การเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งจากน้ำมันปาล์ม

นายธราศรัย แสงภักดี

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2547
ISBN 974-53-1978-3
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION OF RIGID POLYURETHANE FOAM FROM PALM OIL

Mr.Tharasai Sangpakdee

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science in Applied Polymer Science and Textile Technology

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2004

ISBN 974-53-1978-3

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งจากน้ำมันปาล์ม
โดย	นายธราศรัย แสงภักดี
สาขาวิชา	วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	รองศาสตราจารย์ อรอุษา สรวารี

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.เปี่ยมศักดิ์ เมนะเศวต)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ไพพรรณ สันติสุข)

..... อาจารย์ที่ปรึกษา
(รองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
(รองศาสตราจารย์ อรอุษา สรวารี)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิมลวรรณ พิมพ์พันธุ์)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ธราศรัย แสงภักดี : การเตรียมโฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งจากน้ำมันปาล์ม.
(PREPARATION OF RIGID POLYURETHANE FOAM FROM PALM OIL)
อ. ที่ปรึกษา : รศ. เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์, อ. ที่ปรึกษาร่วม : รศ.อรอุษา สรวารี,
101 หน้า. ISBN 974-53-1978-3.

ในงานวิจัยนี้โฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็งถูกเตรียมขึ้นจากพอลิออลที่สังเคราะห์ได้โดยการนำน้ำมันปาล์มมาผ่านปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันกับเพนตะอิริทริทอล และใช้แคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งความหนืดและค่าไฮดรอกซิลของพอลิออลที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ355 พอยส์ และ 385 mg KOH/g ตามลำดับ โฟมพอลิยูรีเทนเตรียมได้จากการนำพอลิออลมาทำปฏิกิริยากับพอลิเมอริก MDI ในทางการค้า ร่วมกับน้ำ ตัวเร่งปฏิกิริยา และสารลดแรงตึงผิว ซึ่งงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและสารลดแรงตึงผิวปริมาณต่างๆต่อสมบัติของโฟม ได้แก่ ความหนาแน่น ความทนแรงกด และพฤติกรรมทางความร้อน จากผลการทดลองพบว่าความหนาแน่น และความทนแรงกดของโฟมเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น โดยมีค่าอยู่ในช่วง 38.7-58.0 กิโลกรัม/เมตร^3 และ 193.6-268.4 กิโลปาสคาล ตามลำดับ ในขณะที่ปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่เพิ่มขึ้นมีผลต่อสมบัติทั้งสองนี้น้อยมาก จากการศึกษาด้วยเทคนิค DSC และ TGA พบว่าโฟมที่เตรียมได้มีอุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน 62 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิการสลายตัว 377 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ภาพที่ได้จากเครื่องอิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงให้เห็นว่าโฟมที่เตรียมได้มีโครงสร้างแบบเซลล์ปิด ซึ่งชี้ให้เห็นว่าโฟมเหล่านี้เป็นโฟมชนิดแข็ง และสุดท้ายยังพบว่าปริมาณเซลล์ของโฟมเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ในขณะที่ความสม่ำเสมอของเซลล์ขึ้นกับปริมาณสารลดแรงตึงผิว

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต.....ธราศรัย แสงภักดี.....
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์.....
ปีการศึกษา 2547 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....อรอุษา สรวารี.....

4672277023 : MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHOLOGY
KEY WORD: MODIFIED PALM OIL / CATALYST / SURFACYANT

THARASAI SANGPAKDEE :PREPARATION OF RIGID POLYURETHANE FOAM FROM PALM OIL. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. SAOWAROJ CHUAYJULJIT, THESIS COADVISOR : ASSOC. PROF.ONUSA SARAVARI, 101 pp. ISBN 974-53-1978-3.

