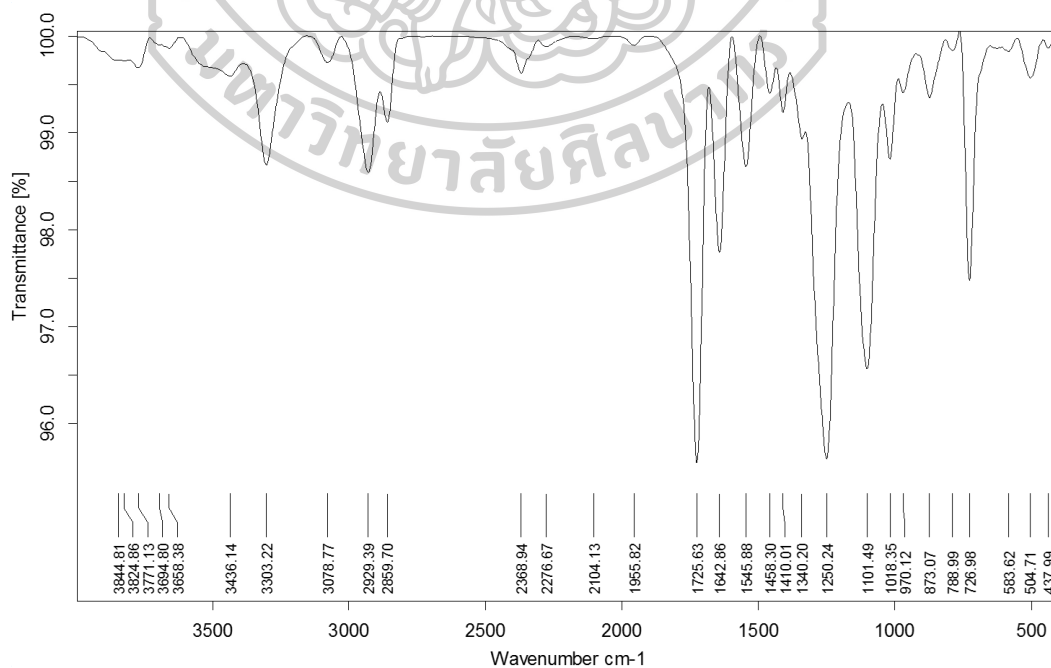
ภาพภาคผนวก ก.11 IR spectra ของ GPTMS-GF



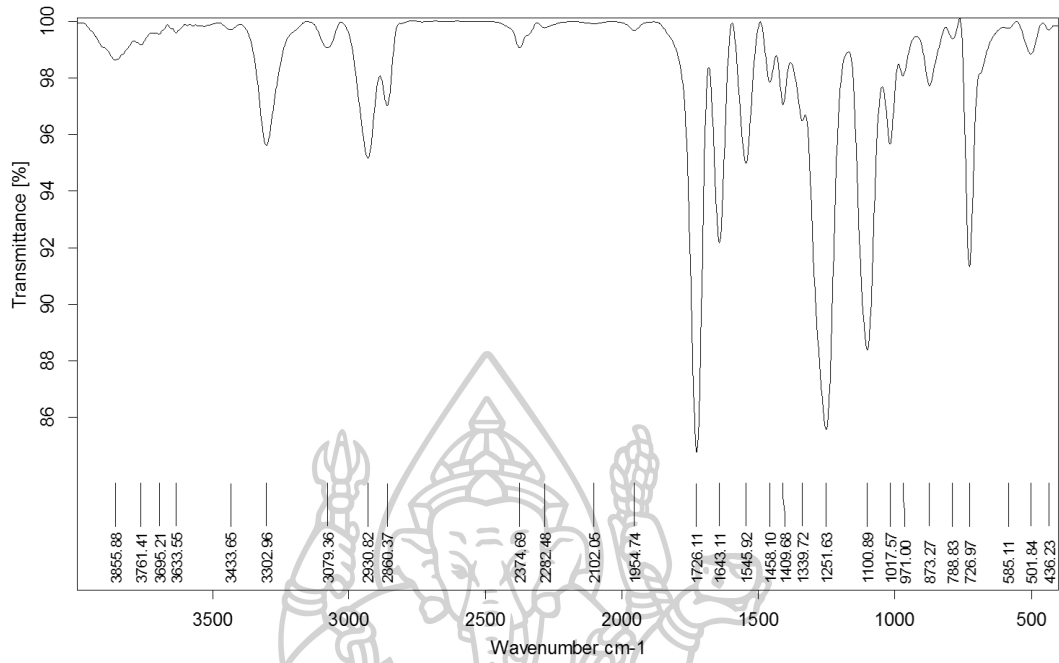
ภาพภาคผนวก ก.12 IR spectra ของ RPET/PA6/EBM/GF



ภาพภาคผนวก ก.13 IR spectra ของ RPET/PA6/EBM/TMSPM-GF

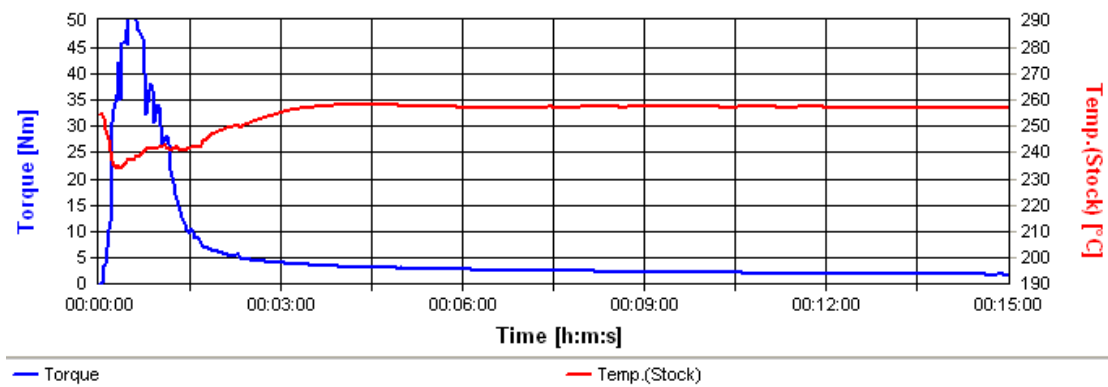


ภาพภาคผนวก ก.14 IR spectra ของ RPET/PA6/EBM/APTMS-GF

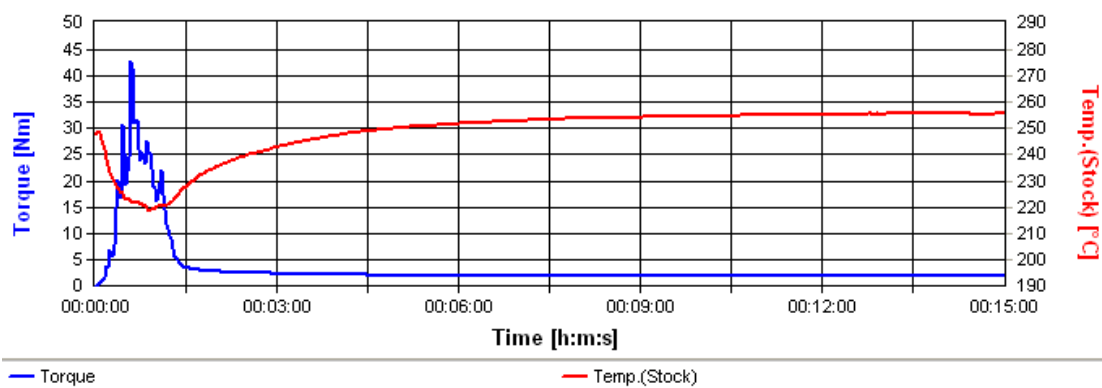


ภาพภาคผนวก ก.15 IR spectra ของ RPET/PA6/EBM/APTMS-GF

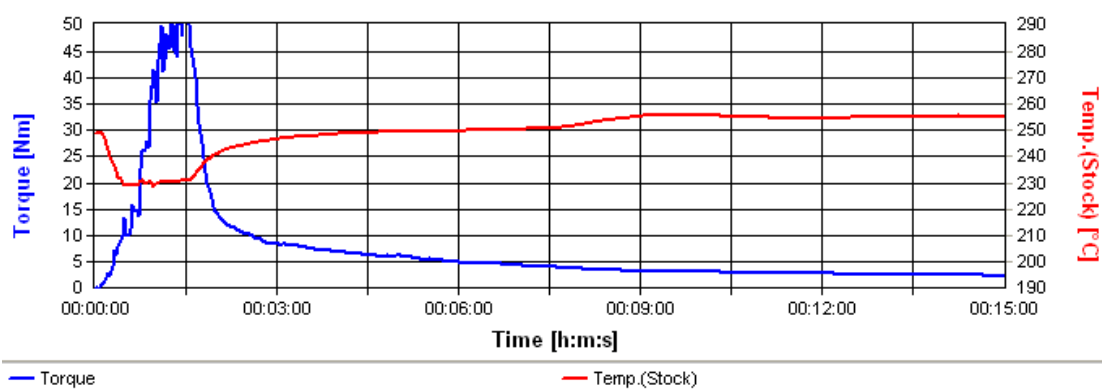
ก-2 ผลการทดสอบปฏิกิริยาระหว่างการหลอมผสม (Reactive processing) ด้วยเครื่อง Brabender internal mixer



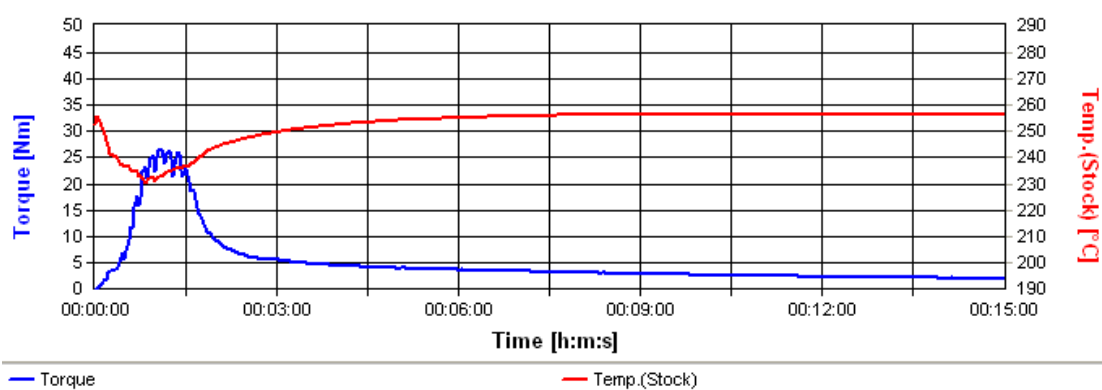
ภาพภาคผนวก ก.16 Torque rheometry ของ RPET



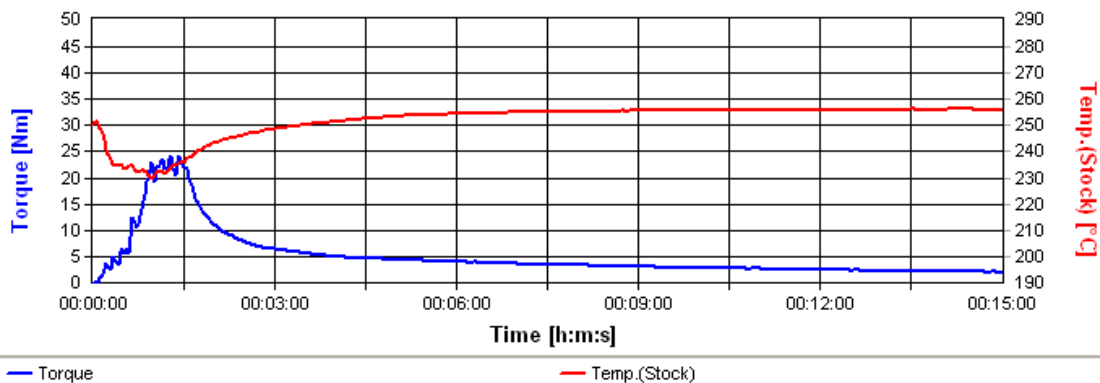
ภาพภาคผนวก ก.17 Torque rheometry ของ PA6



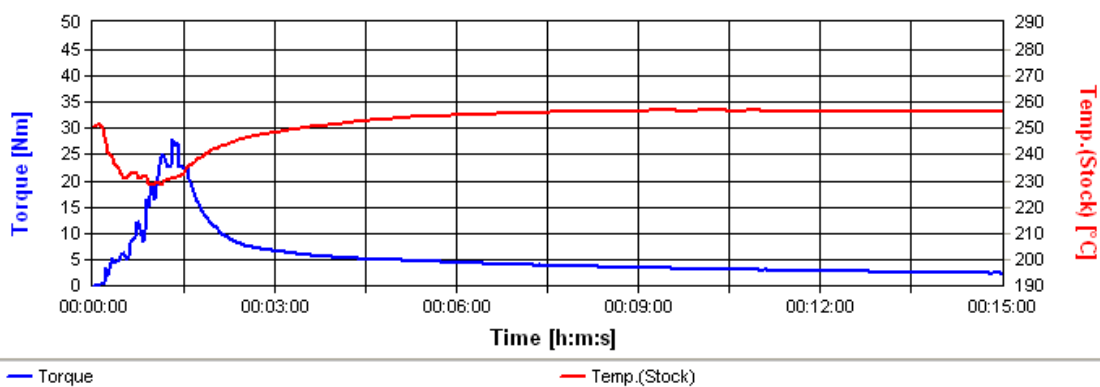
ภาพภาคผนวก ก.18 Torque rheometry ของ RPET/PA6



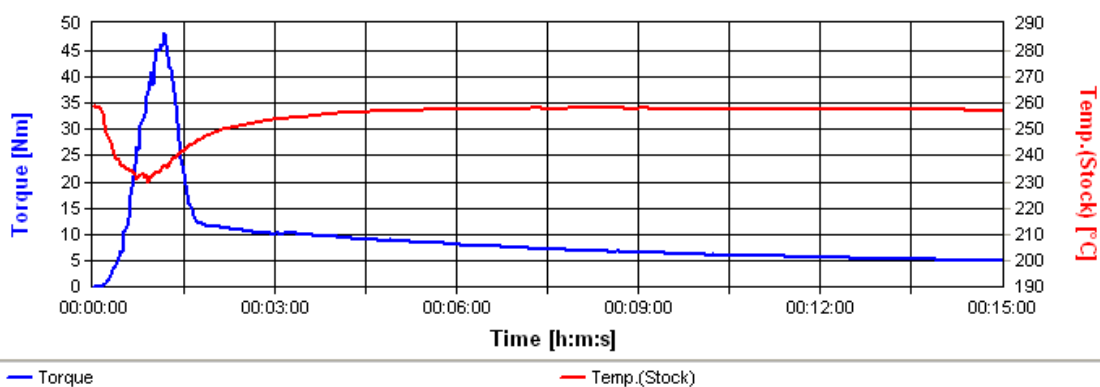
ภาพภาคผนวก ก.19 Torque rheometry ของ RPET/PA6/EBM1



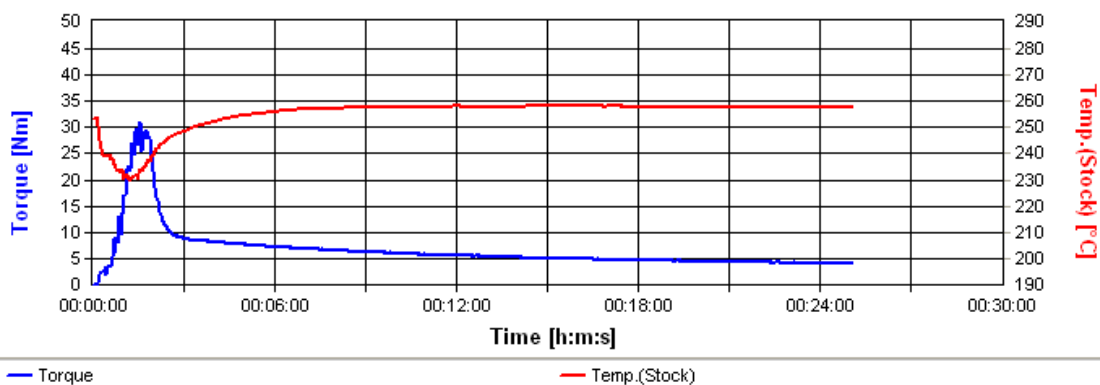
ภาพภาคผนวก ก.20 Torque rheometry ของ RPET/PA6/EBM3



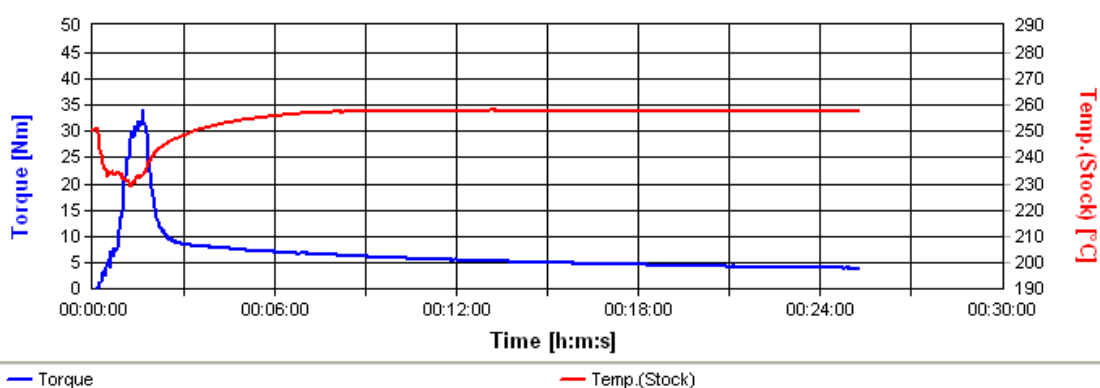
ภาพภาคผนวก ก.21 Torque rheometry ของ RPET/PA6/EBM5



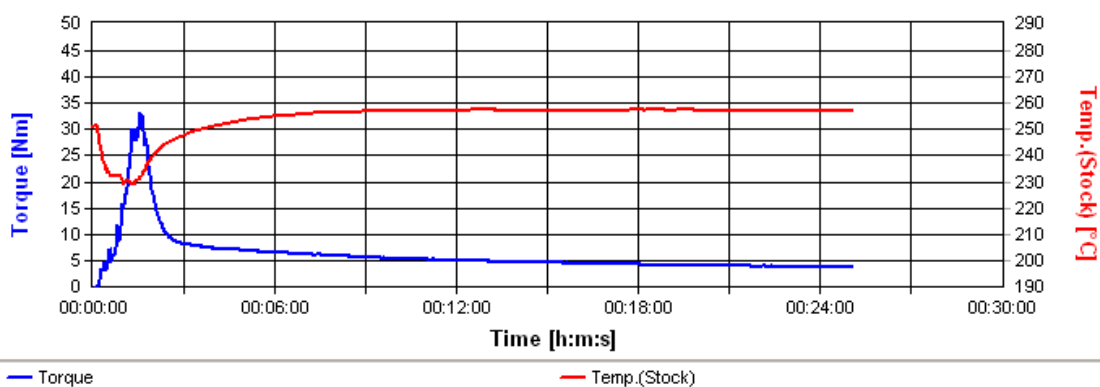
ภาพภาคผนวก ก.22 Torque rheometry ของ RPET/PA6/EBM/GF



ภาพภาคผนวก ก.23 Torque rheometry ของ RPET/PA6/EBM/TMSPM-GF



ภาพภาคผนวก ก.24 Torque rheometry ของ RPET/PA6/EBM/APTMS-GF



ภาพภาคผนวก ก.25 Torque rheometry ของ RPET/PA6/EBM/GPTMS-GF

ก-3 ผลการทดสอบ melt viscosity ด้วยการวัดค่า melt flow index (MFI)

ตารางผนวก ก.1 ข้อมูลที่ได้จากการทดสอบด้วยเครื่อง melt flow indexer ที่สภาวะ 260 °C/2.16 kg

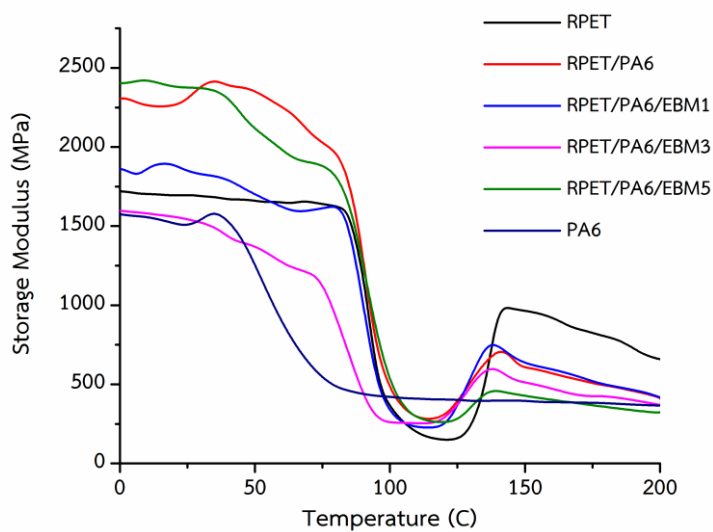
ชิ้นงานทดสอบ	ชิ้นที่	น้ำหนัก (g)	เวลา (s)	MFI (g/10 min)	Avg.(MFI) (g/10 min)	SD
RPET	1	1.46	15.31	57.10	56.75	0.60
	2	1.46	15.31	57.10		
	3	1.43	15.30	56.06		
PA6	1	2.07	15.60	79.45	83.49	4.23
	2	2.23	15.25	87.90		
	3	2.08	15.00	83.12		
RPET/PA6	1	2.64	15.38	102.87	105.42	5.87
	2	2.92	15.62	112.13		
	3	2.63	15.56	101.25		
RPET/PA6/EBM1	1	2.52	15.35	98.62	99.94	2.29
	2	2.62	15.30	102.59		
	3	2.52	15.35	98.62		
RPET/PA6/EBM3	1	1.92	15.14	76.13	75.53	0.52
	2	1.89	15.07	75.23		
	3	1.89	15.07	75.23		
RPET/PA6/EBM5	1	1.62	15.28	63.47	65.59	1.90
	2	2.27	20.26	67.13		
	3	2.24	20.30	66.18		
RPET/PA6/EBM/GF	1	1.43	15.31	56.10	56.27	1.06
	2	1.46	15.87	55.31		
	3	1.46	15.30	57.41		
RPET/PA6/EBM/ TMSPM-GF	1	1.47	16.17	54.69	53.86	0.73
	2	1.81	20.39	53.31		
	3	1.84	20.55	53.59		
RPET/PA6/EBM/ APTMS-GF	1	1.38	15.20	54.51	53.97	0.47
	2	1.41	15.80	53.70		
	3	1.41	15.80	53.70		
RPET/PA6/EBM/ GPTMS-GF	1	1.89	20.27	55.96	55.51	0.89
	2	1.84	20.26	54.49		
	3	1.90	20.27	56.09		

ก-4 ผลการทดสอบ solution viscosity ด้วยการวัดค่า intrinsic viscosity $[\eta]$

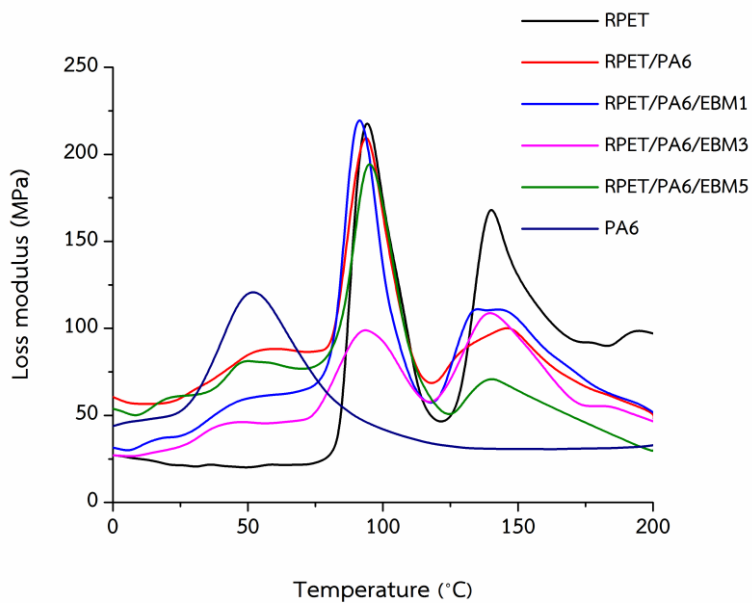
ตารางผนวก ก.2 ข้อมูลที่ได้จากการวัดค่า intrinsic viscosity ด้วย ubbelohde viscometer

ชิ้นงานทดสอบ	เวลาที่สารละลายเคลื่อนที่ (sec.)				η_r			$[\eta]$ (dl/g)					
	1	2	3	Avg	1	2	3	1	2	3	Avg	SD	
Solvent	68.25	68.83	69.14	68.74									
RPET	115.00	114.61	113.74		1.58	1.56	1.55	0.85	0.82	0.81	0.83	0.02	
PA6	108.57	107.11	106.55		2.04	2.05	2.03	1.43	1.44	1.43	1.44	0.01	
RPET/PA6	98.17	97.78	97.97		1.43	1.42	1.43	0.70	0.69	0.70	0.70	0.00	
RPET/PA6/EBM1	102.58	102.17	102.17		1.49	1.49	1.49	0.78	0.77	0.77	0.77	0.00	
RPET/PA6/EBM3	105.77	103.39	104.48		1.54	1.50	1.52	0.92	0.86	0.89	0.89	0.03	
RPET/PA6/EBM5	107.05	107.54	108.41		1.56	1.56	1.58	0.90	0.91	0.93	0.92	0.01	

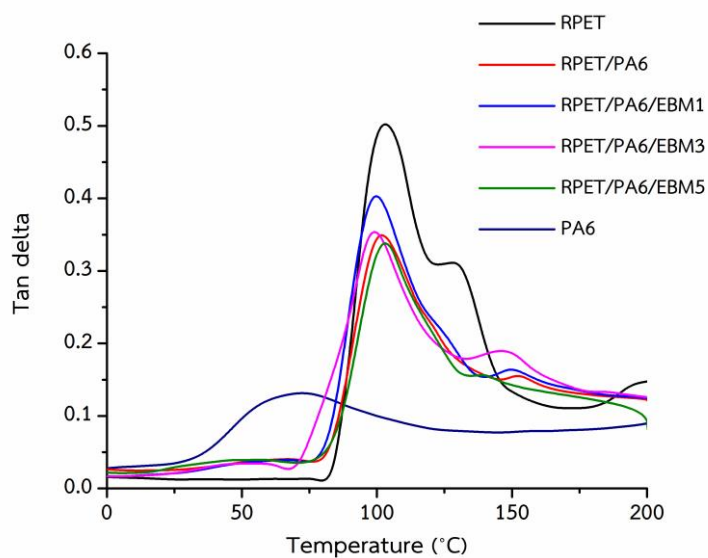
ก-5 ผลการทดสอบ สมบัติเชิงกลแบบไดนามิกส์ด้วยเทคนิค DMTA (Dynamic Mechanical analysis)



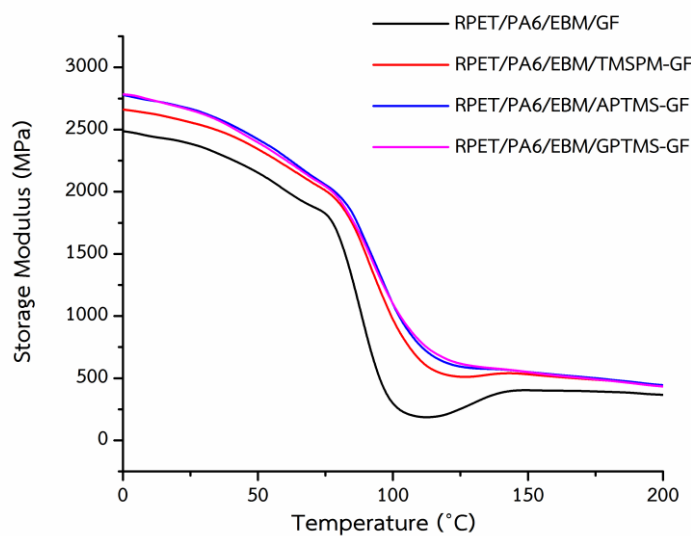
ภาพภาคผนวก ก.26 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Storage modulus กับเวลาของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6/EBM



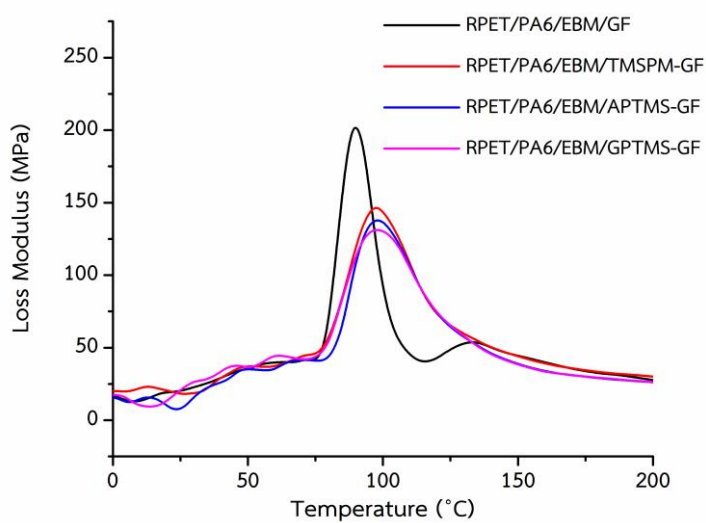
ภาพภาคผนวก ก.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Loss modulus กับเวลา
ของพอลิเมอร์ผสม RPET/PA6/EBM



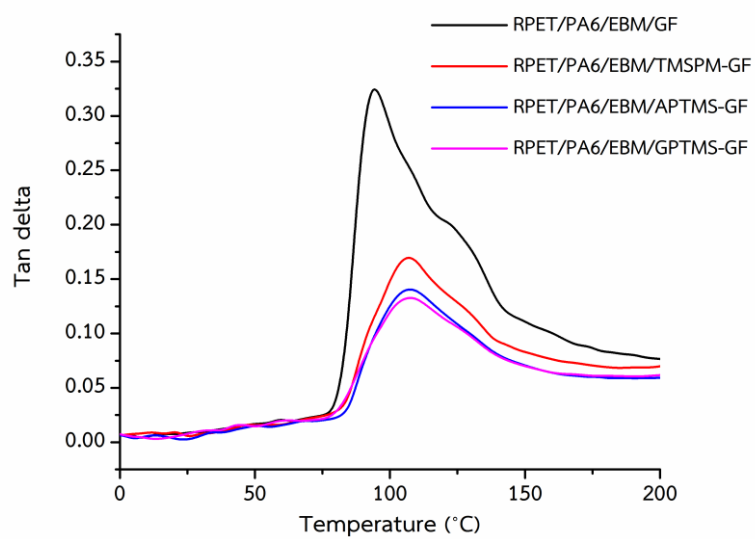
ภาพภาคผนวก ก.28 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Tan δ กับเวลาของพอลิเมอร์ผสม
RPET/PA6/EBM



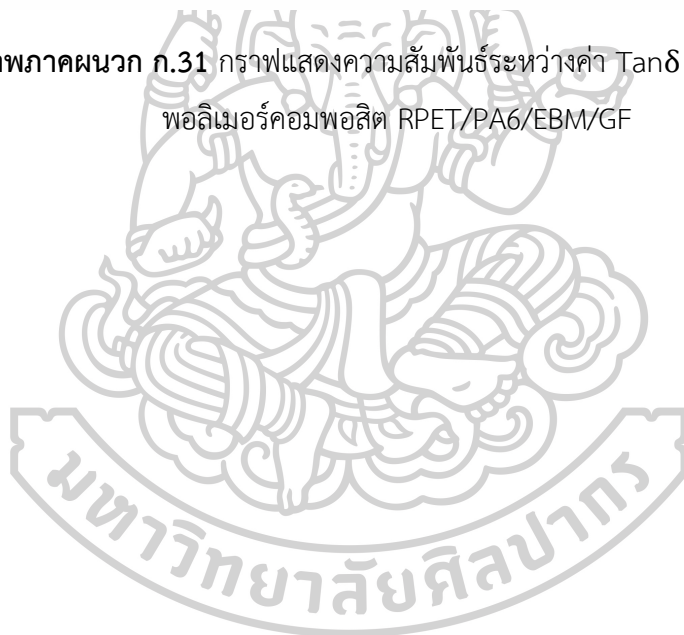
ภาพภาคผนวก ก.29 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Storage modulus กับเวลาของพอลิเมอร์คอมพอสิต RPET/PA6/EBM/GF



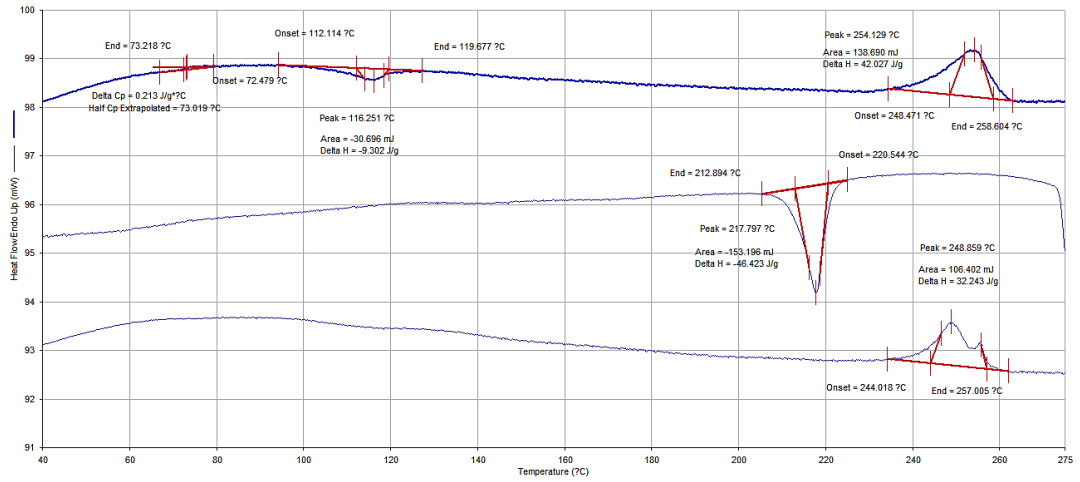
ภาพภาคผนวก ก.30 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Loss modulus กับเวลาของพอลิเมอร์คอมพอสิต RPET/PA6/EBM/GF



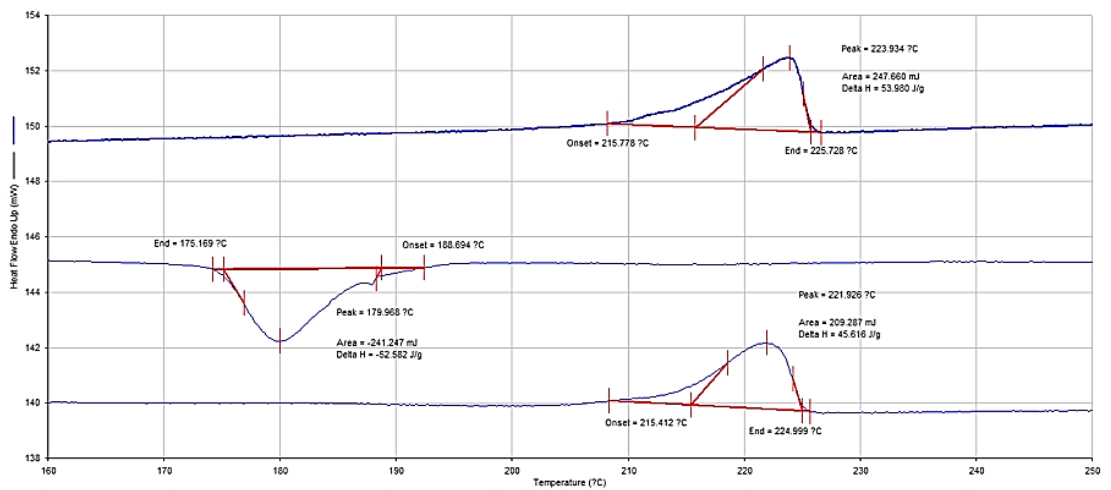
ภาพภาคผนวก ก.31 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Tan δ กับเวลาของ
พอลิเมอร์คอมพอสิต RPET/PA6/EBM/GF



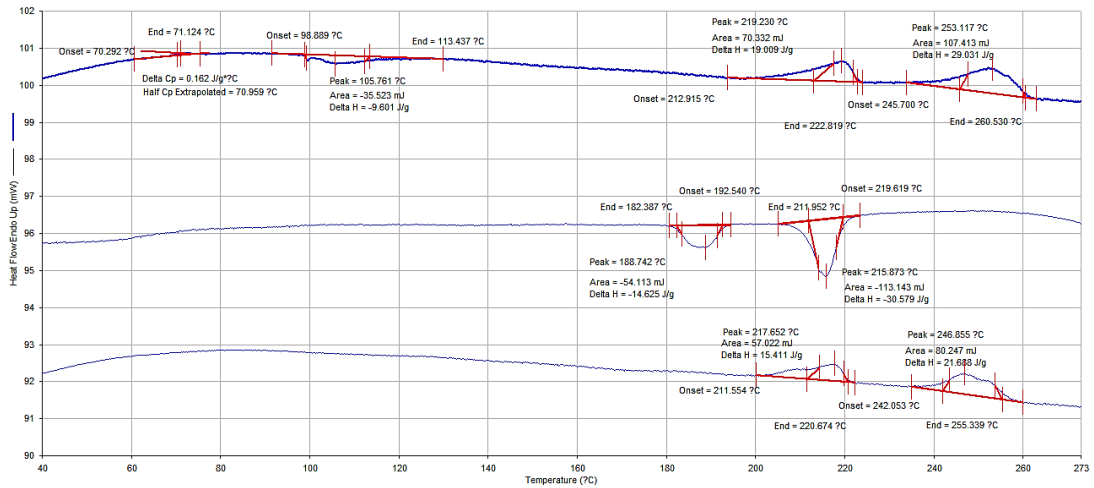
ก-6 ผลการทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC



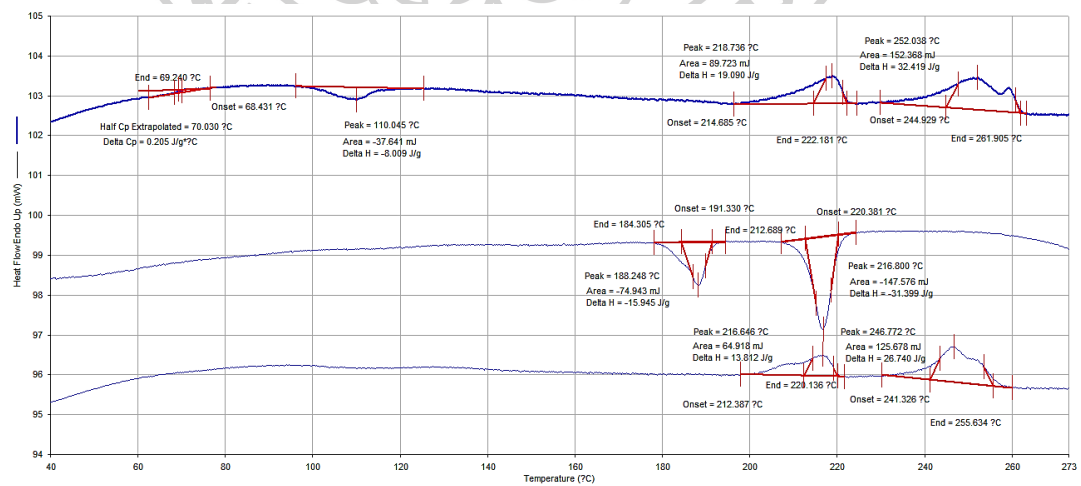
ภาพภาคผนวก ก.32 DSC thermogram ของ RPET



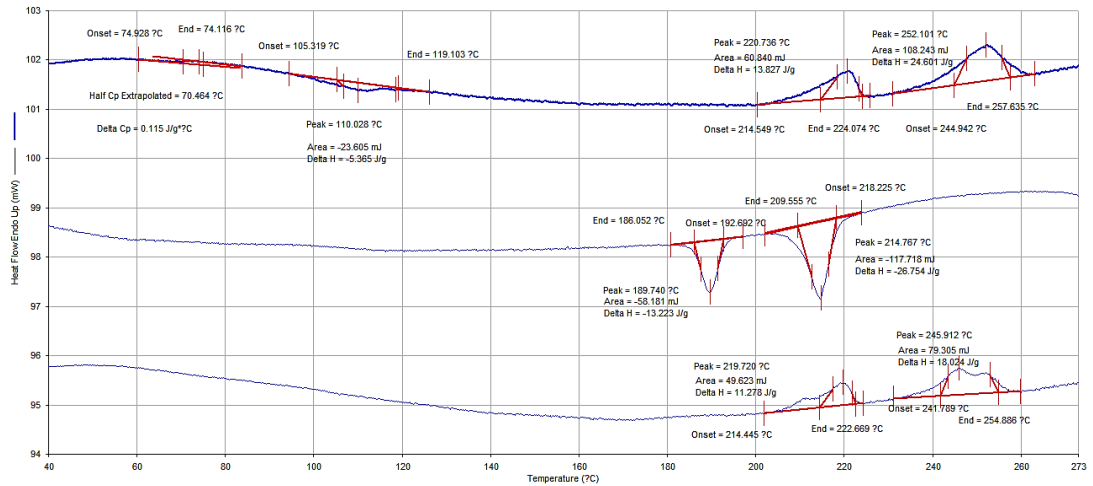
ภาพภาคผนวก ก.33 DSC thermogram ของ PA6



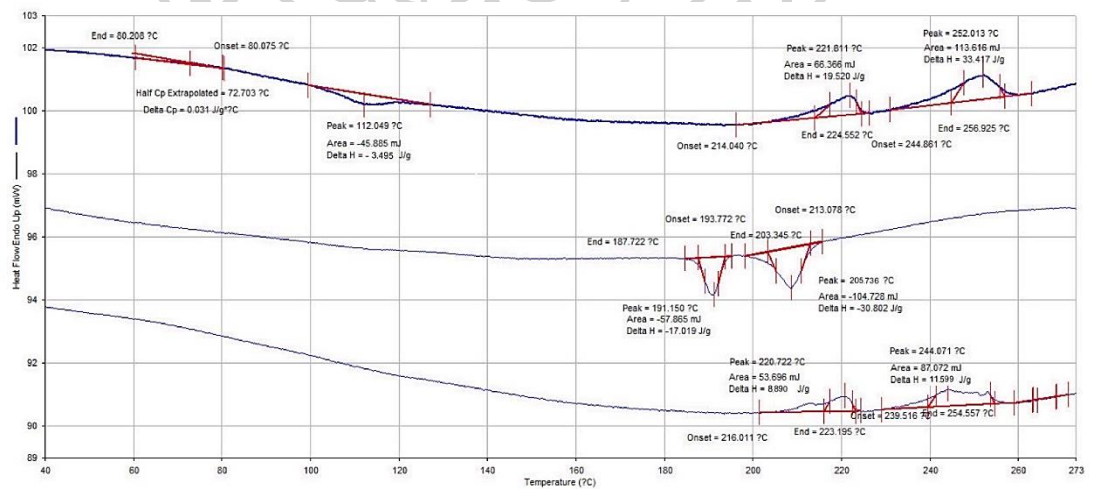
ภาพภาคผนวก ก.34 DSC thermogram ของ RPET/PA6



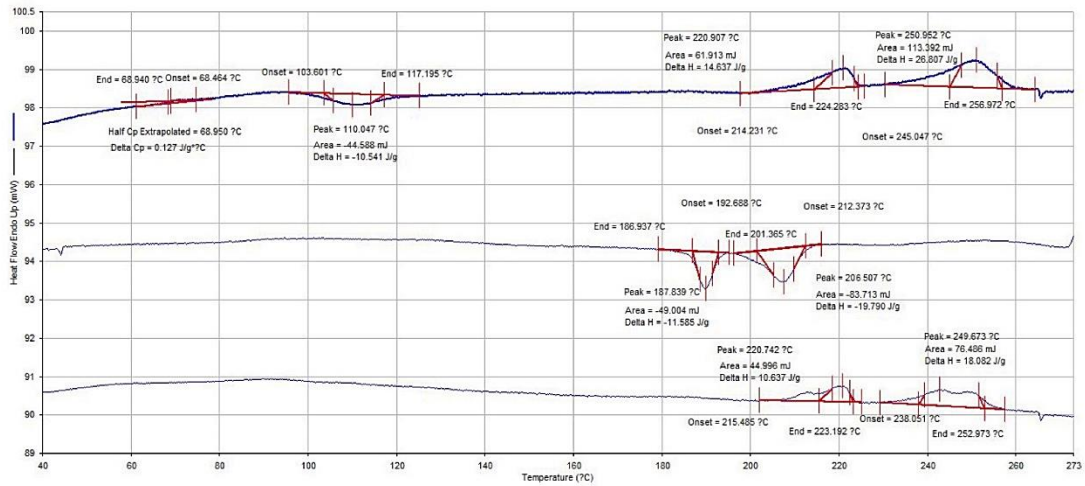
ภาพภาคผนวก ก.35 DSC thermogram ของ RPET/PA6/EBM1



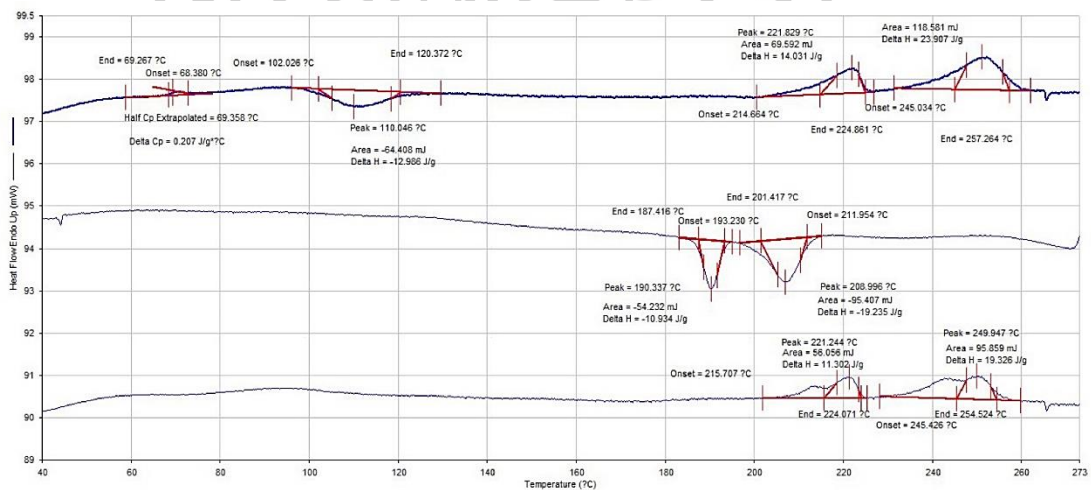
ภาพภาคผนวก ก.36 DSC thermogram ของ RPET/PA6/EBM3



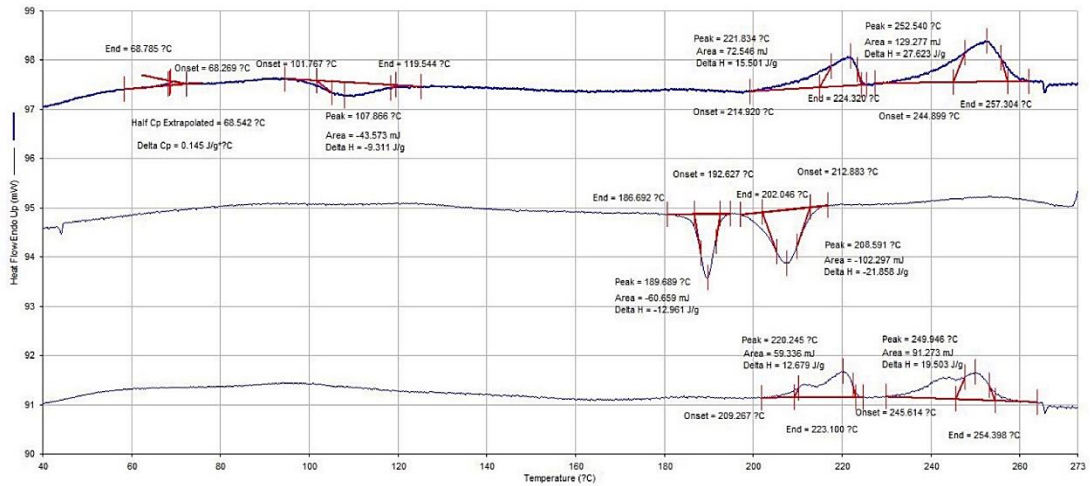
ภาพภาคผนวก ก.37 DSC thermogram ของ RPET/PA6/EBM5



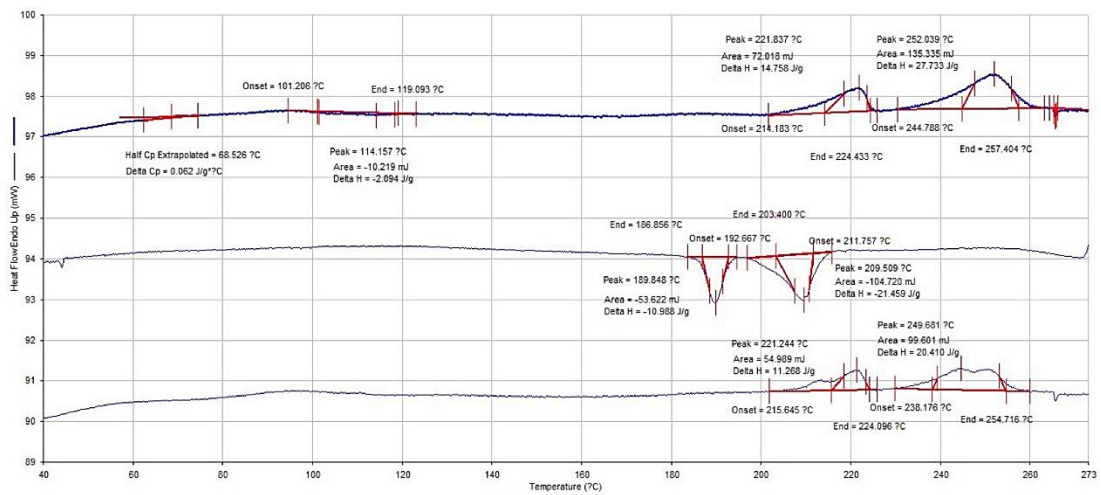
ภาพภาคผนวก ก.38 DSC thermogram ของ RPET/PA6/EBM/GF



ภาพภาคผนวก ก.39 DSC thermogram ของ RPET/PA6/EBM/TMSPM-GF



ภาพภาคผนวก ก.40 DSC thermogram ของ RPET/PA6/EBM/APTMS-GF



ภาพภาคผนวก ก.41 DSC thermogram ของ RPET/PA6/EBM/GPTMS-GF

ก-7 ผลการทดสอบสมบัติเชิงกล

ตารางผนวก ก.3 ข้อมูลที่ได้จากการทดสอบตัวอย่างด้วยเครื่อง Universal testing machine

ชิ้นงานทดสอบ	ชั้นที่	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)
RPET	1	17.64	1.9
	2	20.28	2.15
	3	17.62	1.89
	4	19.46	2.21
	5	21.78	2.03
	6	21.82	2.11
	7	17.00	1.64
	Mean	19.37	1.99
	S.D.	2.01	0.19
RPET/PA6	1	11.46	1.37
	2	10.25	0.78
	3	10.25	0.72
	4	11.59	0.75
	5	9.58	1.33
	6	9.98	1.05
	7	11.45	1.52
	8	10.54	0.88
	Mean	10.65	1.05
	S.D.	0.64	0.32
RPET/PA6/EBM1	1	15.65	1.21
	2	16.56	1.67
	3	17.47	1.96
	4	16.57	1.96
	5	15.76	1.68
	6	16.68	1.98
	7	17.26	1.75

ชิ้นงานทดสอบ	ชั้นที่	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)
	8	16.57	1.87
	Mean	16.56	1.76
	S.D.	0.68	0.26
RPET/PA6/EBM3	1	19.16	2.88
	2	18.06	3.05
	3	18.26	2.68
	4	23.18	2.97
	5	23.15	3.17
	6	19.78	3.27
	7	19.36	3.3
	8	20.47	2.74
	Mean	20.18	3.94
	S.D.	1.51	0.42
RPET/PA6/EBM5	1	33.61	4.58
	2	29.46	3.27
	3	28.70	4.13
	4	30.98	3.83
	Mean	30.69	3.94
	S.D.	2.00	0.42
PA6	1	61.71	445.53
	2	63.55	439.02
	3	63.56	448.79
	4	60.08	425.13
	5	61.89	444.81
	6	61.97	444.14
	Mean	62.55	442.24
	S.D.	2.23	8.50

ชิ้นงานทดสอบ	ชั้นที่	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)
RPET/PA6/EBM/GF (rate 50 mm/min)	1	14.76	0.88
	2	12.22	0.67
	3	12.65	0.75
	4	13.81	0.71
	5	11.84	0.92
	Mean	13.06	0.78
	S.D.	1.21	0.11
RPET/PA6/EBM/GF (rate 200 mm/min)	1	18.53	1.17
	2	16.16	1.13
	3	17.34	1.16
	Mean	17.34	1.15
	S.D.	1.67	0.03
RPET/PA6/EBM/ TMSPM-GF (rate 50 mm/min)	1	17.45	0.88
	2	16.11	0.92
	3	17.15	0.88
	Mean	16.80	0.91
	S.D.	0.92	0.04
RPET/PA6/EBM/ TMSPM-GF (rate 200 mm/min)	1	22.13	1.50
	2	22.53	1.51
	3	24.81	1.50
	4	24.84	1.67
	Mean	23.57	1.54
	S.D.	1.74	0.07
RPET/PA6/EBM/ APTMS-GF (rate 50 mm/min)	1	15.42	0.96
	2	14.59	0.83
	3	18.57	0.71
	4	17.77	0.78
	Mean	16.59	0.82

ชิ้นงานทดสอบ	ชั้นที่	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)
	S.D.	1.88	0.11
RPET/PA6/EBM/ APTMS-GF (rate 200 mm/min)	1	20.87	1.51
	2	21.43	1.51
	3	20.42	1.34
	4	21.81	1.34
	5	20.10	1.34
	Mean	20.93	1.41
	S.D.	0.70	0.09
RPET/PA6/EBM/ GPTMS-GF (rate 50 mm/min)	1	19.44	1.13
	2	17.20	1.08
	3	18.28	1.00
	Mean	17.75	1.07
	S.D.	1.44	0.06
RPET/PA6/EBM/ GPTMS-GF (rate 200 mm/min)	1	24.99	1.51
	2	26.79	1.77
	3	25.75	1.50
	Mean	25.84	1.57
	S.D.	1.75	0.13

ตารางผนวก ก.4 ข้อมูลที่ได้จากการทดสอบตัวอย่างด้วยเครื่อง Impact testing machine

ชิ้นงานทดสอบ	ชั้นที่	Impact strength (MPa)
RPET	1	7.98
	2	8.00
	3	7.62
	4	10.20
	5	10.24
	6	9.00
	7	10.65
	8	10.81
	Mean	9.31
	S.D.	1.32
RPET/PA6	1	5.46
	2	6.35
	3	5.55
	4	9.13
	Mean	6.62
	S.D.	1.72
RPET/PA6/EBM1	1	8.71
	2	10.96
	3	9.85
	4	11.91
	5	10.69
	6	9.18
	7	12.43
	Mean	10.53
	S.D.	1.37
RPET/PA6/EBM3	1	17.26
	2	18.31
	3	16.14

ชิ้นงานทดสอบ	ชั้นที่	Impact strength (MPa)
	Mean	17.24
	S.D.	1.09
RPET/PA6/EBM5	1	23.81
	2	25.32
	3	25.03
	Mean	24.72
	S.D.	1.07





ภาคผนวก ข

การคำนวณ

ข-1 การคำนวณหาค่า melt flow index (MFI) ของพอลิเมอร์หลอมเหลว

จาก
$$MFI = \frac{M}{t} \times 600$$

เมื่อ	MFI	คือ ดัชนีการหลอมไหลของเม็ดพลาสติก (กรัม/10 นาที)
	M	คือ มวลของพลาสติกหลอมไหล (กรัม)
	t	คือ ช่วงเวลาที่ตัดของพลาสติกหลอมไหล (วินาที)

ตัวอย่าง การคำนวณหาค่า MFI ของ RPET

ข้อมูลที่ใช้ในการคำนวณ ได้แก่ M = 0.27 กรัม, t = 10.48 วินาที

แทนค่า

$$MFI = \frac{0.27}{10.48} \times 600$$

$$MFI = 15.46 \text{ g/10min}$$

ดังนั้น RPET มีค่า MFI เท่ากับ 15.46 กรัม/10นาที

ข-2 การคำนวณค่า intrinsic viscosity $[\eta]$ ของสารละลายพอลิเมอร์

จาก
$$\eta = 0.25 \times \left(\frac{\eta_r - 1 + 3 \ln \eta_r}{c} \right)$$

เมื่อ	η_r	คือ ความหนืดสัมพัทธ์ (relative viscosity) ซึ่งมีค่าเท่ากับ t/t_0
	t	คือ เวลาการไหลของสารละลายเฉื่อย (วินาที)
	t_0	คือ เวลาของการไหลของตัวทำละลาย (วินาที)
และ	c	คือ ความเข้มข้นของสารละลาย (กรัม/เดซิลิตร)

ตัวอย่าง การคำนวณค่า $[\eta]$ ของ RPET

ข้อมูลที่ใช้ในการคำนวณ ได้แก่ C = 0.5750 g/dl, t = 108.57 วินาที และ $t_0 = 68.74$ วินาที

แทนค่า

$$\eta_r = 108.57/68.74 = 1.58$$

$$[\eta] = 0.25 \times ((1.58-1+3\ln(1.58))/0.575)$$

$$[\eta] = 0.85 \text{ dl/g}$$

ดังนั้น RPET มีค่า relative viscosity $[\eta]$ เท่ากับ 0.85 dl/g

ข-3 การคำนวณปริมาณผลึกจากการทดสอบด้วยเทคนิค DSC

ในการคำนวณหาปริมาณผลึก (degree of crystallinity, X_c) ขั้นการให้ความร้อนครั้งที่ 2 สามารถคำนวณได้จาก

$$X_c = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_m^\circ \times \phi} \times 100\%$$

เมื่อ ΔH_m คือ พลังงานความร้อนที่ใช้ในการหลอมผลึกต่อหนึ่งหน่วย (J/g)

ΔH_m° คือ พลังงานความร้อนที่ใช้ในการหลอมผลึก 100% (J/g) มีค่าเท่ากับ 140.1 J/g และ 230.1 J/g สำหรับ PET และ PA6 ตามลำดับ

และ ϕ คือ สัดส่วนโดยน้ำหนักของแต่ละพอลิเมอร์

ตัวอย่าง การคำนวณหาปริมาณผลึกของ RPET/PA6 อัตราส่วน 75/25

ข้อมูลที่ใช้ในการคำนวณ ได้แก่ $\Delta H_m(\text{RPET}) = 21.69 \text{ J/g}$, $\Delta H_m^\circ(\text{PET}) = 140.1$ และ

$$\phi_{\text{PET}} = 0.75$$

$$\text{แทนค่า} \quad X_c = [21.69 / (140.1 \times 0.75)] \times 100$$

$$X_c = 20.64 \%$$

ดังนั้น พอลิเมอร์ผสม RPET/PA6 อัตราส่วน 75/25 มีเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกของ RPET เท่ากับ 20.64 %



ภาคผนวก ค
การนำเสนอผลงานวิจัย

ICEAST 2021

The 7th International Conference on Engineering,
Applied Sciences and Technology
April 1-3 2021 Pattaya, Thailand

CALL FOR PAPERS

Track:

- TRACK 1 - INDUSTRIAL ENGINEERING AND MANUFACTURING
- TRACK 2 - MECHANICAL, MECHATRONICS
AND CIVIL ENGINEERING
- TRACK 3 - FOOD, CHEMICAL
AND AGRICULTURAL ENGINEERING
- TRACK 4 - MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING,
NANOTECHNOLOGY
- TRACK 5 - TELECOMMUNICATIONS, COMPUTER SCIENCE,
INSTRUMENTATION AND CONTROL,
ELECTRICAL AND ELECTRONIC ENGINEERING
- TRACK 6 - ACOUSTIC AND MUSIC ENGINEERING
- TRACK 7 - BIO-MEDICAL ENGINEERING
- TRACK 8 - ROBOTICS AND AI ENGINEERING

KMCHFP
KMITL-Chaokhunthahan Hospital Foundation
under the Patronage of the Supreme Patriarch

IEEE
THAILAND SECTION

GLOBAL
ENGINEER

College of Nanotechnology
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

Publications:

Journals:

Applied Sciences (Switzerland)
Sensors and Materials
Journal of Web Engineering
Integrated Ferroelectrics
Journal of Mobile Multimedia
Current Applied Science and Technology (CAST)
Thai Journal of Nanoscience and Nanotechnology (TJNN)

Proceedings :

IEEE Xplore
AIP Conference Proceeding
ICEAST2021 proceeding



Line Official: @iceast2021



<http://iceast.kmitl.ac.th/2021/>

Important date	For Proceedings	For Journals
Abstract Submission Deadline	8 January 2021	8 January 2021
Notification of Abstract Acceptance	15 January 2021	15 January 2021
Full Paper Submission Deadline	1 February 2021	20 March-10 April 2021
Notification of Full Paper Acceptance	1 March 2021	depend on journals
Deadline for Early Registration	8 March 2021	8 March 2021
Normal Registration	9-27 March 2021	9-27 March 2021

Mechanical property enhancement of recycled Poly(ethylene terephthalate) with Nylon6

Cite as: AIP Conference Proceedings **2397**, 070004 (2021); <https://doi.org/10.1063/5.0064067>
Published Online: 15 September 2021

Kamonwan Hansapalangkool, Nattakarn Hongsriphan, and Pajaera Patanathabutr



View Online



Export Citation


ARTICLES YOU MAY BE INTERESTED IN

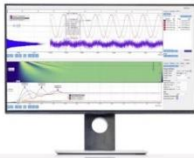

[Effect of expanded perlite on physical and mechanical properties of cement mortar](#)
AIP Conference Proceedings **2397**, 070001 (2021); <https://doi.org/10.1063/5.0063810>

[The influence of processing parameters on mechanical and morphological properties of TPVs base on natural rubber and polypropylene blends: A statistics approach](#)
AIP Conference Proceedings **2397**, 070003 (2021); <https://doi.org/10.1063/5.0063791>

[Titanium dioxide nanoparticles in nutrient solution for enhancement of power density generated from plant fuel cell](#)
AIP Conference Proceedings **2397**, 060001 (2021); <https://doi.org/10.1063/5.0064062>

Challenge us.

What are your needs for periodic signal detection? 

AIP Conference Proceedings **2397**, 070004 (2021); <https://doi.org/10.1063/5.0064067>

2397, 070004

© 2021 Author(s).

Mechanical Property Enhancement of Recycled Poly(Ethylene Terephthalate) with Nylon6

Kamonwan Hansapalangkool^{a)}, Nattakarn Hongsriphan^{b)} and Pajaera Patanathabutr^{c)}

Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University, Sanam Chan Palace Campus, Nakhon Pathom, Thailand

^{a)} Corresponding author: hansapalangkool_k@silpakorn.edu

^{b)} Hongsriphan_N@su.ac.th

^{c)} Patanathabutr_P@su.ac.th

Abstract. This work studied the polymer blend of recycled polyethylene terephthalate from plastic bottles (RPET) and nylon 6 to improve the mechanical properties of polyethylene terephthalate. These polymers were incompatible, so reactive compatibilizer, ethylene/butyl acrylate/glycidyl methacrylate copolymers (EBM), was added to increase the compatibility of the polymer blend. The polymer blend was compounded with different EBM ratio at 1, 3 and 5 phr via twin-screw extrusion. The polymer blends were tested by FTIR, DSC, tensile and impact properties, and morphology. The addition of PA6 resulted in a change of the RPET crystallization and the addition of 3 and 5 phr. of EBM resulted in the formation of RPET crystals at lower temperatures. The tensile test showed that the addition of EBM in the increased quantity resulted in higher tensile strength and elongation at break. In addition, the morphology of the fracture surface of RPET/PA6 showed that the PA6 dispersed better with increasing EBM content.

Keywords: Recycled poly(ethylene terephthalate), Nylon 6, Compatibilizer, Mechanical properties

INTRODUCTION

Nowadays, development in technology, and community have growth, resulting in a significant increase in population consumption. The plastic materials have drawn interesting materials, which are low cost and easy to produce. In particular, they have been used as the main material in the production of various packaging, especially single-use packaging such as water bottles and plastic bags. When plastic wastes were improperly disposed, causing environment pollution [1]. However, plastic recycling process from some plastic wastes was to reduce high rate plastic of pollution, reduce to plastic products from virgin materials, and reduce the amount of plastic waste as well as adding value to waste it.

Poly(ethylene terephthalate) (PET) is one of the most widely used thermoplastic polyesters. PET is extensively used to make soft drink bottles. This market success is mainly due to the thermal stability, chemical resistance, transparency and (oxygen and carbon dioxide) barrier properties of PET. PET is produced by the condensation polymerization of ethylene glycol and terephthalic acid by using catalysts such as antimony, germanium, or titanium [2]. The amount of PET used in plastics industry has been significantly increasing. The recycling of PET has attracted the interest of manufacturer in view of potential economic and environmental advantages. However, the recycled PET was degrade from moisture and heat during the recycling process. It indicates that the molecular weight of recycled PET decreased. As a result, recycled PET exhibits a much lower melt viscosity and poorer impact properties than ordinary PET.

Nylon 6 (PA6) is synthesized via the ring-opening polymerization of caprolactam. PA6 is one of the most widely used engineering thermoplastics because of its expected properties, such as excellent tough and high tensile strength. PA6 addition results in improved toughness of RPET. However, PET/PA6 blends obtained by a melt blending process show poor

mechanical properties because of the poor compatibility between PET and PA6. Therefore, compatibilizer was added in the blends to increase the compatibility of RPET/PA6. Previous research had investigated the properties of poly (lactic acid) and thermoplastic starch polymers, the two polymers were incompatible, glycidyl methacrylate grafted poly(ethylene octane) (GPOE) was added in the blends to increase interfacial interaction between polymer phases. As a result, the material is more flexible and resistant to impact. [3]

The objective of this research was to study mechanical, thermal, and morphological properties of RPET/PA6 blends which ethylene butyl acrylate glycidyl methacrylate copolymer (EBM) was incorporated as the compatibilizer to improve the interfacial adhesion between phases. The concentration of EBM (1, 3 and 5 phr) was varied in order to evaluate the influence of the compatibilizer that could enhance the properties of these recycling-based polymer blends.

EXPERIMENTALS

Materials

Recycled PET (RPET) flakes were grinded from post-consumer soft drink bottles. Nylon 6 (PA6) was injection molding grade (Zytel® 7331J NC010) by DuPont Corporation, United States. Ethylene/butyl acrylate/glycidyl methacrylate copolymers (EBM) or Elvaloy was manufactured by DuPont Corporation, Thailand.

RPET/PA6 Blends Preparation and Processing

PA6 pellets were dried in an air-circulating oven at 105 °C for 12 hours. RPET flakes were dried at 120 °C for 12 hours, and Elvaloy (EBM) were dried at 50 °C for 12 hours to remove moisture and prevent hydrolysis. RPET/PA6/EBM were melt compounded in a twin-screw extruder (SHJ-25, Nanjing Youngteng Chemical Equipment, China) using melting temperature in the range of 200-270 °C and a screw speed of 150 rpm. The composition of RPET/PA6/EBM blends is shown in table 1. The blend pellets were dried in an oven at 80 °C for 12 hours. The samples were prepared using an injection molding machine (JW-60SES, Jonwai, Taiwan) at melt temperature at 300 °C and mold temperature of 95°C.

TABLE 1. Sample names and compositions of RPET/PA6/EBM blends

Sample names	RPET [wt%]	PA6 [wt%]	EBM [phr]
RPET	100	-	-
RPET/PA6	75	25	-
RPET/PA6/EBM1	75	25	1
RPET/PA6/EBM3	75	25	3
RPET/PA6/EBM5	75	25	5
PA6	-	100	-

Characterizations

The functional groups of RPET and RPET/PA6 were evaluated by a Fourier Transform Spectroscopy (Vertex 70, Bruker, USA). Rheological property was tested according to ASTM D1238 by melt flow indexer (Galaxy Melt D7050, Kayeness Inc., USA). Thermal properties were studied using a differential scanning calorimeter (Perkin Elemer, Pyris1, USA) under nitrogen atmosphere with a heat rate of 10 °C/min from 30 °C to 280 °C. Tensile property was carried out using a universal testing machine (5969, Instron Engineering Corporation, USA) according to ASTM D638 with a crosshead speed of 10 mm/min and a load cell of 5 kN. Impact property was studied by an impact tester (CEAST 9050, Instron Engineering Corporation, USA) in accordance to ASTM-D256 (Izod, un-notch) with a pendulum of 1 J. Morphology was studied by scanning electron microscope (Tabletop Microscope TM3030, Hitachi, Japan).

RESULT AND DISCUSSION

A. Melt flow index

Figure 1 showed the PET recycling resulted in a higher MFI of PET due to various forms of degradation, including thermal, mechanical, and hydrolytic chain scission [4]. These indicated the decrease of molecular weight of RPET causing the lower melt viscosity. Addition of PA6 in the RPET phase was found to have a higher MFI due to the PA6 absorbed moisture easily. The residual moisture inside the PA6 induced hydrolysis followed by chain scission with carboxylic end groups as an auto catalyst. The addition of EBM in the blends, which had epoxy groups, acted as a chain link between -COOH or -OH end groups in R-PET and -COOH or -NH₂ end groups in PA6 [5]. When the content of EBM was 3 and 5 phr, the MFI of the compatibilized polymer blend became lower than both the RPET and the neat PA6 confirming the interaction between the functionalized group. This would result the improvement of the polymer blend properties as seen later in impact testing.

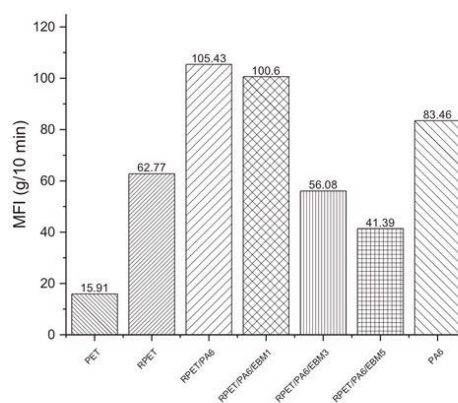


FIGURE 1. Melt flow index of RPET/PA6 blends with different contents of EBM

B. Fourier transform spectroscopy (FTIR)

The representative FTIR of RPET/PA6 blends with EBM that presented the characteristic absorption peak of RPET and PA6 are all shown in Fig. 2. There are the C=O bond stretching vibration peak (1724 cm⁻¹) and C-O bond stretching vibration peak (1250 cm⁻¹) in RPET, the N-H stretching vibration peak (3308 cm⁻¹), amide I band (1644 cm⁻¹) C=O stretching vibration peak, amide II band (1541 cm⁻¹) N-H bending vibration peak, C=N stretching vibration peak (579 cm⁻¹) in PA6. The N-H bond stretching peak in PA6 appears at 3303 cm⁻¹ of RPET/PA6 specifying a hypsochromic shift. The C-O bond stretching peak in RPET of RPET/PA6 blends with and without EBM and the bands in the range from 1245 to 1252 cm⁻¹ indicate the interaction between these functional groups. The C=N bond stretching peak in PA6 is observed in the range from 1341 to 1339 cm⁻¹ of RPET/PA6 blends which the blue shift is observed with an increasing amount of EBM.

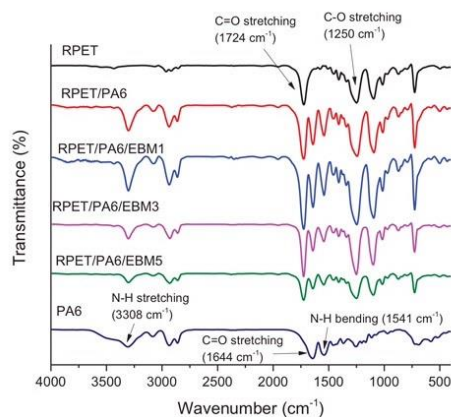


FIGURE 2. IR spectrum of RPET/PA6 blends with different contents of EBM

C. Differential scanning calorimetry (DSC)

The DSC curves of the RPET/PA6/EBM polymer mixture are shown in Figs. 3 and 4, where Fig. 3 shows the peak of the crystalline melting temperature (T_m) of the polymer blends. During the second heating scan, the RPET exhibited the double-melting endothermic peaks at 243 °C, while the neat PA6 showed only one T_m at 221 °C. For The RPET/PA6 blends, the thermograms showed the two melting regions that resembled the melting peaks of the each polymer show at 243 and 221 °C, respectively. In addition, the RPET/PA6 and RPET/PA6/EBM blends showed the conformation change of T_m peaks of RPET possibly signifying the change of crystal form.

Figure 4 shows the cooling scan of RPET, PA6, and RPET/PA6 blends with different contents of EBM. The RPET and PA6 exhibited the crystallization (T_c) at 243 and 222 °C, respectively. When PA6 was blended into RPET, the T_c of the PA6 phase was shifted toward the RPET phase which indicated the nucleation effect of the RPET crystals. After the addition of EBM in RPET/PA6 blend at 3 and 5 phr, the PET crystallization peak shifted to a lower temperature and became broad peak. This would due to the chain link between RPET and PA6 molecules via EBM that prevented the crystallization of the RPET molecules[6] that had the aromatic backbone to be less mobile among the molten PA6 phases. Similarly to the blends without EBM, the T_c of PA6 was shifted to be about 187-188 °C because of the nucleation effect.