In this research, rigid polyurethane foam has been prepared from polyol derived from palm oil. This polyol was synthesized by transesterification reaction of palm oil and pentaerythritol using calcium oxide as catalyst. The viscosity and the hydroxyl value of the obtained polyol were 355 poises and 385 mg KOH/g, respectively. The palm oil based polyol was reacted with commercial polymeric MDI in the presence of water, catalyst and surfactant to produce polyurethane foam. The effects of formulation variables on foam properties i.e. density, compressive strength and thermal behaviors was studied by varying the amount of catalyst and surfactant. From the experimental results, it was found that the density and the compressive strength of the foam increased with increasing amount of catalyst and were in the range of 38.7-58.0 kg/m^3 and 193.6-268.4 kPa respectively, while an increased amount of surfactant showed negligible effect on these two properties. Furthermore, DSC and TGA revealed that T_g of the prepared foams was 62°C and the degradation temperature was 377°C. Moreover, scanning electron micrographs showed that the cells of the obtained PU foams were closed cells. This result indicated that these were rigid foam. Finally, the foams were found to have higher amount of cells as the concentration of catalyst increased whereas the uniformity of cells were increased with increasing amount of surfactant.

Department of Materials Science Student's signature Tharasai Sangpakdee
Field of study Applied Polymer Science and Textile Technology Advisor's signature
Academic year 2004 Co-advisor's signature Onusa Saravari

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้ได้อย่างสมบูรณ์นั้น เป็นเพราะได้รับคำแนะนำทางด้านวิชาการ ความเอื้อเฟื้อทางด้านเครื่องมือ วัตถุดิบและสถานที่สำหรับทำวิทยานิพนธ์ อีกทั้งยังได้รับความช่วยเหลือ และการแนะแนวในการทำวิทยานิพนธ์จากผู้ทรงคุณวุฒิในด้านต่างๆเป็นอย่างดี ข้าพเจ้าจึงใคร่ขอขอบพระคุณบุคคลและหน่วยงานที่เกี่ยวข้องซึ่งมีรายนามดังนี้

1. รศ.เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์ อาจารย์ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้คำปรึกษาในการแก้ไขปัญหาและแนะแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์ รวมถึงการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

2. รศ.อรอุษา สรวารี อาจารย์ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ให้คำปรึกษาในการแก้ไขปัญหาและแนะแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์ รวมถึงการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

3. รศ.ไพพรรณ สันติสุข ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่ให้คำแนะนำและช่วยตรวจสอบการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

4. ผศ.ดร. วิมลวรรณ พิมพ์พันธุ์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่ให้คำแนะนำและช่วยตรวจสอบการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

5. บริษัท มรกตอินดัสตรี้ จำกัด (มหาชน), บริษัทเซาท์ซิตี้ จำกัด, บริษัท ทีพีไอ จำกัด, บริษัท สยามเคมิคอล จำกัด ที่เอื้อเฟื้อวัตถุดิบและสารเคมีในการทำวิจัย

6. บริษัท ฟาบริเนท จำกัด ที่เอื้อเฟื้อเครื่องมือและสถานที่ในการทำวิจัย

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา ที่ให้การสนับสนุนและให้กำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี อีกทั้งอาจารย์ทุกท่านที่ช่วยประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ให้แก่ข้าพเจ้าจนสามารถทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้เป็นผลสำเร็จตามที่มุ่งหวังไว้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย)..... ง

บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)..... จ

กิตติกรรมประกาศ..... ฉ

สารบัญ..... ช

สารบัญตาราง..... ฎ

สารบัญรูป..... ฎ

บทที่

1. บทนำ..... 1

2. วารสารปริทรรศน์..... 3

2.1 น้ำมันปาล์ม (Palm oil)..... 7

2.2 โฟมพลาสติก (Plastic foams)..... 7

2.2.1 ลักษณะของโฟม..... 7

2.2.2 กระบวนการเกิดโฟม (Foam formation)..... 8

2.3 โฟมพอลิยูรีเทน (Polyurethane foam)..... 11

2.3.1 ปฏิกิริยาการเกิดโฟมพอลิยูรีเทน..... 12

2.3.2 สารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทน..... 13

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... 23

3. การทดลอง..... 26

3.1 การเตรียมสารประกอบพอลิออลจากน้ำมันปาล์ม..... 26

3.1.1 สารเคมี..... 26

3.1.2 อุปกรณ์..... 26

3.1.3 เครื่องทดสอบ..... 27

3.1.4 วิธีทดลอง..... 28

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หน้า

3.2 การสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็ง..... 29
3.2.1 สารเคมี..... 29
3.2.2 อุปกรณ์..... 29
3.2.3 เครื่องทดสอบ..... 30
3.2.4 วิธีทดลอง..... 32
3.3 การตรวจสอบสมบัติของสารประกอบพอลิออลที่ได้จากน้ำมันปาล์ม..... 34
3.3.1 ความหนืด (viscosity)..... 34
3.4 การตรวจสอบและวิเคราะห์สมบัติของโฟมพอลิยูรีเทน..... 34
3.4.1 การตรวจสอบสีและลักษณะโดยทั่วไปของโฟม..... 34
3.4.2 การวิเคราะห์สร้างทางเคมีของโฟมด้วยเทคนิค FTIR..... 34
3.4.3 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของโฟมด้วยเทคนิค SEM..... 34
3.4.4 ความหนาแน่น (Density)..... 35
3.4.5 ความทนแรงกด (Compressive strength)..... 35
3.4.6 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC..... 36
3.4.7 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA..... 36

4. ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง..... 37
4.1 การเตรียมสารประกอบพอลิออลจากน้ำมันปาล์ม..... 37
4.1.1 ลักษณะของสารประกอบพอลิออล..... 37
4.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FTIR..... 38
4.2 การเตรียมโฟมพอลิยูรีเทน..... 40
4.2.1 เวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมเริ่มฟูตัว (cream time)..... 40
4.2.1.1 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมเริ่มฟูตัว 40
4.2.1.2 ผลของปริมาณสารลดแรงตึงผิวต่อเวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมเริ่มฟูตัว..... 41
4.2.2 เวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมขยายตัวเต็มที่ (rise time)..... 42

หน้า

4.2.2.1 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมขยายตัวเต็มที่..... 42
4.2.2.2 ผลของปริมาณสารลดแรงตึงผิวต่อเวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมขยายตัวเต็มที่..... 43
4.2.3 ความสามารถในการฟูตัว..... 44
4.3 การตรวจสอบและวิเคราะห์สมบัติของโฟมพอลิยูรีเทน..... 45
4.3.1 สีและลักษณะของโฟม..... 45
4.3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของโฟมด้วยเทคนิค FTIR..... 48
4.3.3 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของโฟมพอลิยูรีเทนด้วยเทคนิค SEM..... 51
4.3.3.1 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสัณฐานวิทยาของโฟม..... 51
4.3.3.2 ผลของปริมาณสารลดแรงตึงผิวต่อสัณฐานวิทยาของโฟม..... 52
4.3.4 ความหนาแน่น..... 53
4.3.5 ความทนแรงกด..... 54
4.3.6 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC..... 55
4.3.7 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA..... 58

5. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ..... 60
5.1 สรุปผลการทดลอง..... 60
5.2 ข้อเสนอแนะ..... 61

รายการอ้างอิง..... 62

ภาคผนวก..... 64
ภาคผนวก ก..... 65
ภาคผนวก ข..... 68
ภาคผนวก ค..... 78

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หน้า

ภาคผนวก ง..... 84
ภาคผนวก จ..... 89
ภาคผนวก ฉ..... 98

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์..... 101

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

ตาราง หน้า

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางเคมีและทางกายภาพของน้ำมันปาล์ม..... 4

ตารางที่ 2.2 ร้อยละโดยน้ำหนักของกรดไขมันในน้ำมันปาล์ม..... 6

ตารางที่ 2.3 สูตรโครงสร้างของกรดไขมันที่มีในน้ำมันปาล์ม..... 6

ตารางที่ 2.4 ลักษณะของพอลิออลที่มีผลต่อการเกิดโฟมพอลิยูรีเทน..... 18

ตารางที่ 2.5 สมบัติและการใช้งานของพอลิเอสเทอร์พอลิออลในการผลิตโฟมพอลิยูรีเทน ชนิดต่างๆ..... 20

ตารางที่ 2.6 ตัวอย่างของตัวเร่งปฏิกิริยาเทอร์เชียรีเอมีน..... 21

ตารางที่ 3.1 สูตรที่ใช้ในการสังเคราะห์โฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็ง..... 33