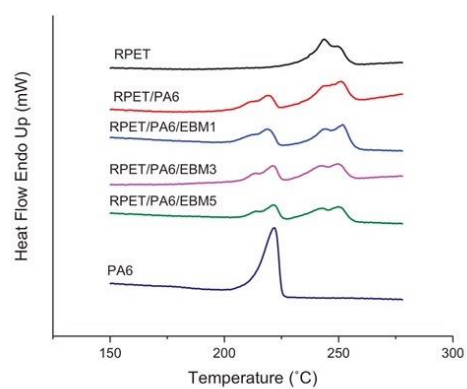


FIGURE 3. The second heating scan of RPET/PA6 blends with different contents of EBM

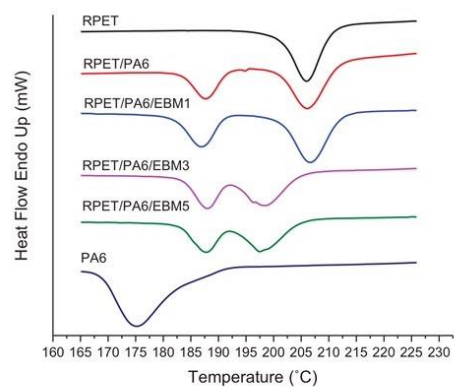


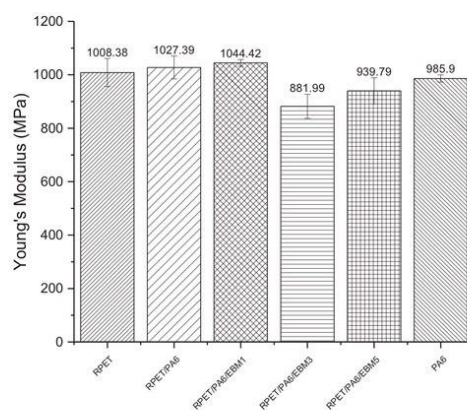
FIGURE 4. The cooling scan of RPET/PA6 blends with different contents of EBM

TABLE 2. Thermal properties of RPET/PA6 blend

Sample	T _m (PA6) [°C]	T _m (RPET) [°C]	T _c (PA6) [°C]	T _c (RPET) [°C]	X _c (PA6) [%]	X _c (RPET) [%]
RPET	-	243.48	-	205.94	-	21.051
PA6	221.85	-	175.10	-	21.60	-
RPET/PA6	218.95	251.13	187.57	206.08	5.147	18.555
RPET/PA6/EBM1	218.85	251.68	186.94	206.61	5.582	17.834
RPET/PA6/EBM3	221.14	249.49	188.09	198.28	4.032	14.101
RPET/PA6/EBM5	221.83	249.99	187.77	197.44	4.225	12.225

D. Mechanical property

Figures 5-7 show the mechanical properties of the RPET/PA6 with different contents of EBM. No significant improvement of Young's modulus was observed for a compatibilized blend with EBM. The blends with 3 and 5 phr of EBM showed a lower of Young's modulus compared with the uncompatibilized blend. The decrease in Young's modulus was observed due to the elastomeric of EBM. The tensile strength of RPET/PA6 blends with EBM was significantly different from the blends with different contents of EBM. Adding higher concentrations of RPET/PA6 blends with EBM showed increase in tensile strength while RPET/PA6 had a lower value than RPET. This indicated the PA6 phase formed agglomeration leading to the poor adhesion between the RPET and PA6 phase. The substantial increase in elongation at break of RPET/PA6 blends with EBM when increased amount of EBM was observed, showing that the EBM-added blends positively improved the toughness property of RPET.

**FIGURE 5.** Young's modulus of RPET/PA6 blends with different contents of EBM

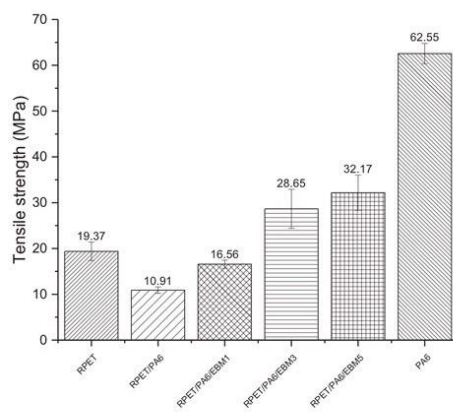


FIGURE 6. Tensile strength of RPET/PA6 blends with different contents of EBM

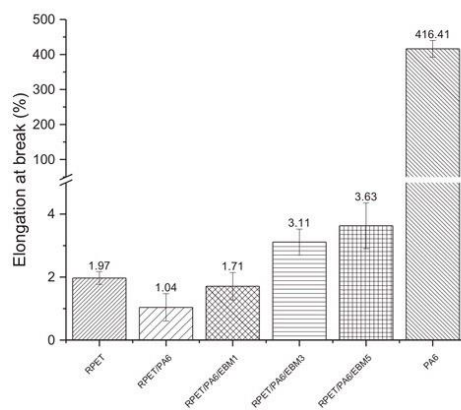


FIGURE 7. Elongation at break of RPET/PA6 blends with different contents of EBM

Regarding the un-notch Izod impact strength, no significant improvement was observed after the addition of EBM in the blends with 1 phr of EBM (Fig. 8). The un-notch impact strength values increased with the increased of the EBM contents was 3 and 5 phr. The impact strength demonstrated a similar trend to the observed elongation at break because of their direct correlation. The high toughening efficiency in impact toughness could be due to the effect of compatibilization and the polymer chains were connected together between ester groups and amide groups in the RPET and PA6 respectively after the addition of EBM compatibilizer [7]. On the other hand, the impact test of PA6 with a pendulum of 1 J was unable to break the PA6 specimen, indicating that PA6 was very ductile.

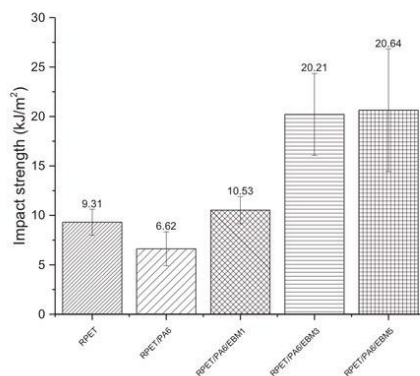


FIGURE 8. Impact strength of RPET/PA6 blends with different contents of EBM

E. Scanning electron microscopy (SEM)

Figure 9 presents the SEM micrographs of the impact fracture surface that reveals the dispersion and the distribution of PA6 aggregation inside the RPET matrix. It was seen that there was significant change of the impact fractured morphology of blends where the domain size of PA6 was gradually reduced with increasing EBM contents. This was due to the improvement of interfacial adhesion between RPET and PA6 after compatibilization. The pull-out of the dispersed phase was observed in the un-compatibilized blends, which there were less pull-out in the blends when adding EBM. Moreover, the wetting between phases was clearly seen in the EBM-added blends. According to the interaction mechanism between ester groups of RPET with amide groups of PA6, the EBM possibly formed during processing acted as a bridge between the two phases improving adhesion of two polymers and the load transfer between the matrix and the dispersed phases.

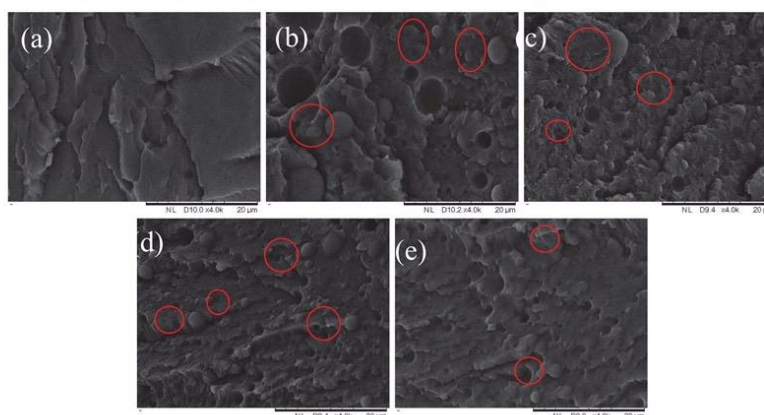


FIGURE 9. SEM micrographs (magnification of 2500x) of impact fracture surface of (a) RPET, (b) RPET/PA6, (c) RPET/PA6/EBM1, (d) RPET/PA6/EBM3, and (e) RPET/PA6/EBM5

CONCLUSIONS

The study demonstrated that EBM was an effective compatibilizer for RPET/PA6 blends with different EBM contents. All RPET/PA6 (75/25 w/w) blends showed a droplet-matrix type of morphology, and the droplet size of the PA6 decreased as the interfacial adhesion between RPET and PA6 increased with increasing amount of EBM. The un-notched Izod impact strength of the blends was increased with increasing EBM content. This indicated the impact properties were improved with an increased amount of EBM. The EBM content at 5 phr, the polymer blends have the best mechanical properties in terms of ductility.

ACKNOWLEDGEMENT

This study was granted by Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University. We appreciate Chemical Innovation Co., Ltd., Thailand for support EBM (Elvaloy).

REFERENCE

1. Divya Rajasekaran, P.K.M., *Recycling of plastic wastes with poly (ethylene-co-methacrylic acid) copolymer as compatibilizer and their conversion into high-end product*. *Waste Mangement*, 2018. **74**: p. 135-143.
2. Rabia Naz, *Storage on polyethylene terephthalate bottle: Changes and shelf life*. Fruit Juices Extraction, Composition, Quality and Analysis Book, 2018: p. 621-632.
3. Qingfeng Shi, C.C., Lei Gao, Lei Jiao, Haiyan Xu, Weihong Guo, *Physical and degradation properties of binary or ternary blends composed of poly(lactic acid), thermoplastic starch and GMA grafted POE*. *Polymer Degradation and Stability*, 2011. **98**: p. 175-182.
4. Norman S. Allen, et al., *Hydrolytic Degradation of Poly(ethylene terephthalate): Importance of Chain Scission versus Crystallinity*. *European Polymer Journal*, 1991. **27**(12): p. 1373-1378.
5. Xintu Lin, et al., *Influence of Reactive Compatibilizer on the Morphology, Rheological, and Mechanical Properties of Recycled Poly(Ethylene Terephthalate)/Polyamide 6 Blends*. *Macromolecular Science*, 2014. **53**: p. 1543-1552.
6. Yukun Shi, et al., *Effect of Copoly(Ester-Amide 6)(PET-PA6) on Compatibility of PET/PA6 Blended Fibers*. *Materials Science Forum*, 2019. **993**: p. 709-717.
7. Boon Peng Chang, Amar K. Mohanty, and Manjusri Misra, *Tuning the compatibility to achieve toughened biobased poly(lactic acid)/poly(butylene terephthalate) blends*. *Royal Society of Chemistry*, 2018. **8**: p. 27709-27724.

รายการอ้างอิง

1. ณิชชา บุรณสิงห์. ขยะพลาสติก: ภัยใกล้ตัว. 2016; 1-9]. Available from: https://library2.parliament.go.th/ejournal/content_af/2559/feb2559-7.pdf.
2. Rabia Naz, *Storage on polyethylene terephthalate bottle: Changes and shelf life*. Fruit Juices Extraction, Composition, Quality and Analysis Book, 2018: p. 621-632.
3. Qingfeng Shi, C.C., Lei Gao, Lei Jiao, Haiyan Xu, Weihong Guo, *Physical and degradation properties of binary or ternary blends composed of poly(lactic acid), thermoplastic starch and GMA grafted POE*. Polymer Degradation and Stability, 2011. 98: p. 175-182.
4. Yimin Qin, *Applications of advanced technologies in the development of functional medical textile materials*. 2016: p. 55-70.
5. สมจิตต์ ตั้งชัยวัฒนา, พอลิเมอร์ผสม (Polymer Blend). 2005. p. 1-4.
6. Kanyakarn Lappokchai, *FEASIBILITY STUDY OF MECHANICAL PROPERTY ENHANCEMENT OF RECYCLED POLY(ETHYLENE TEREPHTHALATE) WITH POLYCARBONATE AND ADDITIVES*. 2015: p. 6-10.
7. Jili Zhao, H.P., Huili Yang, Junjia Bian, Huiliang Zhang, Ge Gao, Lisong Dong, *Study on miscibility, thermal properties, degradation behaviors, and toughening mechanism of poly(lactic acid)/poly (ethylenebutylacrylate- glycidyl methacrylate) blends*. Biological Macromolecules, 2019. 143: p. 443-452.
8. Learning), N.N.P.O.T.E., *Synthesis of Modified Polyamides (Nylon 6)*. 2016.
9. *POLYAMIDES*. Polymer Properties Database; Available from: <https://polymerdatabase.com/polymer%20classes/Polyamide%20type.html>.
10. *Nylon 6 Nanocomposite Montmorillonite clay in nylon 6*. Polymer Science Learning Center 2003; Available from: <https://pslc.ws/potm/nano.htm>.
11. SpecialChem. *Polyamide (PA) or Nylon*. 2000; Available from: <https://omnexus.specialchem.com/selection-guide/polyamide-pa-nylon>.
12. SpecialChem. *Polyethylene Terephthalate (PET): A Comprehensive Review*. Available from: <https://omnexus.specialchem.com/selection-guide/polyethylene->

terephthalate-pet-plastic.

13. Plastic, V.K., 7 พลาสติกกรีซเคลือบที่ควรรู้. 2020.
14. Naomi A. Barber, *Polyethylene Terephthalate Uses, Properties and Degradation*, in *Polymer Science and Technology*. 2018.
15. Firas Awaja, D.P., *Recycling of PET*. *European Polymer* 2005. 41: p. 1453–1477.
16. a, M.P. and F.P.L. Mantia, *Influence of small amounts of polyvinylchloride on the recycling of polyethyleneterephthalate*. *Polymer Degradation and Stability*, 1999. 63: p. 11-14.
17. KARAYANNIDIS, G.P., D.E. KOKKALAS, and D.N. BIKLARIS, *Solid-state Polycondensation of Poly (Ethylene Terephthalate) Recycled from Postconsumer Soft-Drink Bottles. I*. *Applied Polymer Science*, 1995. 56(3): p. 405 - 410.
18. KARAYANNIDIS, G.P., D.E. KOKKALAS, and D.N. BIKLARIS, *Solid-State Polycondensation of Poly(ethylene terephthalate) Recycled from Postconsumer Soft-Drink Bottles. II*. *Journal of Applied Polymer Science* 1995. 56(3): p. 405 - 410.
19. INATA, H. and S. MATSUMURA, *Chain Extenders for Polyesters. IV. Properties of the Polyesters Chain-Extended by 2,Z'-Bis(2-oxazoline*. *Applied Polymer s=Science*, 1987. 33: p. 3069-3079.
20. วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์เบื้องต้น, in บทที่ 10 สารเติมแต่งพอลิเมอร์ (*Polymer additives*).
21. Veronica Ambrogi, P.C., Cosimo Carfagna, Valentina Marturano, *Additives in Polymers*. 2016.
22. อภิชาติ สนธิสมบัติ. เส้นใยแก้ว (*Glass Fibers*). Available from: http://www.ttexpert.com/2012/Powerpoint/High_Performance_Fibers_PART2.pdf.
23. Masoud Frounchi, *Studies on Degradation of PET in Mechanical Recycling*. *Macromolecular Symposia*, 1999. 144: p. 465-469.
24. Siriorn, I.N.A., et al., *Viscosity improvement of recycled poly (ethylene terephthalate) from waste bottles by adding antioxidants and chain-extender*. *Environmental Science and Engineering*, 2021. 302: p. 6.
25. Huang, C.-C. and F.-C. Chang, *Reactive compatibilization of polymer blends of poly(butylene terephthalate) (PBT) and polyamide-6,6 (PA66): 1. Rheological and thermal properties*. 1997. 38: p. 2135-2141.
26. A. RETOLAZA, J.I.E., J. NAZÁBAL, *Structure and Mechanical Properties of*

- Polyamide-6,6/Poly(Ethylene Terephthalate) Blends*. Polymer Engineering and Science, 2004. 44: p. 1405–1413.
27. G. M. Jordhamo, J.A.M., L. H. Sperling, *Phase continuity and inversion in polymer blends and simultaneous interpenetrating networks*. Polymer Engineering and Science, 2004.
 28. Yao-Chi Shu, K.-J.H., *Flow and Thermal Characteristics of Cationic Dyeable Nylon 6/Cationic Dyeable Poly(ethylene terephthalate) Polyblended Polymers and Filaments*. Applied Polymer Science 2007. 103(3): p. 2049-2056.
 29. Rasselet, D., et al., *Reactive Compatibilization of PLA/PA11 Blends and Their Application in Additive Manufacturing*. Materials, 2019. 12(3): p. 485.
 30. Xintu Lin, Q.Q., Liren Xiao, Qinghua Chen, Qiaoling, Huang & Huaji Zhang, *Influence of Reactive Compatibilizer on the Morphology, Rheological, and Mechanical Properties of Recycled Poly(Ethylene Terephthalate)/Polyamide 6 Blends*. Macromolecular Science, 2014. 53(9): p. 1543-1552.
 31. Adriana Martinelli Catelli de Souza, C.B.C., *An investigation on recycled PET/PP and recycled PET/PP-EP compatibilized blends: Rheological, morphological, and mechanical properties*. Applied Polymer Science, 2014. 132: p. 41892.
 32. Alessandro Pegoretti, A.P., *Recycled poly(ethylene terephthalate) and its short glass fibres composites: effects of hygrothermal aging on the thermo-mechanical behaviour*. Polymer Engineering and Science. 45(23): p.7995-8004.
 33. Milan Kráčík, L.P.s.i., Miroslav Šlouf, Jana Mikesová, Antonín Sikora, Josef Šimoník, Ivan Fortelny *Effect of Glass Fibers on Rheology, Thermal and Mechanical Properties of Recycled PET*. Polymer Composite, 2008. 29: p. 915-921.
 34. Cheng, H., M. Tian, and L. Zhang, *Toughening of Recycled Poly(ethylene terephthalate)/Glass Fiber Blends with Ethylene–Butyl Acrylate–Glycidyl Methacrylate Copolymer and Maleic Anhydride Grafted Polyethylene–Octene Rubber*. Applied Polymer Science, 2008. 109(5): p. 2795-2801.
 35. Pereira, A.P.d.S., et al., *Processing and Characterization of PET Composites Reinforced With Geopolymer Concrete Waste*. Materials Research, 2017.
 36. Xiangyu You, et al., *Biobased Poly(ethylene terephthalate)/Poly(lactic acid)*

- Blends Tailored with Epoxide Compatibilizers*. ACS Omega, 2018. 3(9): p. 11759-11769.
37. Yang, W., et al., *Polyoxymethylene/Ethylene Butylacrylate Copolymer/Ethylene-Methyl Acrylate-Glycidyl Methacrylate Ternary Blends*. Polymer Engineering and Science, 2018. 58(7): p. 1127-1134.
 38. Martin, P., P.J. Carreau, and B.D. Favis, *Investigating the morphology/rheology interrelationships in immiscible polymer blends*. Rheology 2000. 44(3): p. 569-583.
 39. I. Carrascal, et al., *Absorption and diffusion of humidity in fiberglass-reinforced polyamide*. Polymer Composites, 2005. 22(5): p. 580-586.
 40. Lago, E.D., et al., *The Effect of Different Compatibilizers on the Properties of a Post-Industrial PC/PET Blend*. Materials 2018. 12(1): p. 49.
 41. Kong, Y. and J.N. Hay, *Multiple melting behaviour of poly(ethylene terephthalate)*. Polymer, 2003. 44(3): p. 623-633.
 42. Razak, N.C.A., I.M. Inuwa, and A.H.S.A. Samsudin, *Effect of Compatibilizer Content on the Mechanical and Morphological Properties of PET/PP (70/30) Blends*. Composite Interfaces, 2013. 20(7): p. 507-515.
 43. Lai, S.-M., Y.-C. Liao, and T.-W. Chen, *Properties and Preparation of Compatibilized Nylon 6 Nanocomposites/ABS Blends Using Functionalized Metallocene Polyolefin Elastomer. I. Impact Properties*. Applied Polymer Science, 2005. 100(2): p. 1364-1371.
 44. Rivas, C.H.C.B.F.U.B.L., *Synthesis and characterization of organic-inorganic hybrid composites from poly(acrylic acid)-[3-(trimethoxysilyl)propyl methacrylate]-Al₂O₃*. Composites: Part B, 2014. 57: p. 1-7.
 45. Lee, J., et al., *Investigation of the mechanism of chromium removal in (3-aminopropyl)trimethoxysilane functionalized mesoporous silica*. Scientific Reports, 2018.
 46. Kuzmin, K.L., et al., *Effect of silane/nano-silica on the mechanical properties of basalt fiber reinforced epoxy composites*. Composite Interfaces, 2017. 24(1): p. 13-34.
 47. Yegane, M.M., et al., *Rheological response of a modified polyacrylamide-silica nanoparticles hybrid at high salinity and temperature*. The Royal Society of

- Chemistry, 2020. 16: p. 10198-10210.
48. Pang, A.L., H. Ismail, and A.A. Bakar, *Tensile Properties, Water Resistance, and Thermal Properties of Linear Low-Density Polyethylene/Polyvinyl Alcohol/Kenaf Composites: Effect of 3-(trimethoxysilyl) propyl Methacrylate (TMS) as a Silane Coupling Agent*. BioResources, 2016. 11(3): p. 5889-5904.
 49. Chi-Caballero, J.F., et al., *Transitory rheological test as a tool to monitor nano-clay dispersion and distribution in polypropylene-palygorskite composites*. Polymer Bulletin, 2020. 77: p. 3537–3562.
 50. Tao Yu, et al., *Effect of fiber surface-treatments on the properties of poly(lactic acid)/ramie composites*. Composites: Part A, 2010. 41: p. 499–505.
 51. Zelalem Lule and J. Kim, *Nonisothermal Crystallization of Surface-Treated Alumina and Aluminum Nitride-Filled Poly(lactic acid) Hybrid Composites*. Thermal Analysis of Polymer Materials, 2019. 11(6): p. 1077.
 52. Gwon, J.G., et al., *Effects of chemical treatments of hybrid fillers on the physical and thermal properties of wood plastic composites*. Composites, 2010. 41(10): p. 1491-1497.
 53. Wang, G., et al., *Strong and thermal-resistance glass fiber-reinforced poly(lactic acid) (PLA) composites enabled by heat treatment*. Biological Macromolecules, 2019. 129: p. 448-459.
 54. Ifuku, S. and H. Yano, *Effect of a silane coupling agent on the mechanical properties of microfibrillated cellulose composite*. Biological Macromolecules, 2014.
 55. Sever, K., et al., *The Mechanical Properties of γ -Methacryloxypropyltrimethoxy silane-treated Jute/Polyester Composites*. Composite Materials, 2010. 44(15): p. 1913-1924.
 56. Sever, K., et al., *Concentration Effect of γ -Glycidoxypropyltrimethoxysilane on the Mechanical Properties of Glass Fiber-Epoxy Composites*. Polymer Composites, 2009. 30(9): p. 1251-1257.
 57. Hussein, M., *Effects of strain rate and temperature on the mechanical behavior of carbon black reinforced elastomers based on butyl rubber and high molecular weight polyethylene*. Physics, 2018. 9: p. 511–517.

58. Cui, J., et al., *The Effects of Strain Rates on Mechanical Properties and Failure Behavior of Long Glass Fiber Reinforced Thermoplastic Composites*. *Polymer composites*, 2019. 11(2).



ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	กมลวรรณ หาระพลากร
วัน เดือน ปี เกิด	16 ธันวาคม พ.ศ 2539
สถานที่เกิด	สุราษฎร์ธานี
วุฒิการศึกษา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาปิโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์ ปีการศึกษา 2561
ที่อยู่ปัจจุบัน	3 ถนนคลองฉวาง 2 ตำบลนาสาร อำเภอบ้านนาสาร จังหวัดสุราษฎร์ธานี 84120
ผลงานตีพิมพ์	การนำเสนอผลงานวิชาการในงาน The 7th International Conference on Engineering, Applied Sciences and Technology (ICEAST 2021) ในหัวข้อเรื่อง Mechanical property enhancement of recycled poly(ethylene terephthalate) with nylon 6 ซึ่งจัดโดยสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
รางวัลที่ได้รับ	- ช่วงปริญญาตรีได้มีประสบการณ์การฝึกงานที่ บจก. อินโนเวชั่น กรุ๊ป (ประเทศไทย) ในปี พ.ศ. 2560 - ปริญญาโทได้รับทุนการศึกษา ประเภทผู้ช่วยสอน ในช่วงปี พ.ศ. 2562-2563 (ระยะเวลา 2 ปี) และในระหว่างการทำงานในฐานะผู้ช่วยสอนได้รับมอบหมายในการสอนใช้เครื่อง injection molding, เครื่อง melt flow indexer และเครื่อง UV-Vis-NIR spectrophotometer