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญรูป

รูปประกอบ หน้า

รูปที่ 2.1 ลักษณะของต้นปาล์ม..... 3

รูปที่ 2.2 ผลปาล์มน้ำมัน..... 4

รูปที่ 2.3 ตัวอย่างไอโซเมอร์ของไตรกลีเซอไรด์..... 6

รูปที่ 2.4 สัณฐานโครงสร้างของเซลล์..... 8

รูปที่ 2.5 แผนภาพขั้นตอนต่างๆ ในกระบวนการเกิดโฟม..... 11

รูปที่ 2.6 ปฏิกิริยาการเกิดอัลโลฟาเนต และไบยูเรต..... 13

รูปที่ 2.7 กระบวนการผลิต TDI 80/20..... 15

รูปที่ 2.8 โครงสร้างทางเคมีของ 4,4'–MDI และ 2,4'–MDI..... 16

รูปที่ 2.9 กระบวนการผลิตพอลิเมอริก MDI และ MDI บริสุทธิ์..... 17

รูปที่ 2.10 ปฏิกิริยาเปิดวงโพรพิลีนออกไซด์ที่ใช้ผลิตพอลิอีเทอร์พอลิออล..... 19

รูปที่ 3.1 เครื่องวัดความหนืดแบบบรู๊กฟิลด์..... 27

รูปที่ 3.2 ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์..... 27

รูปที่ 3.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการดัดแปรน้ำมันปาล์ม..... 28

รูปที่ 3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด..... 30

รูปที่ 3.5 ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงคาลอริมิเตอร์..... 30

รูปที่ 3.6 universal testing machine..... 31

รูปที่ 3.7 เทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์..... 31

รูปที่ 3.8 เครื่องตัดโฟม..... 32

รูปที่ 3.9 ความทนแรงกด (Compressive strength)..... 35

รูปที่ 4.1 ลักษณะของสารประกอบพอลิออล..... 37

รูปที่ 4.2 FTIR สเปกตรัมของน้ำมันปาล์มและสารประกอบพอลิออล..... 39

รูปที่ 4.3 กราฟแสดงเวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมพอลิยูรีเทนเริ่มฟูตัว..... 40

รูปที่ 4.4 กราฟแสดงเวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมพอลิยูรีเทนเริ่มฟูตัว..... 41

รูปที่ 4.5 กราฟแสดงเวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมพอลิยูรีเทนขยายตัวเต็มที่..... 42

รูปที่ 4.6 กราฟแสดงเวลาที่ใช้ในการทำให้โฟมพอลิยูรีเทนขยายตัวเต็มที่..... 43

รูปที่ 4.7 กราฟแสดงความสูงของโฟมพอลิยูรีเทนที่ได้..... 44

รูปประกอบ หน้า

รูปที่ 4.8 ลักษณะของโฟมพอลิยูรีเทนที่ได้ เมื่อใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่างกันที่ปริมาณสารลดแรงตึงผิว 1 กรัม..... 46
รูปที่ 4.9 ลักษณะของโฟมพอลิยูรีเทนที่ได้ เมื่อใช้ปริมาณสารลดแรงตึงผิวต่างกันปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.4 กรัม..... 47
รูปที่ 4.10 FTIRสเปกตรัมของโฟมพอลิยูรีเทนที่ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่างกัน..... 49
รูปที่ 4.11 FTIRสเปกตรัมของโฟมพอลิยูรีเทนที่ปริมาณสารลดแรงตึงผิวต่างกัน..... 50
รูปที่ 4.12 สัณฐานวิทยาของเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทนที่ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่างกัน..... 51
รูปที่ 4.13 สัณฐานวิทยาของเซลล์ของโฟมพอลิยูรีเทนที่ปริมาณสารลดแรงตึงผิวต่างกัน.... 52
รูปที่ 4.14 กราฟแสดงความหนาแน่นของโฟมพอลิยูรีเทน..... 54
รูปที่ 4.15 กราฟแสดงความทนแรงกดของโฟมพอลิยูรีเทน..... 55
รูปที่ 4.16 เทอร์โมแกรมการศึกษาสมบัติทางความร้อนของโฟมด้วยเทคนิค DSC..... 56
รูปที่ 4.17 เทอร์โมแกรมการศึกษาสมบัติทางความร้อนของโฟมด้วยเทคนิค DSC..... 57
รูปที่ 4.18 เทอร์โมแกรมการศึกษาสมบัติทางความร้อนของโฟมด้วยเทคนิค DSC เมื่อให้ความร้อนกับโฟมซ้ำอีกครั้ง..... 58
รูปที่ 4.19 เทอร์โมแกรมการศึกษาสมบัติทางความร้อนของโฟมด้วยเทคนิค TGA..... 58
รูปที่ 4.20 เทอร์โมแกรมการศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA..... 59

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย