

การใช้พอดเทอริสโตนัดแปรโดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มัลเป็นสารก่อนิเวศเสียสผลึกสำหรับพอลิโพรพิลีน



นายอำนาจ ลากเกษมสุข

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต

สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2557

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

USE OF POTTERY STONE MODIFIED BY HYDROTHERMAL TECHNIQUE AS NUCLEATING AGENT FOR POLYPROPYLENE

Mr. Amnouy Larpkasemsuk



A Dissertation Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Doctor of Philosophy Program in Materials Science

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2014

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การใช้ฟอตเทอร์สโตนดัดแปรโดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มัลเป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกสำหรับพอลิโพรพิลีน
โดย	นายอำนาจ ลากเกษมสุข
สาขาวิชา	วัสดุศาสตร์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະซีมา

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร. สุพจน์ ทารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ศิริฉันทน์ เขียมศิริเลิศ)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະซีมา)

..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ อรุษา สรวารี)

..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. กาวี ศรีกุลกิจ)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร. พศวรรธน์ ชัยวุฒินันท์)

อำนวยการพิมพ์ : การใช้พอตเทอร์สโตนดัดแปรโดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มัลเป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกสำหรับพอลิโพรพิลีน (USE OF POTTERY STONE MODIFIED BY HYDROTHERMAL TECHNIQUE AS NUCLEATING AGENT FOR POLYPROPYLENE) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: รศ. เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: ผศ. ดร. ดุจฤทัย พงษ์เก่า คชะสีมา, 119 หน้า.

งานวิจัยนี้เกี่ยวกับการนำพอตเทอร์สโตนจากแหล่งภายในประเทศไปผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลภายใต้ภาวะต่างๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (2, 4 และ 6 โมลาร์) อุณหภูมิ (60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส) และเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา (8, 12 และ 24 ชั่วโมง) ผลึกที่ได้ถูกนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน และวิเคราะห์พื้นฐานวิทยาและขนาดอนุภาคด้วยเทคนิคสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโกปีและเครื่องวัดขนาดอนุภาค ตามลำดับ จากการทดลอง พบว่าได้ผลึกของอะนาลิไซม์เมื่อใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2 โมลาร์ อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8, 12 และ 24 ชั่วโมง และภาพจากเทคนิคสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโกปีแสดงสัณฐานผลึกเฉพาะตัวที่อยู่ในรูปแบบของไอโซเทริกซ์เทรปิโซอีดรัล ซึ่งผลึกส่วนใหญ่มีผิวหน้าเรียบและอาจมีการเติบโตของผลึกเชื่อมติดกันได้บ้าง โดยอะนาลิไซม์ที่เตรียมจากการใช้เวลา 8 ชั่วโมง (มีร้อยละผลได้ประมาณ 75 และมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 2.9 ถึง 26.3 ไมโครเมตร) ได้ถูกเลือกเพื่อใช้เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกสำหรับพอลิโพรพิลีน อะนาลิไซม์ปริมาณต่างๆ (ร้อยละ 0-5 โดยน้ำหนัก) ถูกผสมกับพอลิโพรพิลีนด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ตามด้วยการอัดแบบ ซึ่งผลของการใส่อะนาลิไซม์ต่อกระบวนการเกิดผลึกและสัณฐานวิทยาของพอลิโพรพิลีนได้ถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งสเปกโทรสโกปี และกล้องจุลทรรศน์โพลาไรซ์แบบเชิงแสง จากเอ็กซ์เรย์แพตเทิร์นพบว่า ผลึกของพอลิโพรพิลีนส่วนใหญ่อยู่ในรูปแบบของแอลฟา ขณะที่ผลึกแบบบีตามีเพียงร้อยละ 10 เท่านั้น ที่ได้จากการใส่อะนาลิไซม์ปริมาณร้อยละ 2-5 โดยน้ำหนัก ภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์โพลาไรซ์แบบเชิงแสงแสดงให้เห็นว่าการใส่อะนาลิไซม์มีผลในการเพิ่มปริมาณสเฟียรูไลต์และลดขนาดสเฟียรูไลต์อย่างเห็นได้ชัดเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิโพรพิลีนที่ไม่ใส่อะนาลิไซม์ แสดงว่า อะนาลิไซม์มีประสิทธิภาพเป็นสารก่อนิวเคลียสผลึก นอกจากนี้ อะนาลิไซม์ยังมีผลทำให้อุณหภูมิการเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีนเพิ่มขึ้นอีกด้วย และจากการทดสอบความทนแรงกระแทกแบบไอซอดและสมบัติด้านความทนแรงดึงที่อุณหภูมิห้อง พบว่า ความทนแรงกระแทก ความทนแรงดึง และยังมีสัมมอดูลัสของขึ้นทดสอบได้รับการปรับปรุงและทุกสมบัติดังกล่าวมีค่าสูงที่สุดเมื่อใส่อะนาลิไซม์ร้อยละ 1.25 โดยน้ำหนัก ในขณะที่ การยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิโพรพิลีนที่ใส่อะนาลิไซม์ทุกอัตราส่วนมีค่าต่ำกว่าพอลิโพรพิลีนที่ไม่ใส่อะนาลิไซม์

ภาควิชา วัสดุศาสตร์

สาขาวิชา วัสดุศาสตร์

ปีการศึกษา 2557

ลายมือชื่อนิสิต

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

5273874823 : MAJOR MATERIALS SCIENCE

KEYWORDS: POTTERY STONE /HYDROTHERMAL TECHNIQUE/ ANALCIME/ POLYPROPYLENE /
NUCLEATING AGENT

AMNOUY LARPKASEMSUK: USE OF POTTERY STONE MODIFIED BY HYDROTHERMAL
TECHNIQUE AS NUCLEATING AGENT FOR POLYPROPYLENE. ADVISOR: ASSOC. PROF.
SAOWAROJ CHAUYJULJIT, CO-ADVISOR: ASST. PROF. DUJREUTAI PONGKAO KASHIMA,
Ph.D., 119 pp.

This project is related to the hydrothermal treatment of local pottery stone with various conditions such as the concentrations of sodium hydroxide (NaOH) solution (2, 4 and 6 molar), reaction temperatures (60, 80 and 120°C) and reaction times (8, 12 and 24 h). The resulting crystals were identified by X-ray diffraction (XRD) and characterized by scanning electron microscopy (SEM) and particle size analysis. It was found that the crystalline analcime phase was formed by using 2 M NaOH at 120°C for 8, 12 and 24 h. The SEM images of analcime crystal exhibited a unique isometric trapezohedral morphology. Most crystals are cleanly faceted and some exhibited intergrowth. The analcime prepared by the reaction time of 8 h (~75% yield and range in size from 2.9 to 26.3 μm) was selected for utilizing as a nucleating agent for polypropylene (PP). Different loadings of analcime (0–5 wt%) were mixed with PP on a twin screw extruder, and followed by compression molding. The XRD, differential scanning calorimetry and polarized optical microscopy (POM) were used to explore the effects of analcime on crystallization and crystallographic morphology of PP. The XRD patterns revealed that the crystals of all PP samples were mostly existed in an alpha-form, while only 10% of a beta-form was observed in PP filled with 2–5 wt% analcime. As observed from POM micrographs, addition of analcime particles dramatically increased the number of spherulites and decreased the size of spherulites compared to those of the neat PP, indicating the nucleation efficacy of analcime. Moreover, the presence of analcime caused an increase in the crystallization temperature of PP as compared to the neat PP. The tensile properties and Izod impact strength of the samples were measured at room temperature. It was found that the impact strength, tensile strength and Young's modulus of PP samples could be improved with the addition of analcime and all of these properties exhibited the highest values at 1.25 wt% analcime, while the elongation at break of PP filled with analcime was all lower than that of the neat PP.

Department: Materials Science

Field of Study: Materials Science

Academic Year: 2014

Student's Signature

Advisor's Signature

Co-Advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้เป็นอย่างดี เพราะได้รับคำแนะนำจาก ผู้ทรงคุณวุฒิ และความช่วยเหลือ ความเอื้อเฟื้อ และความอนุเคราะห์ด้านวัสดุ อุปกรณ์ และสถานที่ ทำงานวิจัย ข้าพเจ้าจึงใคร่ขอขอบคุณบุคคลและหน่วยงานที่เกี่ยวข้องดังรายนามต่อไปนี้

1. รองศาสตราจารย์ เสาร์จันท์ ช่วยจุลจิตร์ อาจารย์ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก ที่ให้ คำปรึกษา แนะนำแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์ การแก้ไขปัญหา การสนับสนุนทุนในการวิจัย ตลอดจน การจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

2. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະชิมา อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ได้ให้คำปรึกษา และแนะนำแนวทางในการทำวิจัย

3. ประธานและกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านที่ได้ให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์ใน การจัดทำวิทยานิพนธ์

4. คณาจารย์ภาควิชาวัสดุศาสตร์ทุกท่านที่อบรมให้ความรู้และคำแนะนำด้านต่างๆ

5. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

6. ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยี ราชภัฏนครราชสีมาที่ให้การสนับสนุนในการวิจัย ด้านวัสดุ อุปกรณ์ เครื่องมือ ระหว่างดำเนินการวิจัย

7. มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่สนับสนุนทุนการศึกษา

8. คุณประพันธ์ อังอติชาติ ที่ให้ความอนุเคราะห์วัสดุ

9. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สรพงษ์ ภาสุปรีดิ์ ดร.กุลวดี สังข์สนธิ ดร.ชัยวัฒน์ นรگانต์กร ดร. พศวรรธน์ ชัยวุฒินันท์ คุณวัชรวิ จันฎุ คุณศศิธร แก้วจำรูญ คุณวิรัชพงศ์ ครพนม เพื่อนๆ และพี่น้อง ชาววัสดุศาสตร์ทุกคนที่ช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกต่างๆ ระหว่างงานวิจัย

10. เจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ ที่ได้อำนวยความสะดวกในการทำวิจัย

สุดท้ายนี้ข้าพเจ้าขอกราบขอบพระคุณบิดามารดา และขอบคุณครอบครัวที่ให้กำลังใจ และให้ ความช่วยเหลือต่างๆ ระหว่างการทำวิทยานิพนธ์จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
บทที่ 2 วารสารปริทัศน์.....	3
2.1 พอลิโพรพิลีน	3
2.1.1 สมบัติทางกายภาพของพอลิโพรพิลีน.....	4
2.1.2 การใช้งานของพอลิโพรพิลีน	5
2.1.3 โครงสร้างผลึกของพอลิโพรพิลีน.....	6
2.1.4 การเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีน	14
2.2 พอตเทอรีสโตน.....	18
2.3 กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล.....	22
2.4 อะนาลไซม์ (analcime).....	26
บทที่ 3 วิธีการทดลอง.....	28
3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมี.....	28
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ	29
3.2.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ตัดแปรรพตเทอรีสโตน	29
3.2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ขึ้นรูปขึ้นทดสอบ	30
3.2.3 เครื่องวิเคราะห์และทดสอบสมบัติ	30

3.3	ขั้นตอนการทดลอง	31
3.3.1	การตัดแปรพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล.....	31
3.3.2	การใช้พอตเทอริสโตนตัดแปรเป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกสำหรับพอลิไพร์ฟลีน	32
3.4	การทดลอง.....	33
3.4.1	การตัดแปรพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล.....	33
3.4.2	การตรวจสอบพอตเทอริสโตน	36
3.5	การผสมพอลิไพร์ฟลีนกับพอตเทอริสโตนตัดแปร	37
3.5.1	การผสม.....	37
3.5.2	การขึ้นรูปขึ้นทดสอบ	39
3.5.3	การวิเคราะห์และทดสอบ	40
บทที่ 4	ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง	44
4.1	การตัดแปรพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH	44
4.1.1	ลักษณะทางกายภาพของพอตเทอริสโตน	44
4.1.2	สัมฐานวิทยา องค์ประกอบ และโครงสร้างผลึกของพอตเทอริสโตน	44
4.1.3	ขนาดอนุภาค	63
4.1.4	ร้อยละผลได้ (%Yield).....	65
4.1.5	การวิเคราะห์ผลการตัดแปรพอตเทอริสโตน.....	66
4.2	การใช้ analcime เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกสำหรับพอลิไพร์ฟลีน	67
4.2.1	การวิเคราะห์โครงสร้างและลักษณะผลึกของพอลิไพร์ฟลีน	67
4.2.2	การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี(DSC).....	72
4.2.3	การทดสอบสมบัติเชิงกล.....	75
4.2.4	การตรวจสอบสัมฐานวิทยา.....	79

บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	82
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	82
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	83
รายการอ้างอิง.....	84
ภาคผนวก.....	89
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	119



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2. 1 คุณสมบัติของผลึกแบบต่างๆ ของพอลิโพรพิลีน	13
ตารางที่ 2. 2 ปริมาณองค์ประกอบในโครงสร้างของพอตเทอริสโตน	19
ตารางที่ 2. 3 องค์ประกอบของพอตเทอริสโตนที่ได้จากแหล่งในจังหวัดลพบุรี	21
ตารางที่ 3. 1 สมบัติของเม็ดพลาสติกพอลิโพรพิลีน (เกรด 1100 NK)	29
ตารางที่ 3. 2 การตัดแปรรพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH....	35
ตารางที่ 4. 1 ผลการตรวจขนาดอนุภาคของพอตเทอริสโตนทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านการตัดแปรร.....	65
ตารางที่ 4. 2 ปริมาณผลึกแบบปีตาของพอลิโพรพิลีนเมื่อใช้ analcime เป็นสารก่อนิวเคลียส ผลึก.....	69
ตารางที่ 4. 3 เวลาการเกิดผลึกสเฟียรูไลต์ได้สมบูรณ์ในพอลิโพรพิลีนเมื่อใส่ analcime ปริมาณ	71
ตารางที่ 4. 4 T_c , T_m และ X_c ของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0-5% โดยน้ำหนัก.....	74
ตารางที่ 4. 5 สมบัติเชิงกลของพอลิโพรพิลีนที่เติม analcime ปริมาณ 0-5% โดยน้ำหนัก	76

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างทางเคมีของพอลิโพรพิลีน	3
รูปที่ 2.2 ปฏิกิริยาของกระบวนการเกิดพอลิโพรพิลีน.....	3
รูปที่ 2.3 กระบวนการสังเคราะห์พอลิโพรพิลีนภายใต้ภาวะแก๊สที่ความดันต่ำ.....	4
รูปที่ 2.4 โครงสร้างของไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีน	4
รูปที่ 2. 5 แผนภาพการใช้งานของพอลิโพรพิลีนประเภทต่างๆ	6
รูปที่ 2. 6 การเกิดเฮลิกซ์ของไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีน	7
รูปที่ 2. 7 (ก) เฮลิกซ์ที่มีหมู่เมทิลอยู่ด้านล่าง (dw) และ (ข) เส้นแสดงรูปร่างเป็นแท่งมี 3 ด้าน	7
รูปที่ 2. 8 โครงสร้างผลึกแอลฟาของพอลิโพรพิลีนในระบบมอนอคลินิก	8
รูปที่ 2. 9 ชั้นผลึกที่เกิดในระหว่างการเกิดผลึกจากพอลิเมอร์หลอมเหลว	8
รูปที่ 2. 10 การจัดเรียงสายโซ่วนซ้ายและวนขวาเข้าหากันอย่างมีระเบียบ 2 แบบ ของผลึกแอลฟา ในระบบมอนอคลินิกของพอลิโพรพิลีนบนระนาบ ab โดยแกน c ตั้งฉากกับระนาบ	9
รูปที่ 2. 11 โครงสร้างผลึกบีตาของพอลิโพรพิลีนในระบบเฮกซะโกนัล	10
รูปที่ 2. 12 ในแต่ละยูนิตเซลล์บีตาพอลิโพรพิลีนมีการจัดเรียงสายโซ่เฉพาะเกลียววนซ้ายหรือเกลียววนขวาเท่านั้นโดยลูกศรแสดงถึงแกน b และแกน c ตั้งฉากกับระนาบของภาพ	10
รูปที่ 2. 13 XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมของพอลิโพรพิลีนที่มีรูปผลึกทั้งแบบแอลฟาและบีตา	11
รูปที่ 2. 14 โครงสร้างผลึกแกมมาของพอลิโพรพิลีนในระบบไตรคลินิก	12
รูปที่ 2. 15 การจัดเรียงสายโซ่เฮลิกซ์ภายในยูนิตเซลล์ของผลึกแกมมา	12
รูปที่ 2. 16 XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมของโครงสร้างผลึกแบบ (ก) แอลฟา, (ข) บีตา และ (ค) แกมมาของพอลิโพรพิลีน	13
รูปที่ 2. 17 สเปกตรัมของพอลิโพรพิลีนที่ (ก) ไม่ใส่สารก่อนิเวศผลึก และ (ข) ใส่นาโนซิลิกาเป็นสารก่อนิเวศผลึก	15
รูปที่ 2. 18 ขั้นตอนการเกิดสเฟียรูไลต์ระหว่างการเย็นตัวของพอลิเมอร์หลอมเหลวเปรียบเทียบกับระหว่างพอลิเมอร์ที่ใส่และไม่ใส่สารก่อนิเวศผลึก	16

รูปที่ 2. 19 ความก้าวหน้าของเทคนิคไฮโดรเทอร์มัล.....	22
รูปที่ 2. 20 กระบวนการเตรียมอนุภาคด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มัลเปรียบเทียบกับเทคนิคที่ใช้ ทั่วไป.....	23
รูปที่ 2. 21 ออโตเคลฟและภาชนะที่ภายในบุด้วยเทฟลอนที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล.....	23
รูปที่ 2. 22 ขั้นตอนของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล	24
รูปที่ 2. 23 รูปแบบผลึกของอะนาลิไซม์	26
รูปที่ 2. 24 ผลึกของอะนาลิไซม์ที่เกิดจากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลในธรรมชาติ	27
รูปที่ 3. 1 ผงพอตเทอริสโตน.....	28
รูปที่ 3. 2 เม็ดพลาสติกพอลิพรพิลีน	28
รูปที่ 3. 3 ขั้นตอนการตัดแปรพอตเทอริสโตนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล	31
รูปที่ 3. 4 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติพอลิพรพิลีนผสมพอตเทอริสโตน.....	32
รูปที่ 3. 5 ภาชนะสแตนเลสบุด้วยเทฟลอน	33
รูปที่ 3. 6 ชุดอุปกรณ์การตัดแปรด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มัล.....	34
รูปที่ 3. 7 ชุดกรองสูญญากาศ.....	34
รูปที่ 3. 8 กาลังจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	36
รูปที่ 3. 9 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์	37
รูปที่ 3. 10 เครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่	38
รูปที่ 3. 11 เม็ดพลาสติกพอลิพรพิลีนผสมพอตเทอริสโตน.....	38
รูปที่ 3. 12 แม่แบบขึ้นทดสอบ.....	39
รูปที่ 3. 13 เครื่องอัดแบบ	39
รูปที่ 3. 14 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนิงแคลลอริมิเตอร์	41
รูปที่ 3. 15 ขึ้นทดสอบรูปดัมเบลล์ตามมาตรฐาน ASTM D 638 type 1	41
รูปที่ 3. 16 เครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล.....	42
รูปที่ 3. 17 ขึ้นทดสอบความทนแรงกระแทก	43

รูปที่ 3. 18 เครื่องทดสอบความทนแรงกระแทกแบบไอซอด	43
รูปที่ 4. 1 ลักษณะทางกายภาพของพอตเทอริสโตน (ก) ไม่ผ่านการดัดแปร และ (ข) ผ่านการดัดแปร.....	44
รูปที่ 4. 2 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ (ก) ไม่ผ่านการดัดแปร (ข-ง) ผ่านการดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส ตามลำดับ	45
รูปที่ 4. 3 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอตเทอริสโตน (ก) ที่ไม่ผ่านการดัดแปร และ (ข-ง) ที่ผ่านการดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส ตามลำดับ.....	47
รูปที่ 4. 4 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส.....	48
รูปที่ 4. 5 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส.....	49
รูปที่ 4. 6 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส.....	50
รูปที่ 4. 7 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส.....	51
รูปที่ 4. 8 สัณฐานวิทยาของ analcime ที่สังเคราะห์จากพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 8 ชั่วโมง, (ข) 12 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง.....	52
รูปที่ 4. 9 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส.....	53
รูปที่ 4. 10 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส.....	55
รูปที่ 4. 11 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส.....	56

รูปที่ 4. 12	สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส.....	57
รูปที่ 4. 13	สัณฐานวิทยาของ hydroxycancrinite ที่สังเคราะห์จากพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 8 ชั่วโมง, (ข) 12 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง	58
รูปที่ 4. 14	สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส.....	59
รูปที่ 4. 15	สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส.....	60
รูปที่ 4. 16	สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 8 ชั่วโมง และ (ข) 12 ชั่วโมง	61
รูปที่ 4. 17	XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 8 ชั่วโมง และ (ข) 12 ชั่วโมง.....	62
รูปที่ 4. 18	การกระจายขนาดอนุภาคของพอตเทอริสโตนที่ (ก) ไม่ผ่านการตัดแปร, (ข-ง) ผ่านการตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8, 12 และ 24 ชั่วโมง ตามลำดับ	64
รูปที่ 4. 19	XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime (ก) 0–1.25% และ (ข) 2–5% โดยน้ำหนัก.....	68
รูปที่ 4. 20	POM ไมโครกราฟของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ (ก) 0%, (ข) 0.5%, (ค) 0.75%, (ง) 1%, (จ) 1.25%, (ฉ) 2%, (ช) 3%, (ซ) 4% และ (ณ) 5% โดยน้ำหนัก.....	70
รูปที่ 4. 21	DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0–5% โดยน้ำหนัก ภายหลังขึ้นทดสอบผ่านขั้นตอนการลดอุณหภูมิ.....	73
รูปที่ 4. 22	DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0–5% โดยน้ำหนัก ภายหลังขึ้นทดสอบผ่านขั้นตอนการเพิ่มอุณหภูมิครั้งที่ 2.....	73
รูปที่ 4. 23	ความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0–5% โดยน้ำหนัก....	76
รูปที่ 4. 24	ความทนแรงดึงของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0–5% โดยน้ำหนัก	77

รูปที่ 4. 25 ยั่งส์มอดูลัสของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0-5% โดยน้ำหนัก 78

รูปที่ 4. 26 การยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0-5% โดยน้ำหนัก 79

รูปที่ 4. 27 สัณฐานวิทยาของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ (ก) 0%, (ข) 0.5%, (ค) 0.75%, (ง) 1%, (จ) 1.25%, (ฉ) 2%, (ช) 3%, (ซ) 4% และ (ณ) 5% โดยน้ำหนัก..... 80



บทที่ 1

บทนำ

พลาสติกเป็นวัสดุที่มีการใช้งานอย่างแพร่หลายในชีวิตประจำวันและในทางอุตสาหกรรม โดยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง โดยเฉพาะไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีน (isotactic polypropylene) ซึ่งเป็นเทอร์โมพลาสติกกึ่งผลึกเชิงพาณิชย์ (commodity semicrystalline thermoplastic) ประเภทหนึ่งที่มีการใช้งานอย่างกว้างขวางทั้งสินค้าอุตสาหกรรม และผลิตภัณฑ์เพื่อการอุปโภคบริโภค เนื่องจากเป็นพลาสติกที่มีราคาถูกเมื่อเปรียบเทียบกับสมบัติที่ดีของพอลิโพรพิลีน เช่น มีความต้านทานสารเคมีดีเยี่ยม น้ำหนักเบา มีสมบัติทางความร้อนและสมบัติเชิงกลที่ดี ขึ้นรูปง่าย และสามารถรีไซเคิลได้ เป็นต้น [1-4] โดยสมบัติที่สำคัญส่วนใหญ่ของพอลิโพรพิลีนจะขึ้นกับระดับความเป็นผลึก (degree of crystallinity) และขนาดของผลึกภายในผลิตภัณฑ์ อย่างไรก็ตาม ข้อเสียที่สำคัญประการหนึ่งของพอลิโพรพิลีน คือ มีความทนแรงกระแทกต่ำ โดยเฉพาะที่อุณหภูมิต่ำ เนื่องจากมีผลึกขนาดใหญ่ และมีอุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้ว (glass transition temperature, T_g) ค่อนข้างสูง (ประมาณ 0 องศาเซลเซียส) จึงทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้ค่อนข้างเปราะและไม่เหมาะจะใช้งานที่อุณหภูมิต่ำ และมีความทึบแสง [5] ซึ่งการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างผลึก สมบัติ และพฤติกรรมการเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีนได้รับความสนใจจากนักวิจัยจำนวนมากอย่างต่อเนื่อง โดยไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนเป็นสเตอริโอเรกูลาร์พอลิเมอร์ (stereoregular polymer) ที่มีแนวโน้มเกิดผลึกได้สูง เนื่องจากมีโครงสร้างทางเคมีที่เป็นระเบียบ และยังเป็นวัสดุที่สามารถเกิดผลึกได้หลายรูปแบบหรือหลายอัญรูป (polymorphic material) ตามการจัดเรียงตัวของสายโซ่โมเลกุล ได้แก่ แบบแอลฟา (α -form) แบบบีตา (β -form) และแบบแกมมา (γ -form) [2, 6, 7] ที่มีลักษณะเฉพาะแตกต่างกัน ได้แก่ แลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameters) ความหนาแน่น (density) พฤติกรรมทางความร้อน (thermal behaviors) และสมบัติเชิงกล (mechanical properties) เป็นต้น จากการที่พอลิโพรพิลีนมีสเฟียรูไลต์ขนาดใหญ่ดังกล่าวจึงทำให้มีการพัฒนาสารก่อนิวเคลียสผลึก (nucleating agents) สำหรับเติมเข้าไปในพอลิโพรพิลีนเพื่อเปลี่ยนสัณฐานวิทยาของผลึกและปรับปรุงสมบัติของผลิตภัณฑ์ ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้กันมากในทางอุตสาหกรรมเพื่อแก้ไขปัญหาเหล่านี้ โดยการเติมสารก่อนิวเคลียสผลึกจะมีผลทำให้สเฟียรูไลต์ (spherulites) มีขนาดเล็กลง อุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature, T_c) สูงขึ้น อัตราการเกิดผลึก (crystallization rate) และระดับความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น ซึ่งส่งผลให้รอบเวลา (cycle time) ของกระบวนการผลิตสั้นลง โดยเฉพาะในกระบวนการอัดรีดและฉีดแบบ มีสัณฐานวิทยา (morphology) สม่าเสมอ เพิ่มความโปร่งใส และปรับปรุงสมบัติเชิงกลของพอลิโพรพิลีน โดยพอลิเมอร์หลอมเหลวไม่ต้องสร้างนิวเคลียสผลึกขึ้นเองเพื่อที่จะเริ่มต้นกระบวนการเกิดผลึก [4-6, 8]

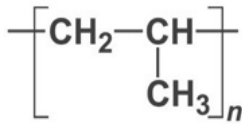
สำหรับงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ในการดัดแปรพอตเทอร์สโตน (pottery stone) ซึ่งเป็นหินภูเขาไฟที่มีซิลิกา (SiO_2) เป็นองค์ประกอบหลัก (felsic igneous rock) โดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal process) ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide, NaOH) เพื่อที่จะนำไปใช้เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกสำหรับพอลิโพรพิลีน ทั้งนี้เนื่องจากพอตเทอร์สโตนเป็นวัตถุดิบที่มีอยู่เป็นจำนวนมากในธรรมชาติ และหาได้ง่ายในประเทศไทย เช่นที่จังหวัดลพบุรี ลำปาง กาญจนบุรี และอุดรธานี เป็นต้น อีกทั้งยังมีราคาถูก ซึ่งพอตเทอร์สโตนได้เริ่มนำมาใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมเซรามิกเพื่อทดแทนซิลิกาจากแหล่งวัตถุดิบประเภทอื่นที่มีราคาสูง จึงเป็นที่มาของชื่อ “พอตเทอร์สโตน” โดยพอตเทอร์สโตนที่พบในประเทศไทยแต่ละแหล่งมีองค์ประกอบทางเคมีแตกต่างกัน สำหรับพอตเทอร์สโตนที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีแหล่งกำเนิดอยู่ในจังหวัดลพบุรีซึ่งประกอบด้วยซิลิกาประมาณร้อยละ 71 และอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ประมาณร้อยละ 17 นอกนั้นเป็นออกไซด์ของโลหะต่างๆ ปะปนกัน จากนั้นจึงได้เริ่มเข้าสู่อุตสาหกรรมยางและพลาสติกเพื่อใช้เป็นสารเสริมแรง (reinforcing filler) ซึ่งก็ได้มีงานวิจัยที่นำพอตเทอร์สโตนไปใช้เสริมแรงในยางธรรมชาติและพอลิโพรพิลีน [9, 10] หากแต่เป็นการใช้โดยไม่ผ่านการดัดแปรใดๆ เพียงแต่นำไปบดให้มีความละเอียดมากขึ้นด้วยเทคนิคต่างๆ กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเทคนิคที่ใช้สังเคราะห์ผลึกของสารประกอบอนินทรีย์ด้วยสารละลายภายใต้อุณหภูมิและความดันสูง ปัจจุบันเทคนิคนี้ได้เข้ามามีส่วนเกี่ยวข้องในด้านการเตรียมผลึกพิเศษหรือผลึกเดี่ยว (single crystals) ขนาดใหญ่ และการเตรียมวัสดุนาโน (nanomaterials) เป็นต้น ซึ่งเทคนิคนี้มีข้อดีหลายประการ ได้แก่ สามารถให้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูงและสม่ำเสมอ ผลึกมีความสมมาตร มีการกระจายขนาดอนุภาคที่แคบ เป็นกระบวนการแบบขั้นตอนเดียว อนุภาคที่ได้ อาจมีขนาดเล็กระดับนาโนเมตร ใช้พลังงานต่ำ และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไม่นานเกินไป [11]

ซึ่งหากงานวิจัยนี้ประสบผลสำเร็จจะทำให้ได้สารก่อนิวเคลียสผลึกที่เตรียมจากวัตถุดิบที่มีเป็นจำนวนมากในประเทศไทย และอาจสามารถพัฒนาสู่อุตสาหกรรมต่อไป โดยมีผลทำให้ต้นทุนการผลิตต่ำลง และยังลดการนำเข้าสารก่อนิวเคลียสผลึกจากต่างประเทศได้อีกด้วย

บทที่ 2 วารสารปริทัศน์

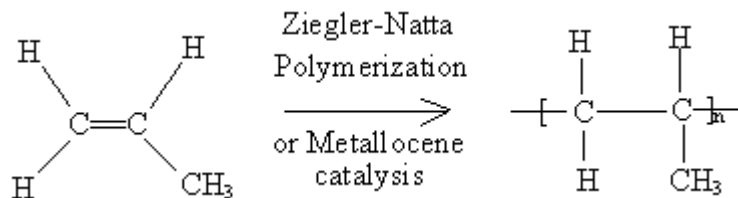
2.1 พอลิโพรพิลีน [1-8, 12-42]

พอลิโพรพิลีนเป็นเทอร์โมพลาสติกกึ่งผลึก (semicrystalline) เชิงพาณิชย์ที่มีความสำคัญที่สุดชนิดหนึ่ง สามารถนำไปใช้งานได้หลากหลาย และราคาถูก พอลิโพรพิลีนเป็นพอลิเมอร์แบบเชิงเส้น (linear polymer) ที่มีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังแสดงในรูปที่ 2.1

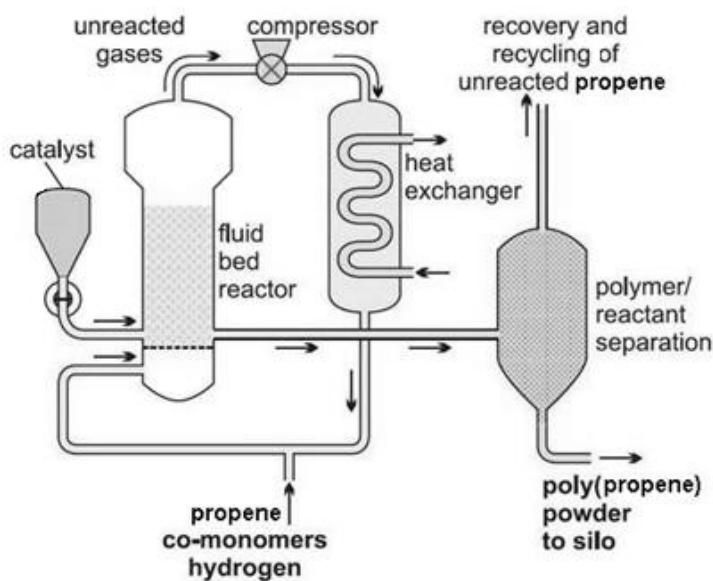


รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างทางเคมีของพอลิโพรพิลีน [12]

พอลิโพรพิลีนสังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์แบบรวมตัว (addition polymerization) ของโพรพิลีนมอนอเมอร์ (propylene monomer) ที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา Ziegler-Natta หรือ metallocene ดังปฏิกิริยาในรูปที่ 2.2 และกระบวนการสังเคราะห์ภายใต้ภาวะแก๊สที่ความดันต่ำแสดงไว้ในรูปที่ 2.3

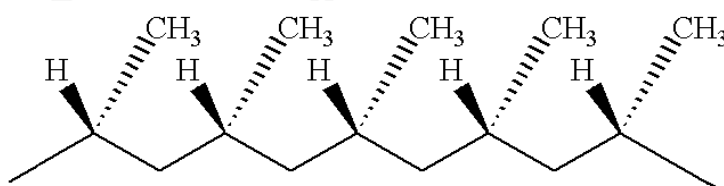


รูปที่ 2.2 ปฏิกิริยาของกระบวนการเกิดพอลิโพรพิลีน[13]



รูปที่ 2.3 กระบวนการสังเคราะห์พอลิโพรพิลีนภายใต้ภาวะแก๊สที่ความดันต่ำ [12]

ในระยะแรกพอลิโพรพิลีนถูกสังเคราะห์ด้วยกระบวนการที่ใช้ความดันสูง ซึ่งทำให้ได้พอลิโพรพิลีนที่มีลักษณะเป็นน้ำมันหรือยางที่ไม่มีความสำคัญในทางการค้า จนกระทั่งศาสตราจารย์ แนตตา (Natta) จากอิตาลีได้ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาซีเกลอ (Ziegler Catalyst) ซึ่งเป็น “stereospecific catalyst” ทำให้สามารถผลิตพอลิโพรพิลีนที่มีโครงสร้างสม่ำเสมอที่เรียกว่า “ไอโซแทกติก” พอลิโพรพิลีน ดังแสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 โครงสร้างของไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีน [14]

2.1.1 สมบัติทางกายภาพของพอลิโพรพิลีน

พอลิโพรพิลีนเป็นพลาสติกน้ำหนักเบาที่มีความหนาแน่น 0.90 g/cm^3 หากแต่มีความแข็งมากกว่าพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) พอลิโพรพิลีนมีสมบัติเด่นหลายประการ ได้แก่ มีจุดอ่อนตัวสูง (~ 150 องศาเซลเซียส) มีความทนทานสารเคมีดีเยี่ยม มีความทนความร้อน ความแข็งตึง (stiffness) ความเงา (gloss) ความใส (clarity) การสกัดกั้นไอน้ำ ความทนแรงดึง และการทนความ

ล้า (fatigue) สูง รวมทั้งราคาถูกและรีไซเคิลได้ [1-4] โดยสมบัติที่สำคัญส่วนใหญ่ของพอลิโพรพิลีน ขึ้นกับระดับความเป็นผลึก และลักษณะผลึกภายในผลึกมันท์ พอลิโพรพิลีนสามารถใช้แทนแก้ว โลหะ และพอลิเมอร์ชนิดอื่นได้ อย่างไรก็ตาม ข้อเสียที่สำคัญประการหนึ่งของพอลิโพรพิลีน คือ มีความทนแรง กระแทกต่ำโดยเฉพาะเมื่อใช้งานที่อุณหภูมิต่ำ เนื่องจากมีอุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้วค่อนข้างสูง (~ 0 องศาเซลเซียส) และผลึกของพอลิโพรพิลีนมีขนาดใหญ่ จึงทำให้ได้ผลึกมันท์ที่ค่อนข้างเปราะและไม่ เหมาะกับการใช้งานที่อุณหภูมิต่ำ [2] การแก้ไขปัญหาดังกล่าวอาจทำได้โดยการเตรียมโคพอลิเมอร์กับโ อเลฟินส์อื่นๆ เช่น เอทิลีน เป็นต้น นอกจากนี้ พอลิโพรพิลีนยังมีความทนกรดและเบสได้ดี และเฉื่อยต่อ สารเคมีทั่วไป ทั้งนี้เนื่องจากมีความเป็นผลึกสูง อย่างไรก็ตาม พอลิโพรพิลีนมีเสถียรภาพต่อความร้อน แสง และตัวออกซิไดส์ (oxidizing agents) น้อยกว่าพอลิเอทิลีน ดังนั้น จึงจำเป็นต้องใส่สารแอนติออกซิแดนต์ (antioxidants) และสารเพิ่มเสถียรภาพต่อรังสียูวี (UV stabilizers) ในพอลิโพรพิลีน และ เพื่อให้พอลิโพรพิลีนสามารถใช้งานได้กว้างมากขึ้นจึงอาจมีการใส่สารตัวเติม (fillers) ผงสี (pigments) และอีลาสโตเมอร์ (elastomers) เป็นต้น

Lehmann และคณะ [15] ได้ปรับปรุงความเหนียวของพอลิโพรพิลีนด้วยการใส่นาโนซิลิกา กราฟต์พอลิเอทิลอะคริเลต (nanosilica-g-poly(ethyl acrylate)) และยางเอทิลีนโพรพิลีนไดอีน (ethylene propylene diene rubber, EPDM) พบว่า การเติมนาโนซิลิกากราฟต์พอลิเอทิลอะคริเลต ไม่ทำให้พอลิโพรพิลีนมีความทนแรงกระแทกเพิ่มขึ้น แต่การใช้ยางเอทิลีนโพรพิลีนไดอีนร่วมกับนาโนซิลิกากราฟต์พอลิเอทิลอะคริเลตมีผลช่วยให้ความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตมี ค่าเพิ่มขึ้น โดยไม่ส่งผลกระทบต่อค่าความทนแรงดึงของผลึกมันท์

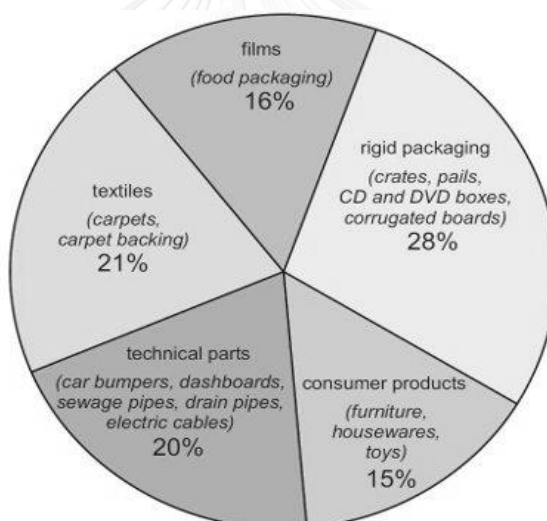
Zhang และ Zhang [16] ได้ทำการวิจัยและศึกษาความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ คาร์บอนนาโนทิวบ์ (carbon nanotubes) ที่มีความยาว 1–2 ไมโครเมตร และ 5–15 ไมโครเมตร ปริมาณ 1 phr พบว่า คาร์บอนนาโนทิวบ์ที่มีความยาวมากกว่ามีประสิทธิภาพในการเพิ่มความทนแรง กระแทกได้มากกว่าคาร์บอนนาโนทิวบ์ที่สั้นกว่า รวมทั้งสเฟียรูไลต์ที่เกิดจากการชักนำของคาร์บอนนา โนทิวบ์มีขนาดเล็ก ซึ่งมีผลทำให้ความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนได้รับการปรับปรุง

2.1.2 การใช้งานของพอลิโพรพิลีน

เนื่องจากพอลิโพรพิลีนมีสมบัติเด่นหลายประการ ราคาถูก และสามารถรีไซเคิลได้ จึงถูก นำไปใช้งานอย่างแพร่หลาย ดังนี้

1. งานฉีดแบบ (injection molding) ใช้ทำกล่องแบตเตอรี่ ถังน้ำมันในรถยนต์ กันชนรถยนต์ ลังใส่ขวด กระจ่างตันไม้ ของเด็กเล่น ต้มแปรงสีฟัน ฝาจากพลาสติก เพอร์นิเจอร์ และเครื่องใช้ทางการแพทย์ เช่น กระจกฉีดยาที่ใช้ครั้งเดียวทิ้ง เป็นต้น
2. งานเป่าฟิล์ม (blown film) ใช้ทำฟิล์มใส ถุงร้อน ถุงเย็น พลาสติกหุ้มซองบุหรี่ของใส่เสื้อยืด และฟิล์มห่ออาหารที่ไม่ต้องการให้ออกซิเจนซึมผ่าน เป็นต้น
3. งานเป่าแบบ (blow molding) ใช้ทำผลิตภัณฑ์เช่นเดียวกับพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง เช่น ขวด, ถัง หรือภาชนะที่ต้องการความทนทานสูง เป็นต้น
4. งานสิ่งทอ (textile) ใช้ทำเส้นใยกระสอบสาน เชือกฟาง แห อวน และผ้าใบปกป้องกันพืชสวน เป็นต้น

แผนภาพแสดงสัดส่วนการใช้งานของพอลิโพรพิลีนประเภทต่างๆ ได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.5

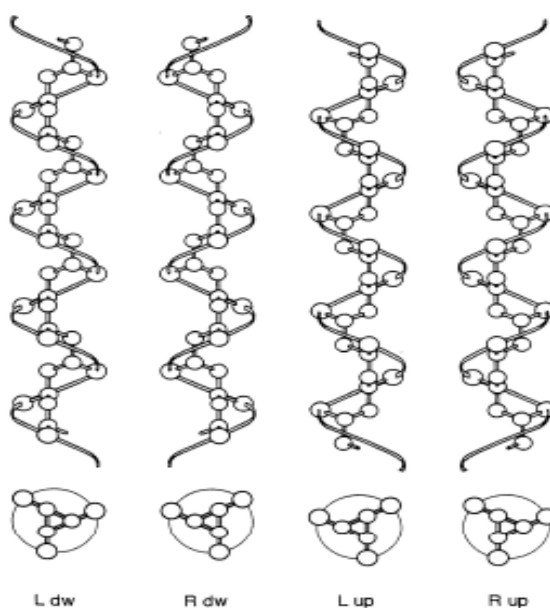


รูปที่ 2.5 แผนภาพการใช้งานของพอลิโพรพิลีนประเภทต่างๆ [17]

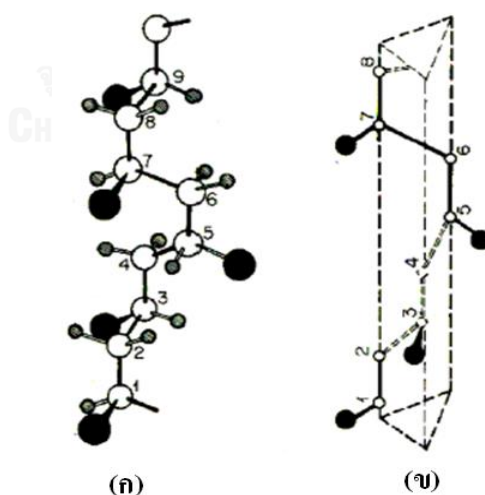
2.1.3 โครงสร้างผลึกของพอลิโพรพิลีน

พอลิโพรพิลีนเป็นพอลิเมอร์กิ่งผลึกที่ได้ถูกนำไปศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกอย่างแพร่หลาย โดยหมู่เมทิล (methyl groups) ในโมเลกุลของไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนทำให้สายโซ่โมเลกุลเกิดการหมุนรอบแกนโมเลกุลเป็นเกลียวหรือเฮลิคซ์ (helix) ได้ 2 แบบ คือ เกลียววนขวา (right-handed helix, R) และเกลียววนซ้าย (left-handed helix, L) ดังแสดงในรูปที่ 2.6 ซึ่งในโครงสร้างผลึกทั้งหมดสายโซ่เฮลิคซ์จัดเรียงตัวในแลตทิซ (lattices) แบบเกลียววนขวา หรือเกลียววนซ้าย หรือทั้งสองแบบ

โดยหมู่เมทิลอาจอยู่ด้านบน (up) หรือด้านล่าง (down, dw) ซึ่งรูปที่ 2.7(ก) แสดงเฮลิคซ์ที่มีหมู่เมทิลอยู่ด้านล่าง ส่วนรูปที่ 2.7(ข) แสดงเส้นรูปร่าง (contour) มีลักษณะเป็นแท่งมี 3 ด้าน (triangular) โดยทั่วไปพอลิโพรพิลีนสามารถเกิดโครงสร้างผลึกได้ 3 แบบ คือ แบบแอลฟา (α -form), แบบบีตา (β -form) และแบบแกมมา (γ -form) [2, 7, 12, 17-19]



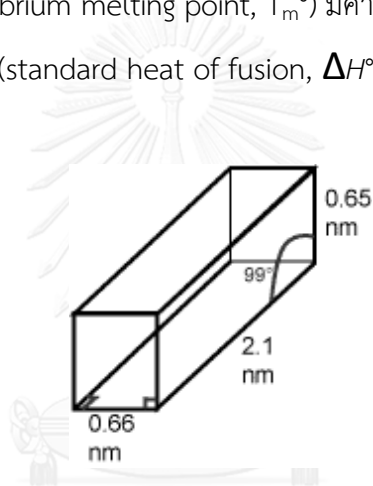
รูปที่ 2. 6 การเกิดเฮลิคซ์ของไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีน [12]



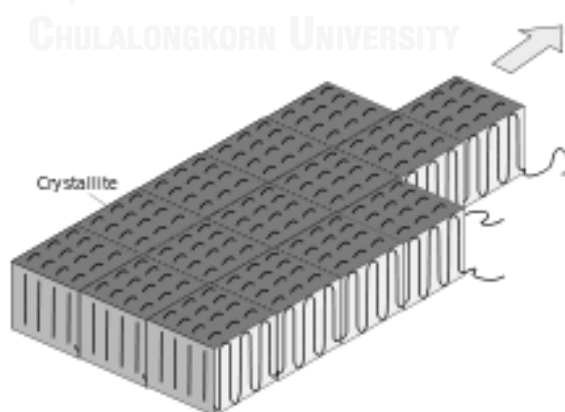
รูปที่ 2. 7 (ก) เฮลิคซ์ที่มีหมู่เมทิลอยู่ด้านล่าง (dw) และ (ข) เส้นแสดงรูปร่างเป็นแท่งมี 3 ด้าน [19]

2.1.3.1 รูปผลึกแบบแอลฟา

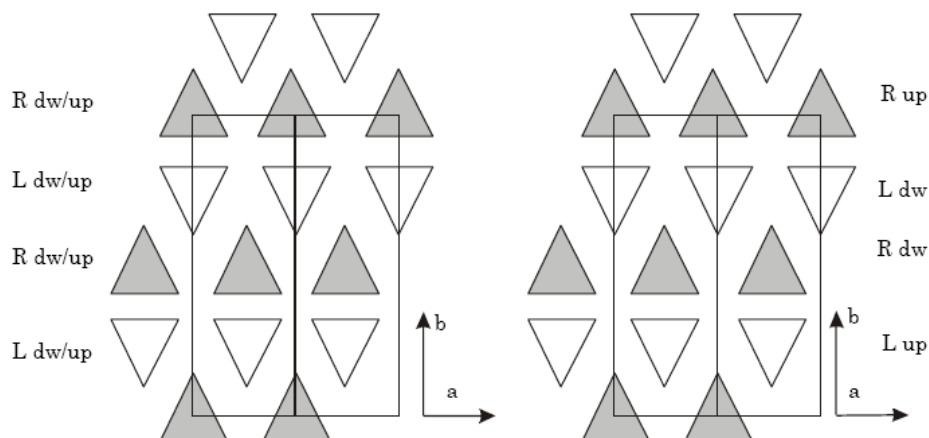
ผลึกแอลฟาของพอลิโพรพิลีนถูกค้นพบครั้งแรกโดย Natta และคณะ ในปี ค.ศ. 1954 เป็นรูปแบบผลึกที่เกิดมากที่สุดจากกระบวนการเกิดผลึกแบบหลอมเหลวหรือแบบสารละลาย โดยผลึกแอลฟานี้มีเสถียรภาพมากที่สุด และมีโครงสร้างอยู่ในระบบมอนอคลินิก (monoclinic) ซึ่งพารามิเตอร์ของยูนิตเซลล์คือ $a = 0.66 \text{ nm}$, $b = 2.1 \text{ nm}$, $c = 0.65 \text{ nm}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ และ $\beta = 99.6^\circ$ ดังแสดงในรูปที่ 2.8 และพับไปมาซ้อนกันเป็นชั้น (lamellae) ที่มีความหนา 5–20 nm ดังแสดงในรูปที่ 2.9 โดยมีการจัดเรียงสายโซ่เกลียววนซ้ายหันเข้าหาสายโซ่เกลียววนขวาอย่างเป็นระเบียบและต่อเนื่อง ดังแสดงในรูปที่ 2.10 ซึ่งความหนาแน่นของผลึกมีค่าเท่ากับ 0.946 g/cm^3 อุณหภูมิการหลอมเหลวผลึกสมดุล (equilibrium melting point, T_m°) มีค่า 186 องศาเซลเซียส และความร้อนของการหลอมเหลวมาตรฐาน (standard heat of fusion, ΔH_f°) มีค่า 8.7 kJ/mol [16, 19-22]



รูปที่ 2. 8 โครงสร้างผลึกแอลฟาของพอลิโพรพิลีนในระบบมอนอคลินิก [17]



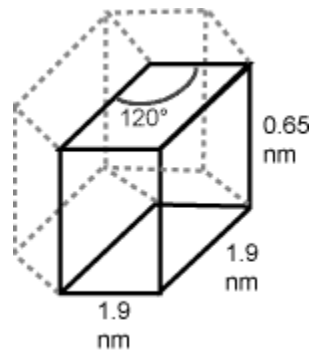
รูปที่ 2. 9 ชั้นผลึกที่เกิดในระหว่างการเกิดผลึกจากพอลิเมอร์หลอมเหลว [12]



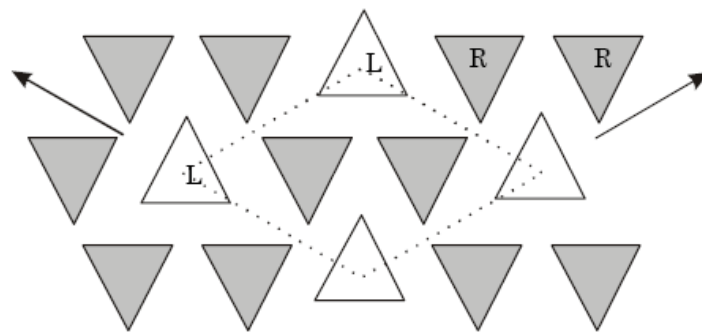
รูปที่ 2. 10 การจัดเรียงสายโซ่พอลิเมอร์และวงวนขาเข้าหากันอย่างมีระเบียบ 2 แบบ ของผลึกแอลฟา ในระบบมอนอคลินิกของพอลิโพรพิลีนบนระนาบ ab โดยแกน c ตั้งฉากกับระนาบ [24]

2.1.3.2 รูปผลึกแบบบีตา

ผลึกบีตาของพอลิโพรพิลีนถูกค้นพบครั้งแรกโดย Padden และ Keith ในปี ค.ศ. 1953 ซึ่งมีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ต่างไปจากผลึกแอลฟา โดยผลึกบีตาเป็นผลึกที่กึ่งเสถียร (metastable) มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนัล (hexagonal) ซึ่งพารามิเตอร์ของยูนิตเซลล์ คือ $a = 1.9 \text{ nm}$, $b = 1.9 \text{ nm}$, $c = 0.65 \text{ nm}$, $\alpha = \beta = 90^\circ$ และ $\gamma = 120^\circ$ ดังแสดงในรูปที่ 2.11 โดยภายในแต่ละยูนิตเซลล์มีการจัดเรียงสายโซ่ที่มีเฉพาะเกลียววนซ้ายหรือเกลียววนขวาเท่านั้น ดังแสดงในรูปที่ 2.12 ซึ่งสังเกตพบบางครั้งในระหว่างการเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีนที่หลอมเหลว หรือในพอลิโพรพิลีนที่ได้เติมสารก่อนิวเคลียสผลึก (nucleating agent) พิเศษบางชนิด เช่น N,N' -dicyclohexyl-naphthalene-2,6-dicarboxamide, pimelic และ calcium stearate เป็นต้น โดยผลึกบีตามีความหนาแน่นเท่ากับ 0.921 g/cm^3 อุณหภูมิการหลอมเหลวผลึกสมดุมีค่า 177 องศาเซลเซียส และความร้อนของการหลอมเหลวมาตรฐานมีค่า 5 kJ/mol การเกิดผลึกบีตาในพอลิโพรพิลีนโดยทั่วไปทำให้ผลิตภัณฑ์มีความอ่อนเหนียว (ductility) และ ความทนแรงกระแทก (impact strength) เพิ่มขึ้น โดยมีอึลาสติก มอดุลัส (elastic modulus) และความทนแรงดึง (tensile strength) ต่ำลง [7, 17, 23, 25]



รูปที่ 2. 11 โครงสร้างผลึกปีตาของพอลิโพรพิลีนในระบบเฮกซะโกนัล [17]



รูปที่ 2. 12 ในแต่ละยูนิตเซลล์ปีตาพอลิโพรพิลีนมีการจัดเรียงสายโซ่เฉพาะเกลียววนซ้ายหรือเกลียววนขวาเท่านั้นโดยลูกศรแสดงถึงแกน b และแกน c ตั้งฉากกับระนาบของภาพ [25]

อัตราส่วนของปริมาณผลึกปีตาต่อผลึกแอลฟา ($K\beta$) สามารถคำนวณได้จากผลการทดสอบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิค wide-angle X-Ray diffraction (WAXD) ด้วยสมการที่ 2.1 [2, 6, 18]

$$K\beta = H\beta / [H\beta + (H\alpha_1 + H\alpha_2 + H\alpha_3)] \times 100 \quad (2.1)$$

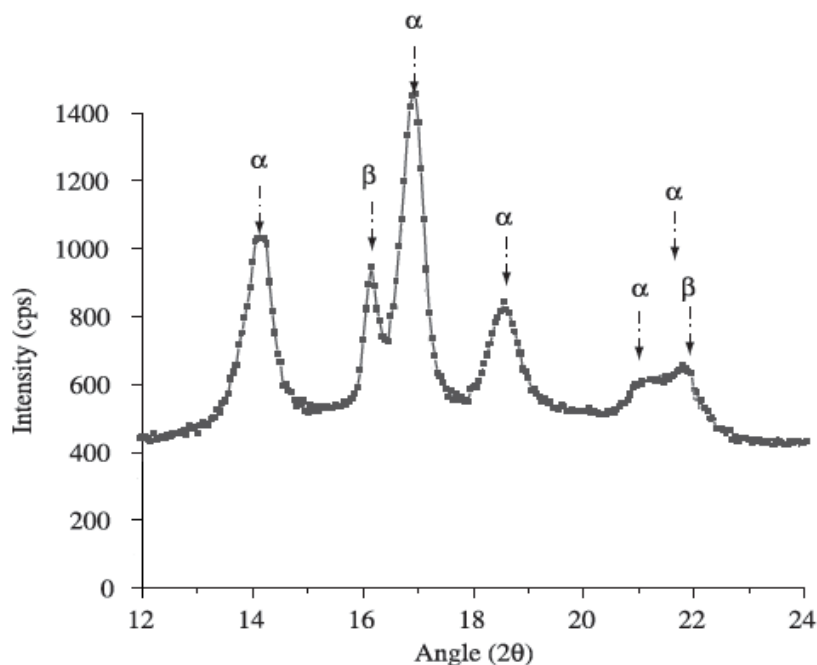
เมื่อ $H\beta$ คือ ความสูงของ β diffraction peak ที่มุม $2\theta = 16.1^\circ$

$H\alpha_1$, $H\alpha_2$ และ $H\alpha_3$ คือ ความสูงของ α diffraction peak ที่มุม $2\theta = 14.1$, 16.9 และ 18.8° ตามลำดับ

ซึ่งถ้า K มีค่า = 0 แสดงว่าเป็นผลึกแอลฟาทั้งหมด แต่ถ้า K มีค่า = 1 แสดงว่าเป็นผลึกปีตาทั้งหมด

รูปที่ 2.13 แสดงตัวอย่าง XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอลิโพรพิลีนที่มีผลึกทั้งแบบแอลฟาและปีตา โดยที่ $2\theta = 14$, 17 , 18.5 และ 21° แสดงถึงระนาบ (110), (040), (130) และ

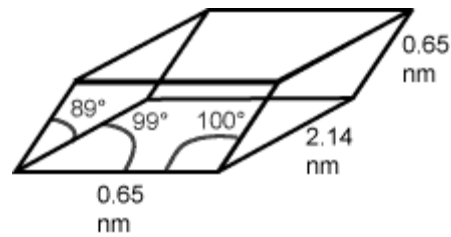
(111) ตามลำดับ ของผลึกแอลฟาในระบบมอนอคลินิก และ $2\theta = 16$ และ 21.2° แสดงถึงระนาบ (300) และ (111) ตามลำดับ ของผลึกบีตาในระบบเฮกซะโกนัล [1, 6, 18, 26]



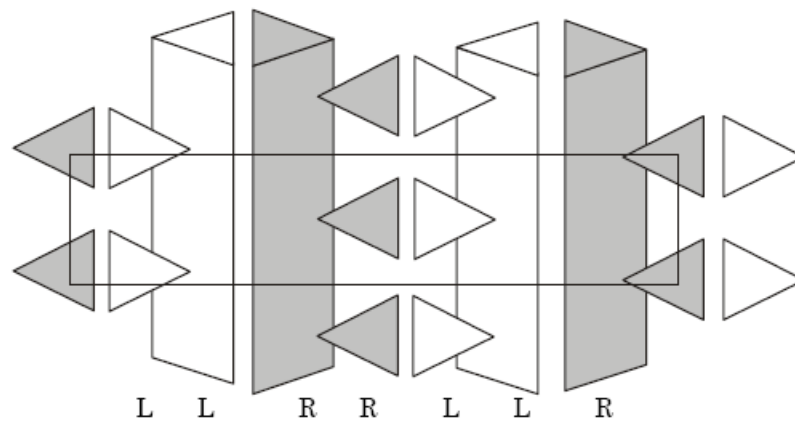
รูปที่ 2. 13 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอลิโพรพิลีนที่มีรูปผลึกทั้งแบบแอลฟาและบีตา [24]

2.1.3.3 รูปผลึกแบบแกมมา

ผลึกแกมมาของพอลิโพรพิลีนถูกค้นพบครั้งแรกโดย Addink และ Beintema ในปี ค.ศ. 1961 มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบไตรคลินิก (triclinic) ดังแสดงในรูปที่ 2.14 ซึ่งเป็นรูปแบบที่ไม่ค่อยคุ้นเคย มักเกิดกับพอลิโพรพิลีนที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ (โดยเฉลี่ย ~ 6000) โดยการเกิดผลึกภายใต้ความดันสูงและอัตราการเย็นตัวต่ำ มีขนาดใกล้เคียงกับผลึกแบบแอลฟา ซึ่งพารามิเตอร์ของยูนิตเซลล์ คือ $a = 0.65$ nm, $b = 2.14$ nm, $c = 0.65$ nm, $\alpha = 89^\circ$, $\beta = 100^\circ$ และ $\gamma = 99^\circ$ ดังแสดงในรูปที่ 2.14 โดยมีความหนาแน่นเท่ากับ 0.954 g/cm³ มีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกสมดุลงประมาณ 187 องศาเซลเซียส และความร้อนของการหลอมเหลวมาตรฐานประมาณ 6.1 kJ/mol ภายในยูนิตเซลล์ของผลึกแกมมามีลักษณะคล้ายผลึกแอลฟาที่ได้รับแรงเฉือนในแกน a ดังแสดงในรูปที่ 2.15 [25-29]

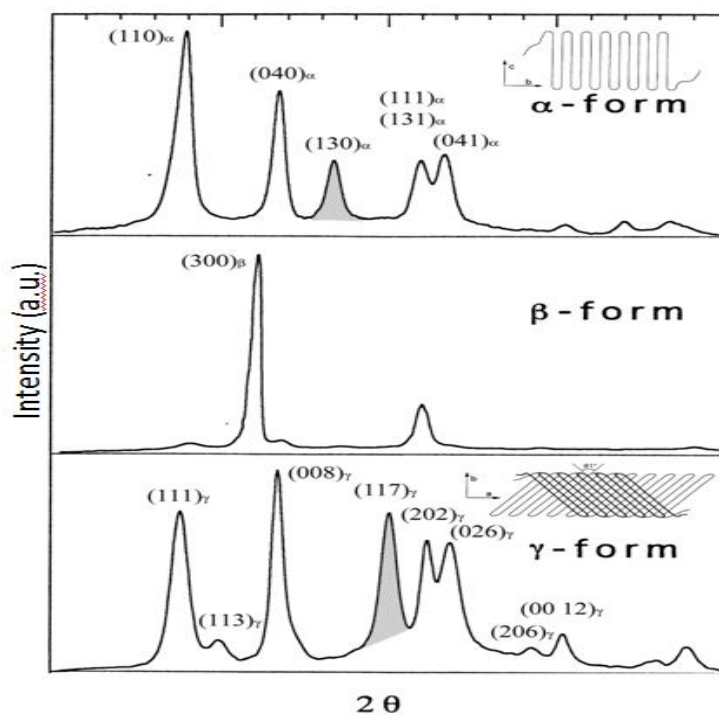


รูปที่ 2. 14 โครงสร้างผลึกแกมมาของพอลิโพรพิลีนในระบบไตรคลินิก [12]



รูปที่ 2. 15 การจัดเรียงสายโซ่เฮลิคัลภายในยูนิตเซลล์ของผลึกแกมมา [28, 30]

รูปที่ 2.16 แสดง XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมของผลึกแบบแอลฟา, บีตา และแกมมาของพอลิโพรพิลีน ซึ่งปรากฏพีกที่ตำแหน่งต่างกัน และตารางที่ 2.1 แสดงคุณลักษณะที่สำคัญของโครงสร้างผลึกแบบต่างๆ ของพอลิโพรพิลีน



รูปที่ 2. 16 XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมของโครงสร้างผลึกแบบ (ก) แอลฟา, (ข) บีตา และ (ค) แกมมาของพอลิโพรพิลีน [12]

ตารางที่ 2. 1 คุณสมบัติของผลึกแบบต่างๆ ของพอลิโพรพิลีน [34]

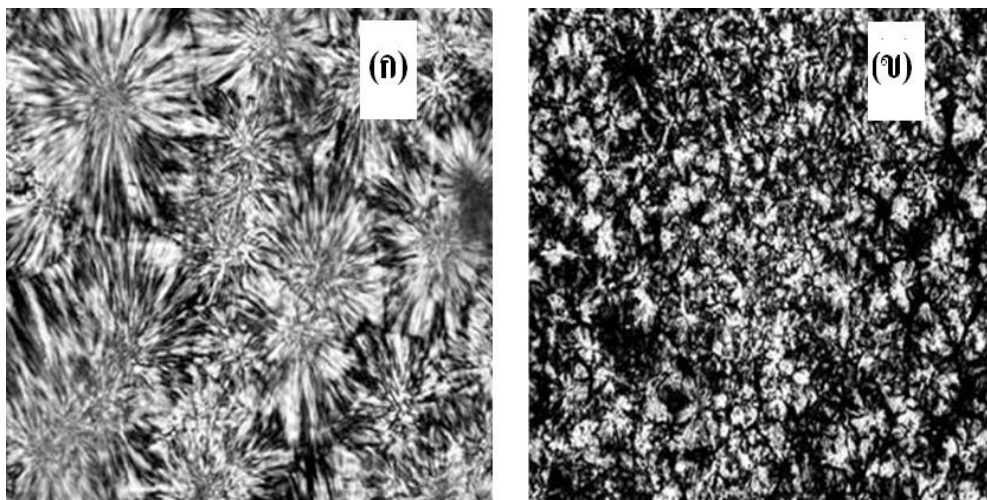
รูปแบบผลึก	คุณสมบัติของผลึก
α -form (monoclinic)	$a = 0.66 \text{ nm}$, $b = 2.1 \text{ nm}$, $c = 0.65 \text{ nm}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ และ $\beta = 99^\circ$ ความหนาแน่น = 0.94 g/cm^3
β -form (hexagonal)	$a = 1.9 \text{ nm}$, $b = 1.9 \text{ nm}$, $c = 0.65 \text{ nm}$, $\alpha = \beta = 90^\circ$ และ $\gamma = 120^\circ$ ความหนาแน่น = 0.921 g/cm^3
γ -form (triclinic)	$a = 0.65 \text{ nm}$, $b = 2.14 \text{ nm}$, $c = 0.65 \text{ nm}$ $\alpha = 89^\circ$, $\beta = 100^\circ$ และ $\gamma = 99^\circ$ ความหนาแน่น = 0.954 g/cm^3

2.1.4 การเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีน

ไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนมีความสามารถในการเกิดผลึกได้สูง ซึ่งส่งผลให้มีความหนาแน่น ความทนแรงดึง ความแข็ง และความแข็งดึงสูง รวมทั้งมีความต้านทานตัวทำละลายได้ดี โดยพฤติกรรมการเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีนเริ่มจากพอลิโพรพิลีนได้รับความร้อนจนหลอมเหลว ซึ่งโมเลกุลจะอยู่รวมกันอย่างไม่มีการเรียงหรือเป็นอสัณฐาน (amorphous) และเมื่อลดอุณหภูมิลง โมเลกุลเริ่มเคลื่อนไหวได้ช้าลงจนใกล้อุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature, T_c) โมเลกุลมีแนวโน้มจัดเรียงตัวเป็นระเบียบบริเวณเล็กๆ เรียกว่า “นิวเคลียส” (nucleus) ขึ้นต่อไป นิวเคลียสจะเติบโต (growth) เกิดเป็นผลึกแบบสเฟียรูไลต์ โดยการเติบโตของนิวเคลียสขึ้นกับอุณหภูมิและอัตราการเย็นตัว (cooling rate) ซึ่งถ้ามีการลดอุณหภูมิช้าๆ พบว่า สเฟียรูไลต์ที่ได้มีขนาดใหญ่ ปริมาณผลึกน้อย ส่งผลให้ชิ้นงานมีความขุ่นถึงทึบแสง แต่ถ้าลดอุณหภูมิต่ำอย่างรวดเร็วทำให้ได้ผลึกขนาดเล็กจำนวนมาก ซึ่งส่งผลให้พอลิโพรพิลีนมีความเหนียว และทนแรงกระแทกได้ดีกว่า ซึ่งการเกิดผลึกลักษณะนี้ได้จากการเกิดนิวเคลียสแบบเนื้อเดียว (homogeneous nucleation) แต่ถ้าในขั้นตอนการเกิดผลึกมีสิ่งเจือปนหรือสารก่อนนิวเคลียสผลึกจะทำให้ได้ผลึกขนาดเล็กจำนวนมาก กระจ่ายในชิ้นงาน ซึ่งการเกิดผลึกลักษณะนี้ได้จากการเกิดนิวเคลียสแบบเนื้อผสม (heterogeneous nucleation)

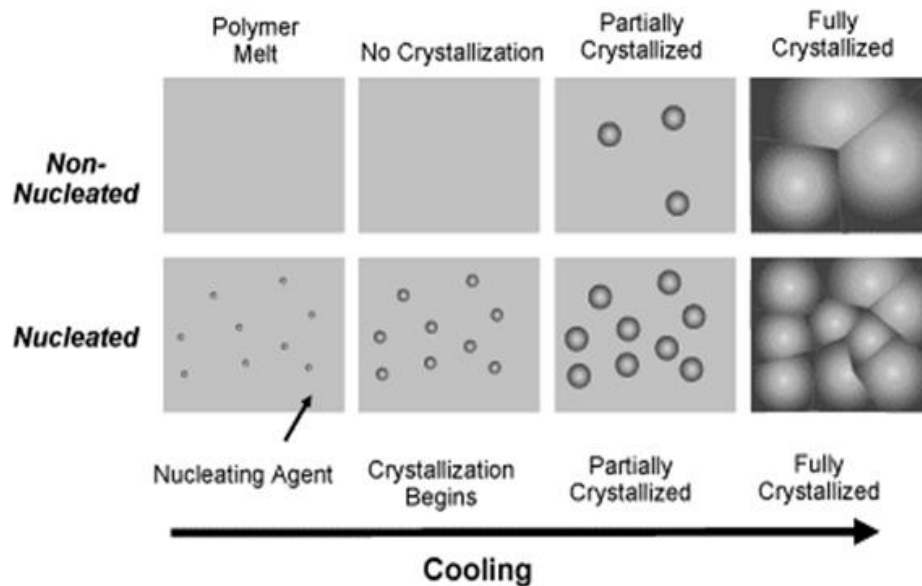
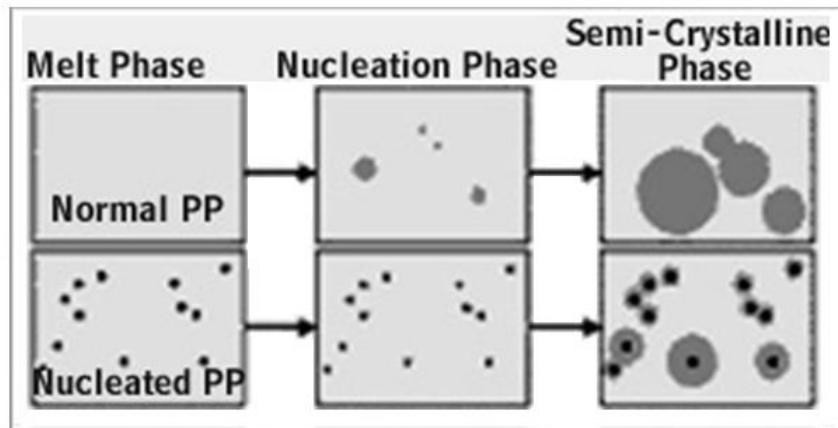
ภายใต้ภาวะของการขึ้นรูปทั่วไป พบว่า ส่วนใหญ่พอลิโพรพิลีนจะเกิดผลึกแบบแอลฟา และโอกาสของการเกิดผลึกแบบบีตาและแกมมามีน้อยมาก ซึ่งการใส่สารก่อนนิวเคลียสผลึกมีจุดประสงค์เพื่อปรับปรุงสมบัติของพอลิโพรพิลีนทั้งสมบัติเชิงกล สมบัติทางแสง และสมบัติทางความร้อน โดยสารก่อนนิวเคลียสผลึกมีข้อดีดังนี้ [6, 35, 36]

1. ลดขนาดของสเฟียรูไลต์ที่เกิดขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.17
2. เพิ่มความใสให้กับพอลิเมอร์
3. เพิ่มปริมาณผลึกที่เกิดขึ้น
4. เพิ่มสมบัติเชิงกล (ความทนแรงกระแทก และความทนแรงดึง)
5. เพิ่มอุณหภูมิการเกิดผลึกให้สูงขึ้น ทำให้สามารถนำชิ้นงานออกจากแม่แบบได้เร็วขึ้น จึงช่วยลดระยะเวลาในกระบวนการผลิต



รูปที่ 2. 17 สเฟียรูไลต์ของพอลิโพรพิลีนที่ (ก) ไม่ใส่สารก่อนิวเคลียสผลึก และ (ข) ใส่นาโนซิลิกาเป็นสารก่อนิวเคลียสผลึก [31]

จากข้อดีของสารก่อนิวเคลียสผลึก จึงทำให้มีการพัฒนาสารก่อนิวเคลียสผลึกสำหรับพอลิโพรพิลีนเพื่อส่งเสริมการเกิดผลึกและปรับปรุงสมบัติของผลิตภัณฑ์ ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้ในทางอุตสาหกรรม เพราะนอกจากทำให้สเฟียรูไลต์ที่เกิดขึ้นมีขนาดเล็กลง ยังทำให้อุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) สูงขึ้น อัตราการเกิดผลึกและระดับความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น จึงส่งผลให้อัตราการผลิตเพิ่มขึ้นโดยสามารถลดรอบเวลาของการผลิตให้สั้นลง โดยเฉพาะในกระบวนการฉีดแบบ เพราะพอลิเมอร์หลอมเหลวไม่จำเป็นต้องสร้างนิวเคลียสผลึกขึ้นเองเพื่อเริ่มต้นกระบวนการเกิดผลึก [4, 6, 16] ดังนั้น ผลของสารก่อนิวเคลียสผลึกต่อกระบวนการเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีนจึงได้ถูกนำมาศึกษากันอย่างกว้างขวาง โดยกระบวนการเกิดผลึกเป็นการเปลี่ยนแปลงทางเทอร์โมไดนามิกอันดับที่หนึ่งซึ่งเกิดขึ้นเมื่อวัสดุพอลิเมอร์หลอมเหลวเย็นตัวลงมาถึงช่วงอุณหภูมิที่อยู่ระหว่างอุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้วและอุณหภูมิหลอมเหลว โดยรูปที่ 2.18 แสดงการเปรียบเทียบขั้นตอนการเกิดผลึกของพอลิเมอร์ที่ใส่และไม่ใส่สารก่อนิวเคลียสผลึก ซึ่งการใส่สารก่อนิวเคลียสผลึกช่วยให้มีการกระจายของผลึกขนาดเล็กอย่างสม่ำเสมอในผลิตภัณฑ์ อย่างไรก็ตาม การเพิ่มอัตราการเกิดผลึกอาจมีผลทำให้เกิดการผิดพลาดในการเกิดผลึก เช่น เกิดการเชื่อมระหว่างผลึก (intercrystalline links) ซึ่งเป็นสะพานเชื่อมระหว่างหรือภายในสเฟียรูไลต์เอง โดยส่วนหนึ่งของสายโซ่พอลิโพรพิลีนเกิดผลึกอยู่ในสเฟียรูไลต์หนึ่งและอีกส่วนอยู่ในอีกสเฟียรูไลต์หรือส่วนอื่นของสเฟียรูไลต์เดียวกัน ดังนั้น สายโซ่พอลิโพรพิลีนสามารถเชื่อมสองสเฟียรูไลต์เข้าด้วยกัน [4]



รูปที่ 2. 18 ขั้นตอนการเกิดสเฟียรูไลต์ระหว่างการเย็นตัวของพอลิเมอร์หลอมเหลวเปรียบเทียบระหว่างพอลิเมอร์ที่ใส่และไม่ใส่สารก่อนิวเคลียสผลึก [38, 39]

สารก่อนิวเคลียสผลึกควรมีคุณลักษณะดังนี้ [35, 37]

1. สามารถลดพลังงานเสรี (free energy) ระหว่างพื้นผิว กล่าวคือ ดูดซับพอลิเมอร์ไว้บนพื้นผิวได้ที่จุดหลอมเหลวหรือต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของพอลิเมอร์
2. ไม่ละลายในพอลิเมอร์ที่จุดหลอมเหลวหรือต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของพอลิเมอร์
3. ควรหลอมเหลวที่อุณหภูมิสูงกว่าจุดหลอมเหลวของพอลิเมอร์โดยไม่แตกสลาย
4. ไม่ระเหย มีความเสถียร และไม่ทำปฏิกิริยากับสิ่งแวดล้อม เช่น พอลิเมอร์ ออกซิเจน ความชื้น และสารเติมแต่งต่างๆ

5. ควรมีโครงสร้างผลึกคล้ายพอลิเมอร์ ตัวอย่างของสารก่อนิเวศสังเคราะห์ เช่น แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) ที่ชักนำให้พอลิโพรพิลีนเกิดผลึกแบบบีตา [5, 8] และจากงานวิจัยด้านวัสดุนาโนคอมพอสิต พบว่า มอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปร (modified montmorillonite) สามารถเป็นสารก่อนิเวศสังเคราะห์ให้กับพอลิโพรพิลีนได้เช่นเดียวกัน [40] [41] นอกจากนี้ โวลลาสโทไนต์ (wollastonite) ทั้งที่ดัดแปรและไม่ดัดแปรด้วยกรดไพเมลิก (pimelic acid) สามารถชักนำให้พอลิโพรพิลีนเกิดผลึกแบบบีตา [41]

Xu และคณะ [26] ได้ทดลองใช้โซเดียมเบนโซเอต (sodium benzoate) เป็นสารก่อนิเวศสังเคราะห์ในพอลิโพรพิลีน และศึกษาผลของสารก่อนิเวศสังเคราะห์ต่อสัณฐานผลึกพอลิโพรพิลีน โดยใช้เครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ในการผสม พบว่า ระดับการเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีนเพิ่มขึ้นตามปริมาณของสารก่อนิเวศสังเคราะห์ที่เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ ขนาดของสเฟียรูไลต์ที่เกิดขึ้นมีขนาดเล็กลง

Deshamane และคณะ [40] ได้ศึกษาผลของเคลย์ (clay) ต่อความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีน คอมพอสิต โดยการดัดแปรมอนต์มอริลโลไนต์ด้วยไดเมทิลไดอัลคิลแอมโมเนียม (dimethyl dialkyl ammonia) พบว่า ขนาดของ สเฟียรูไลต์และระดับการเกิดผลึกมีอิทธิพลต่อสมบัติเชิงกลเป็นอย่างมาก ซึ่งจากการศึกษาที่ผ่านมาแสดงให้เห็นว่า เมื่อสเฟียรูไลต์มีขนาดเล็กกว่า $1 \mu\text{m}$ ความเค้นมีค่าเพิ่มขึ้น แต่เมื่อ สเฟียรูไลต์มีขนาดใหญ่กว่า $10 \mu\text{m}$ ทำให้เกิดช่องว่างบริเวณขอบสเฟียรูไลต์ (spherulite boundaries) ที่เกิดจากการหดตัวของสเฟียรูไลต์ขณะเย็นตัว มีผลทำให้ความเค้นมีค่าลดลง และการเสริมแรงพอลิโพรพิลีนด้วยนาโนเคลย์ปริมาณร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก มีผลทำให้ความทนแรงกระแทกในช่วงอุณหภูมิ -40 ถึง 70 องศาเซลเซียส มีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากมีอันตรกิริยาที่แข็งแรงระหว่างพอลิโพรพิลีนและเคลย์ โดยเคลย์แสดงผลของการเป็นสารก่อนิเวศสังเคราะห์ได้ดี ซึ่งส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกล รวมทั้งอุณหภูมิการเกิดผลึก อุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้ว และขนาดของสเฟียรูไลต์

Yiping และคณะ [8] ได้ทำการทดลองศึกษาการเกิดผลึกแบบนอน-ไอโซเทอร์มัล (non-isothermal crystallization) ของไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (differential scanning calorimetry, DSC) และศึกษาสัณฐานวิทยาของพอลิโพรพิลีนด้วยกล้องจุลทรรศน์โพลาไรซ์เชิงแสง (polarized optical microscope, POM) เมื่อใช้แคลเซียมคาร์บอเนตที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโน (nanocalcium carbonate) พบว่า อัตราการเกิดผลึกเพิ่มขึ้น และสเฟียรูไลต์ที่เกิดขึ้นมีขนาดเล็กลง

Meng และคณะ [41] ได้ปรับปรุงผิวของโวลลาสโทไนต์ด้วยกรดไพเมลิกเพื่อใช้เป็นสารก่อนิเวศสังเคราะห์สำหรับพอลิโพรพิลีน แล้วศึกษาพฤติกรรมของการเกิดผลึก และสัณฐานวิทยาของพอลิโพรพิลีน

โดยตรวจสอบด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ตามลำดับ พบว่า โพลลาสโตนที่ปรับปรุงผิวสามารถเพิ่มความเป็นผลึกบิตาให้กับพอลิโพรพิลีน และลดขนาดของสเฟียรูไลต์ ในขณะที่เดียวกันการปรับปรุงผิวช่วยให้การยึดเกาะระหว่างพอลิโพรพิลีนและโพลลาสโตนเพิ่มขึ้น จึงมีส่วนช่วยเพิ่มความทนแรงกระแทกแบบไอซอด (Izod impact strength) ของพอลิโพรพิลีน

Zhang และคณะ [42] ได้ศึกษาการใช้ 1,3-2,4-di (p-hydroxyl) benzylidene sorbitol (DHPBS) ซึ่งเป็นอนุพันธ์ของซอบิทอลที่เตรียมได้จากห้องปฏิบัติการเป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกสำหรับพอลิโพรพิลีน โดยการ ผสมด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ปริมาณร้อยละ 0.1–0.5 โดยน้ำหนัก จากการตรวจสอบ พบว่า การใส่ DHPBS ปริมาณร้อยละ 0.3โดยน้ำหนัก มีผลทำให้พอลิโพรพิลีนมีระดับการเกิดผลึกมากที่สุด และสเฟียรูไลต์มีขนาดเล็กที่สุดอีกด้วย ซึ่งส่งผลให้เสถียรภาพทางความร้อนและความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนเพิ่มขึ้น

Jain และคณะ [43] ได้ศึกษาพฤติกรรมการเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีน/ซิลิกานาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี พบว่า นาโนซิลิกาสามารถทำหน้าที่เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกให้กับพอลิโพรพิลีน และแสดงพฤติกรรมการเกิดผลึก 2 ขั้นตอน ซึ่งมีการเกิดนิวเคลียส (nucleation) และการเติบโตของสเฟียรูไลต์ (spherulitic growth) ในขั้นตอนแรก และการเกิดผลึกอย่างสมบูรณ์ในขั้นตอนที่ 2 โดยนาโนซิลิกาสามารถเร่งขั้นตอนแรกให้เกิดเร็วขึ้น และยังคงแสดงการเกิดผลึกแบบบิตาในพอลิโพรพิลีนเมื่อใช้นาโนซิลิกาปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก

2.2 พอตเทอริสโตน [9, 10, 44]

พอตเทอริสโตนเป็นวัสดุหินชนิดหนึ่งที่พบในแหล่งที่มีหินภูเขาไฟ (volcanic rock) แกรนิต (granite) เฟลด์สปาร์ (feldspar) หรือดินขาว (china clay) เป็นหินที่เกิดจากน้ำร้อนที่ดันตัวผ่านหินต้นกำเนิดที่เป็นหินหนืดหรือลาวา (lava) แทรกตัวผ่านขึ้นมาจากผิวโลกและเกิดการเปลี่ยนแปลงภายในโครงสร้าง หรือเกิดจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของหินหนืดโดยสายน้ำร้อนตามธรรมชาติ จากแหล่งที่พบจะมีวัสดุอยู่ด้วยกัน 4 ลักษณะ คือ ดินขาว (ลักษณะเป็นผงดินสีขาว), หินผุ (ลักษณะเป็นหินสีขาวที่มีความแข็งน้อย), หินสด (ลักษณะเป็นหินสีขาวที่มีความแข็งมากกว่าหินผุ) และหินแข็งชนิดต่างๆ (เช่น หินเขียวหนุมาน ทราาย และ เฟลด์สปาร์)

พอตเทอริสโตนเกิดจากการรวมตัวของดินขาว หินผุ และหินสด ซึ่งเป็นหินที่มีความแข็งต่ำ ทั้งสิ้นมีลักษณะสีขาว โครงสร้างทางแร่ของพอตเทอริสโตนประกอบด้วยควอร์ตซ (quartz, SiO₂) และ ไมกา (mica, K₂O·3Al₂O₃·6SiO₂·H₂O) เป็นหลัก มีลักษณะร่วนและบางส่วนกลายเป็นดิน สมบัติส่วน

ใหญ่มาจากควอตซ์ ซึ่งทนความร้อนสูง ไม่มีความเหนียว และไม่มีความสามารถในการหลอมเหลว ส่วนไมกามีสมบัติคล้ายกับดินขาว คือ มีความเหนียว ทำให้สภาพการไหลตัวดีขึ้น และมีอุณหภูมิการจุดหลอมเหลว 1,150–1,300 องศาเซลเซียส

การแบ่งประเภทของพอตเทอริสโตนจะใช้ปริมาณเฟลด์สปาร์เป็นเกณฑ์ ซึ่งความแตกต่างของแต่ละเกรด คือ ปริมาณเฟลด์สปาร์ ดินขาว จุดหลอมเหลว และความแข็ง เช่น ถ้ามีดินขาวมากและเฟลด์สปาร์น้อยจะมีจุดหลอมเหลวสูง ความแข็งต่ำ และคุณภาพด้อยกว่า โดยสามารถแบ่งได้ 4 เกรด ดังนี้

1. Hard purple เป็นชนิดที่มีเฟลด์สปาร์มากที่สุด หลอมตัวดีที่สุด มีราคาแพง
2. Mild purple มีเฟลด์สปาร์น้อยกว่าชนิดแรก มีดินขาวมากที่สุด จุดหลอมตัวสูงขึ้น
3. Dry white มีเฟลด์สปาร์และดินขาวสูง จุดหลอมตัวสูง เนื้อแร่อ่อนกว่าชนิด hard purple
4. Buff stone มีสีเหลืองอ่อน เนื่องจากมีสารประกอบของเหล็ก จึงไม่เหมาะกับการผลิตภัณฑ์ที่ต้องการความขาว

ตารางที่ 2.2 แสดงปริมาณองค์ประกอบในโครงสร้างของพอตเทอริสโตน ซึ่งส่วนผสมเหล่านี้ปะปนอยู่ด้วยกันโดยไม่เป็นเนื้อเดียวกัน

ตารางที่ 2. 2 ปริมาณองค์ประกอบในโครงสร้างของพอตเทอริสโตน [10]

เกรดของพอตเทอริสโตน	ปริมาณองค์ประกอบในโครงสร้างของพอตเทอริสโตน (%)				
	ควอร์ตซ	ไฮดร็อกซีไมกัล	ดินขาว	เฟลตสปาร์	แร่อื่นๆ*
Hard purple	30.1	21.2	0.3	45	4
Mild purple	28.2	23.5	2.7	41	5
Dry white	36.4	26.0	9.6	25	3
Buff stone	26.4	32.7	5.8	30	5

* หมายถึง ฟลูออไรด์ (fluoride), อะพาไทต์ (apatite), โพแทช (potash), รูไทล์ (rutile) และ ทัวมาริน (taumarine)

ประเทศไทยมีแหล่งพอตเทอริสโตนหลายแหล่ง แต่แหล่งที่นิยมนำมาใช้ในเชิงอุตสาหกรรม ได้แก่ ที่จังหวัดลำปาง ลพบุรี กาญจนบุรีและเพชรบุรี [10] โดยมีลักษณะเด่น ดังนี้

1. มีแร่ไพไรต์ (pyrite, FeS_2) ปริมาณต่ำมาก ซึ่งเป็นต้นเหตุทำให้เกิดตำหนิสีดำในผลิตภัณฑ์
2. มีลักษณะเด่นของโครงสร้างทางแร่ ดังนี้
 - 2.1 ในส่วนที่อ่อนจะมีควอร์ตซและไมกาเป็นองค์ประกอบหลัก มีดินขาวเล็กน้อย
 - 2.2 ในส่วนที่แข็งมักมีเฟลตสปาร์ปนอยู่ และส่วนใหญ่เป็นโซดาสปาร์ (Na-spar)
 - 2.3 บางครั้งพบว่ามีมอนต์มอริลโลไนต์ปะปนอยู่ด้วย
3. ส่วนที่อ่อนสามารถบดเปียกได้ง่าย หรือสามารถทำให้ละเอียดได้ด้วยเครื่องกวนน้ำดินกำลังสูง
4. มีเฟอร์ริกออกไซด์ (ferric oxide) ปนอยู่ประมาณร้อยละ 0.5

ตารางที่ 2.3 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของพอตเทอริสโตนที่ได้จากแหล่งในจังหวัดลพบุรี ซึ่งใช้ในงานวิจัยนี้ ซึ่งพบว่า พอตเทอริสโตนมีองค์ประกอบหลักเป็นซิลิกาที่มีปริมาณมากกว่าร้อยละ 70 และรองลงมาคือ อะลูมินา (Al_2O_3) ที่มีอยู่ประมาณร้อยละ 11.69 นอกนั้นเป็นออกไซด์ของโลหะประเภทต่างๆ ปะปนอยู่

ตารางที่ 2. 3 องค์ประกอบของพอตเทอริสโตนที่ได้จากแหล่งในจังหวัดลพบุรี [9]

องค์ประกอบทางเคมี	ปริมาณ (%)
SiO ₂	75.88
Al ₂ O ₃	11.69
Fe ₂ O ₃	0.81
MgO	< 0.01
CaO	0.20
Na ₂ O	3.67
K ₂ O	4.74
TiO ₂	0.13
P ₂ O ₅	< 0.01
MnO ₂	0.01
Cr ₂ O ₅	< 0.01
Loss of ignition	3.67

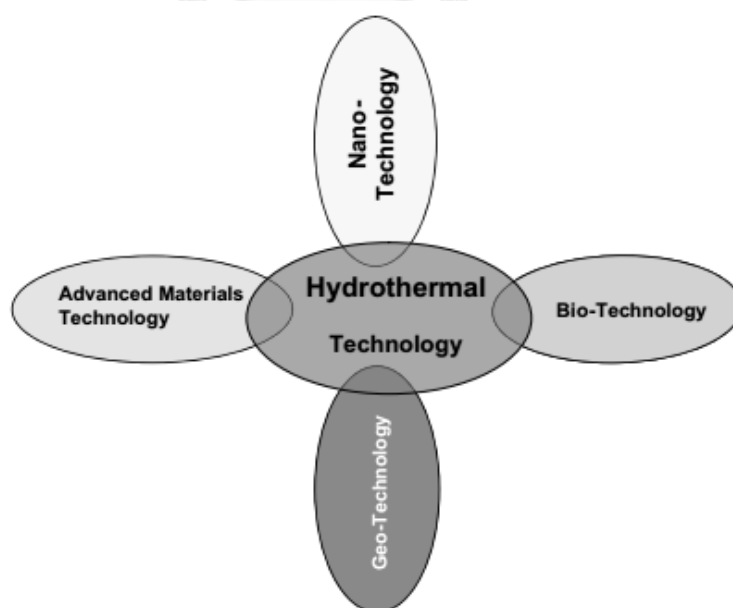
Boonkerd และคณะ[9] ได้ทดลองใช้พอตเทอริสโตนเป็นสารเสริมแรงในยางธรรมชาติ โดยศึกษาผลของปริมาณและขนาดอนุภาคของพอตเทอริสโตนต่อสมบัติการบ่ม (curing) และสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติภายหลังการบ่ม ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ใช้พอตเทอริสโตนที่บดด้วยเครื่องบดเจ็ต (jet mill) และด้วยหม้อบด (ball mill) เปรียบเทียบกับพอตเทอริสโตนที่ไม่ผ่านการบด หากแต่ได้ทำการคัดขนาดด้วยตะแกรงร่อนให้มีขนาดอนุภาคเป็น 2 กลุ่ม คือ ต่ำกว่า 106 และ 38 μm ซึ่งพอตเทอริสโตนที่ผ่านการบดมีขนาดอนุภาคตั้งแต่น้อยกว่า 1 μm และอยู่ในช่วง 3–5 μm จากผลการทดลองพบว่า การใส่พอตเทอริสโตนมีผลทำให้เวลาการบ่ม (cure time) ลดลง และสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติที่ใส่พอตเทอริสโตนที่ถูกบดด้วยหม้อบดปริมาณ 20–50 phr ได้แก่ ความทนแรงฉีกขาด (tear strength) ความทนแรงดึง (tensile strength) ความต้านทานการขัดถู (abrasion resistance) และความแข็ง (hardness) มีค่ามากกว่ายางธรรมชาติที่ไม่ได้ใส่พอตเทอริสโตนและใส่พอตเทอริสโตนที่ผ่านการบดด้วยเครื่องบดเจ็ต

Chuayjuljit และคณะ[10] ได้ทดลองใช้พอตเทอริสโตนที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 6.95 μm ปริมาณ 5–20 phr เป็นสารเสริมแรงในพอลิโพรพิลีน จากการทดสอบ พบว่า การใส่พอตเทอริสโตนมีผลทำให้ค่าดัชนีการไหล (melt flow index) เพิ่มขึ้นเล็กน้อย ส่วนความทนแรงดึงมีค่ามากที่สุดเมื่อ

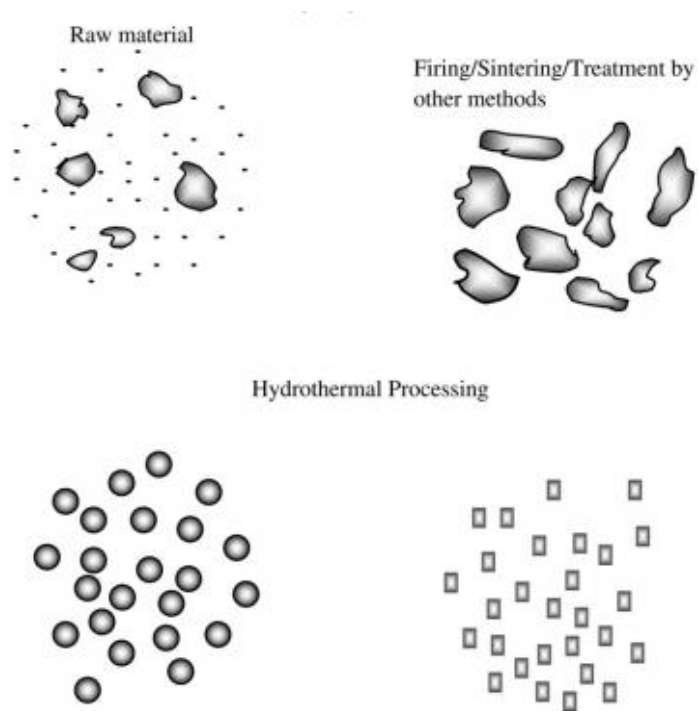
ใส่พोटเทอริสโตนปริมาณ 10 phr ขณะที่ยังสัมผัส ความทนแรงกระแทก ความทนแรงดัดโค้ง และ เสถียรภาพทางความร้อนมีค่ามากที่สุดเมื่อใส่พोटเทอริสโตนปริมาณ 20 phr

2.3 กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล [11, 44-47]

กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้สังเคราะห์ผลึกของสารประกอบอนินทรีย์ด้วย สาร ละลายภายใต้อุณหภูมิและความดันสูง ปัจจุบันเทคนิคนี้ได้เข้ามามีส่วนเกี่ยวข้องในการเตรียมวัสดุ ขั้นสูง การเตรียมผลึกพิเศษหรือผลึกเดี่ยว ขนาดใหญ่ ด้านชีวภาพ และการเตรียมวัสดุที่มีขนาดอนุภาค ระดับนาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.19 ซึ่งสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานด้านอิเล็กทรอนิกส์ วัสดุเร่ง ปฏิกิริยา และเวชภัณฑ์ เป็นต้น โดยเทคนิคนี้อาศัยหลักการ คือ การดัดแปรผลึกของสารประกอบ ภายใต้ภาวะอุณหภูมิและความดันสูงซึ่งเทคนิคนี้มีข้อดีหลายประการ ได้แก่ ผลิตรวมที่ได้จาก กระบวนการนี้มีความบริสุทธิ์สูงผลึกมีความสมมาตร มีการกระจายขนาดอนุภาคแคบและสม่ำเสมอ ดังแสดงการเปรียบเทียบการเตรียมอนุภาคด้วยกระบวนการที่ใช้ทั่วไป เช่นการใช้หม้อบด กระบวนการซินเทอริง (sintering) หรือการเผา (firing) ในรูปที่ 2.20 นอกจากนี้ ยังเป็นกระบวนการ แบบขั้นตอนเดียว ใช้พลังงานต่ำ เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไม่นานเกินไป และอนุภาคที่ได้อาจมี ขนาดเล็กระดับนาโนเมตรที่ให้อัตราผลได้ (% yield) สูง [11, 44-47] รูปที่ 2.21 แสดงลักษณะของ ออโตคลอฟ (autoclave) และภาพขณะที่ใช้ทั่วไปในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล และรูปที่ 2.22 แสดง ขั้นตอนของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลทั่วไป



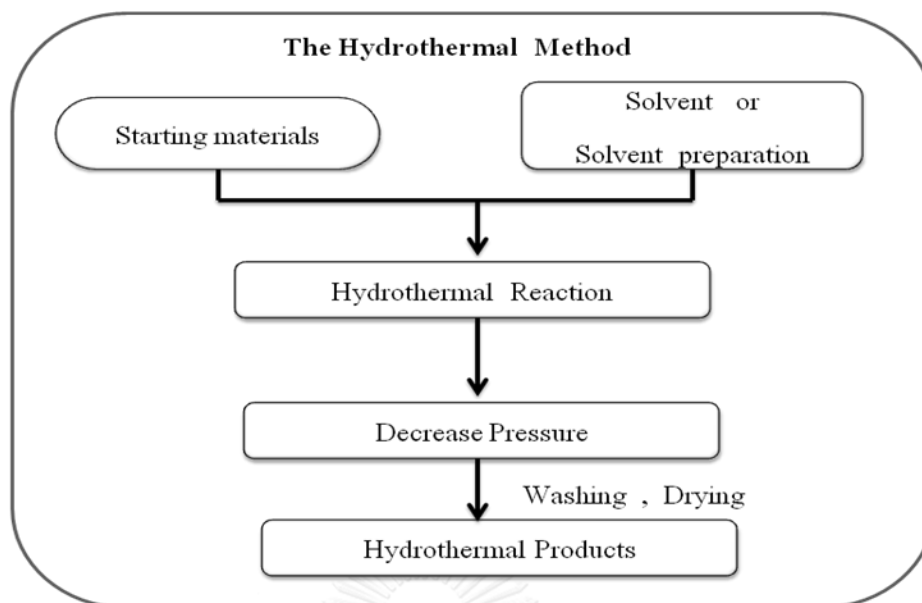
รูปที่ 2.19 ความก้าวหน้าของเทคนิคไฮโดรเทอร์มัล[11]



รูปที่ 2. 20 กระบวนการเตรียมอนุภาคด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มัลเปรียบเทียบกับเทคนิคที่ใช้ทั่วไป [11]



รูปที่ 2. 21 ออโตเคลฟและภาชนะที่ภายในบุด้วยเทฟลอนที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล[11]



รูปที่ 2. 22 ขั้นตอนของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล[11]

กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะเริ่มจากการเตรียมสารตั้งต้น (precursor) ที่ต้องการทำการตัดแปรรูปให้มีขนาดเล็กลงด้วยการบดหรือย่อยลดขนาด จากนั้นจึงนำไปใส่ในภาชนะปฏิกิริยา (hydrothermal reactor) เติมตัวทำละลายซึ่งอยู่ในรูปของน้ำ สารละลายกรดหรือเบส แล้วจึงให้อุณหภูมิเหนืออุณหภูมิห้อง ซึ่งเกิดความดันสูงภายในอโตเคลฟที่เป็นระบบปิด ภาชนะที่เกิดปฏิกิริยามักทำจากโลหะสแตนเลสและบุภายในด้วยเทฟลอน (teflon) ซึ่งจัดเป็นการตัดแปรรูป (สังเคราะห์) ทางเคมีของผลึก อุณหภูมิที่ใช้อยู่ระหว่าง 100 ถึง 250 องศาเซลเซียส ความดันอาจสูงได้ถึง 15 MPa ภาวะจำเพาะที่ใช้ขึ้นกับการรักษาเฟสของสารละลายให้เกิดการเคลื่อนย้ายมวล เพื่อเกิดการเปลี่ยนเฟส [11] กลไกการเกิดปฏิกิริยาของเทคนิคนี้ คือ การทำให้สารตั้งต้นที่ไม่สามารถละลายในตัวทำละลายที่อุณหภูมิปกติเกิดการละลายในตัวทำละลาย และเข้าสู่ระบบการละลายและเกิดสารละลายอิ่มตัว โดยการควบคุมตัวแปรหลัก 3 ตัวแปร คือ อุณหภูมิ ความดัน และเวลา เมื่อกระบวนการเสร็จสิ้นจะลดอุณหภูมิของกระบวนการลงเพื่อลดความดันจนถึงภาวะปกติ จากนั้นนำตะกอนของผลิตภัณฑ์ใหม่ที่ได้มาล้างและกรองต่อไป ปัจจุบันเทคนิคนี้นิยมใช้ในการเตรียมสารที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร สารที่ต้องการผลึกใหญ่พิเศษ หรือสารผลึกเดี่ยวที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง ขนาดอนุภาคสม่ำเสมอ และการกระจายขนาดแคบ

ข้อดีของเทคนิคไฮโดรเทอร์มัล คือ สามารถใช้ได้กับสารตั้งต้นประเภท ออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ และคลอไรด์ ซึ่งมีราคาถูก เทคนิคนี้ใช้อุณหภูมิต่ำ (ส่วนใหญ่ไม่เกิน 350 องศาเซลเซียส) แต่ถ้าภาชนะบุด้วยเพฟลอนมักใช้อุณหภูมิต่ำกว่า 250 องศาเซลเซียส เทคนิคนี้สามารถผลิตอนุภาคของแข็งที่ควบคุมการกระจายขนาดสัญญาณ และมีองค์ประกอบทางเคมีที่ซับซ้อน ได้ขนาดไมโครเมตร หรือนาโนเมตร เป็นกระบวนการผลิตที่ใช้ขั้นตอนเดียว ช่วยลดขั้นตอนในการผลิตทางเซรามิกส์ คือ ไม่ต้องผ่านขั้นตอนพรีซินเตอร์ริง (presintering) หรือการเผาที่อุณหภูมิสูง (calcination) เทคนิคนี้ทำในระบบปิด จึงสามารถนำสารเคมีกลับมาใช้ใหม่ได้ และไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม ต้นทุนในการเตรียมผลิตภัณฑ์ต่ำแต่ให้ผลิตภัณฑ์ที่คุณภาพสูง

ข้อเสียของกระบวนการนี้ คือ เครื่องมือที่ใช้มีราคาแพง ใช้ความดันในกระบวนการสูงซึ่งอาจก่อให้เกิดอันตรายได้หากขยายกำลังผลิตสู่อุตสาหกรรม และการสึกกร่อนของเครื่องมือกรณ์ที่ใช้กรดหรือเบสเป็นตัวทำลาย

Suzuki และคณะ [44] ได้ใช้เทคนิคไฮโดรเทอร์มัลในการสังเคราะห์นาโนไททาเนียมไดออกไซด์ จากแร่รูทีลธรรมชาติ (natural rutile) ที่มีขนาด 75–300 ไมโครเมตร จากประเทศออสเตรเลียด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10 โมลาร์ (M) ในอโตเคลฟทำด้วยสแตนเลสที่บุด้วยเพฟลอนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 120 ชั่วโมง จากนั้นปล่อยให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง พบว่า ได้เส้นใยนาโนและอนุภาคนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์ผสมกัน

Chen และคณะ [45] สามารถเตรียมสายโซ่นาโนซิลิกอนขนาดความยาว 50–100 นาโนเมตร โดยใช้เทคนิคไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 470 องศาเซลเซียส ความดัน 9.7 เมกะปาสคาล จากผงซิลิกอนที่มีขนาดอนุภาคผ่านตะแกรง 600 เมช และมีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 เพื่อใช้เป็นเซรามิกคอนดักเตอร์

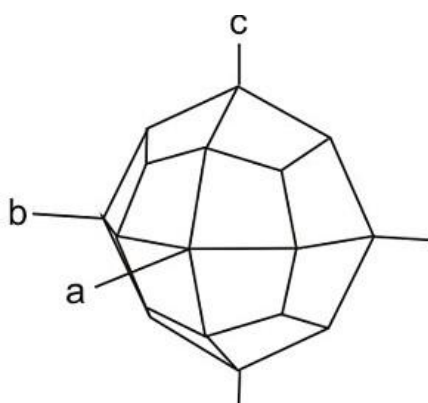
Tsai และ Teng [46] ได้นำไททาเนียมไดออกไซด์เชิงพาณิชย์มาสังเคราะห์เป็นท่อนาโนไททาเนียมไดออกไซด์โดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มัล ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 110–150 องศาเซลเซียส แล้วทำปฏิกิริยาสะเทินสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกจนมีสภาพเป็นกลาง พบว่า สามารถสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์แผ่นบาง (thin sheet) ระดับนาโนและท่อนาโนไททาเนียมไดออกไซด์และสารตั้งต้นเกิดการเปลี่ยนเฟสจากอนาเทสเป็นรูทีล และที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียสจะสามารถสังเคราะห์ท่อนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ได้พื้นผิวสัมผัสสูงสุด

Poudel และคณะ [47] ได้ศึกษาเกี่ยวกับการก่อผลึกของท่อนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ และการเปลี่ยนรูปไปเป็นลวดนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ (nanowire) ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล โดยใช้สารตั้งต้น คือ ไททาเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทสที่มีขนาดนาโนและไมโคร พบว่า สามารถสังเคราะห์ท่อนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 9 นาโนเมตร หนาประมาณ 2.5 นาโนเมตร และยาวประมาณ 600 นาโนเมตร และพบว่า เฟสอนาเทสของท่อนาโนไททาเนียมไดออกไซด์มีความเสถียรได้ถึง 700 องศาเซลเซียส และเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 550 องศาเซลเซียส ท่อนาโนจะเปลี่ยนเป็นลวดนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์

2.4 อะนาลไซม์ (analcime)

อะนาลไซม์ เป็นแร่ที่จัดอยู่ในกลุ่ม feldsparthiod มีสูตรทางเคมี คือ $\text{NaAlSi}_2\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ในธรรมชาติเกิดขึ้นอย่างช้ำๆ จากการรวมตัวของซิลิกาและอะลูมินา ที่มาจากแร่ basalts และ phonolites [48] ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยกระแสน้ำร้อนในธรรมชาติที่เกิดจากการไหลเวียนของแหล่งน้ำร้อนตามแหล่งหินภูเขาไฟ มีรูปร่างเป็นแบบไอโซเมตริก (isometric) ผิวไม่เรียบ มีเหลี่ยมถึงโค้งเว้า (trapezohedra shape) ดังแสดงในรูปที่ 2.23 และ 2.24

สมบัติทางกายภาพ: อะนาลไซม์ที่เกิดตามธรรมชาติจะใสถึงโปร่งแสง แต่หากมีสารเจือปน อาจให้สีขาว เทา ชมพู หรือเหลืองอ่อน มีความถ่วงจำเพาะ 2.27 ความแข็งประมาณ 5-5.5 ในธรรมชาติอะนาลไซม์สามารถเกิดขึ้นเองได้แต่จะมีลักษณะผลึกขนาดใหญ่ หากต้องการใช้งานต้องบดเป็นผงละเอียดก่อน [48, 49]



รูปที่ 2. 23 รูปแบบผลึกของอะนาลไซม์ [48]



รูปที่ 2. 24 ผลึกของอะนาไลม์ที่เกิดจากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลในธรรมชาติ [49]



บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

1. พอตเทอริสโตนที่มีแหล่งกำเนิดในจังหวัดลพบุรี (รูปที่ 3.1) ได้รับความอนุเคราะห์จาก บริษัทไซมิส เมอร์ชานไดส์ จำกัด
2. เม็ดพลาสติกพอลิโพรพิลีน (เกรด 1100 NK) (รูปที่ 3.2) จาก บริษัท ไออาร์พีซี จำกัด (มหาชน) โดยมีสมบัติดังแสดงในตารางที่ 3.1
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (AR Grade) จากบริษัท Univar Australia Pty. Ltd)



รูปที่ 3. 1 ผงพอตเทอริสโตน



รูปที่ 3. 2 เม็ดพลาสติกพอลิโพรพิลีน

ตารางที่ 3. 1 สมบัติของเม็ดพลาสติกโพลีโพรพิลีน (เกรด 1100 NK)

สมบัติ	มาตรฐานการทดสอบ	หน่วย	PP เกรด 1100 NK
ดรรชนีการหลอมไหล (2.16 kg /230°C)	ASTM D1238	g/10min.	11
ความทนแรงดึง	ASTM D638	N/mm ²	36
การยืดตัวสูงสุด (%)	ASTM D638	%	26
ความทนแรงกระแทก ที่ 23°C (Charpy notched impact strength)	DIN 53453	mJ/mm ²	2.9
ความแข็งร็อกเวล	ASTM D785	R-Scale	107
มอดุลัสตัดโค้ง	ASTM D790	MPa	1500
อุณหภูมิโก่งตัวด้วยความร้อน (Heat distortion temperature) (Load 0.45 N/mm ²)	ASTM D 648	°C	110

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.2.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ตัดแปรพอลิโพรพิลีน

- ชุดอุปกรณ์สังเคราะห์วัสดุด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ออกแบบและสร้างโดยภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
- ชุดกรองสุญญากาศ
- เครื่องชั่ง Mettler-Toledo รุ่น PB 303 L
- ตู้อบ Approval Machine รุ่น ML-HD 100
- เดซีเคเตอร์

3.2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ขึ้นรูปชิ้นทดสอบ

1. เครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ (twin screw extruder) รุ่น CTE-D16L512 ที่มีอัตราส่วนความยาว/เส้นผ่านศูนย์กลางของสกรูเท่ากับ 32 (screw length/screw diameter) แบบชนิดสกรูหมุนทิศทางเดียวกัน (co-rotating twin screw extruder) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางสกรู 15.75 มิลลิเมตร (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี)

2. เครื่องอัดแบบ (compression molding machine) ของ Labtech Engineering Company (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี)

3.2.3 เครื่องวิเคราะห์และทดสอบสมบัติ

1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) รุ่น Jeol JSM 6510 (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี)

2. เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD) รุ่น Bruker's D8 Advanced system (ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

3. เครื่องวัดขนาดอนุภาคด้วยเทคนิคกระเจิงแสง (laser light scattering particle size analyzer) รุ่น Mastersizer 2000 (Malvern) (ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

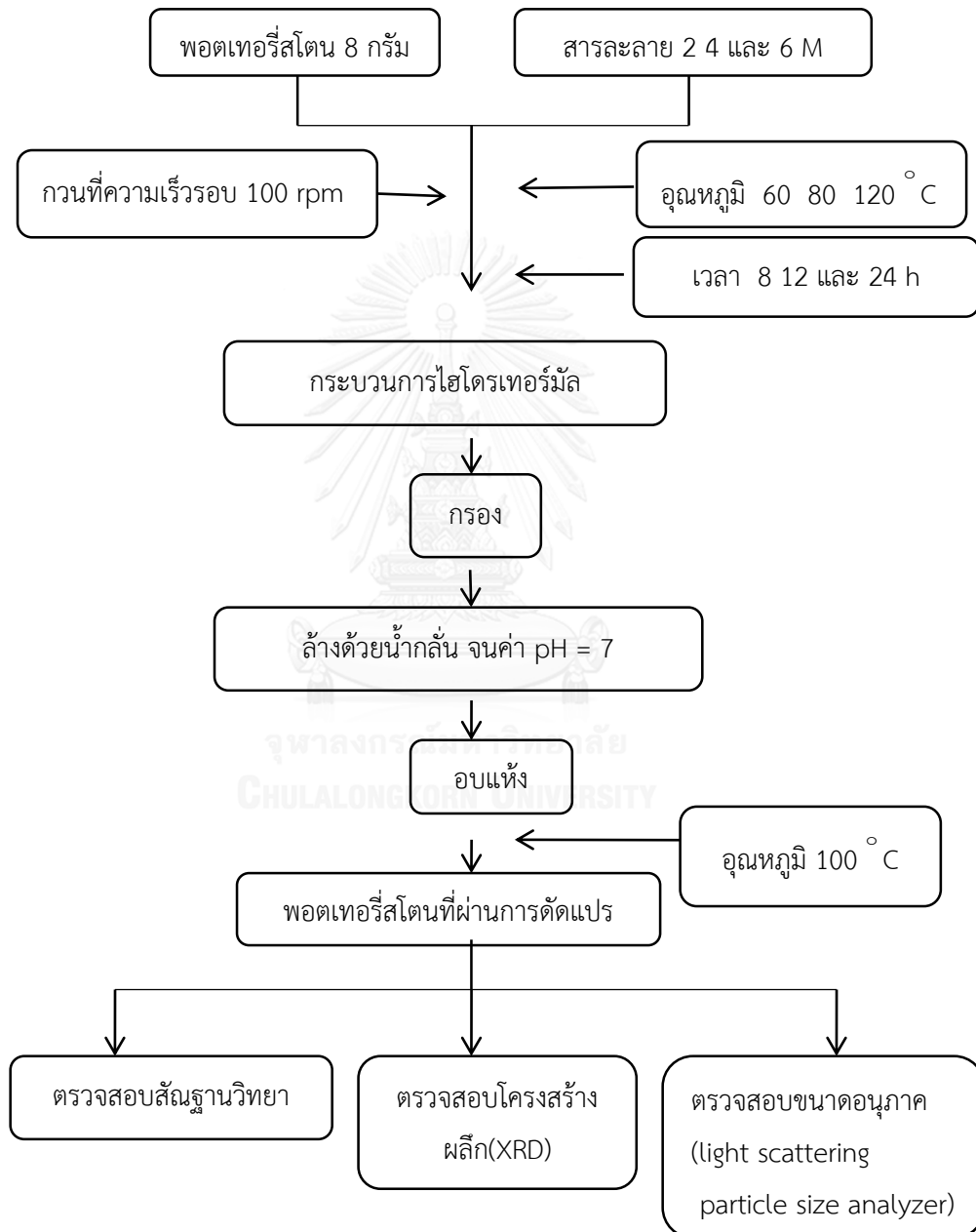
4. เครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล (universal testing machine) รุ่น Hounsfield H 50 KS (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี)

5. เครื่องทดสอบความทนแรงกระแทก (impact tester) รุ่น Ceast (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี)

6. เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (differential scanning calorimeter, DSC) รุ่น Netzsch DSC 200 F3 (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี)

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

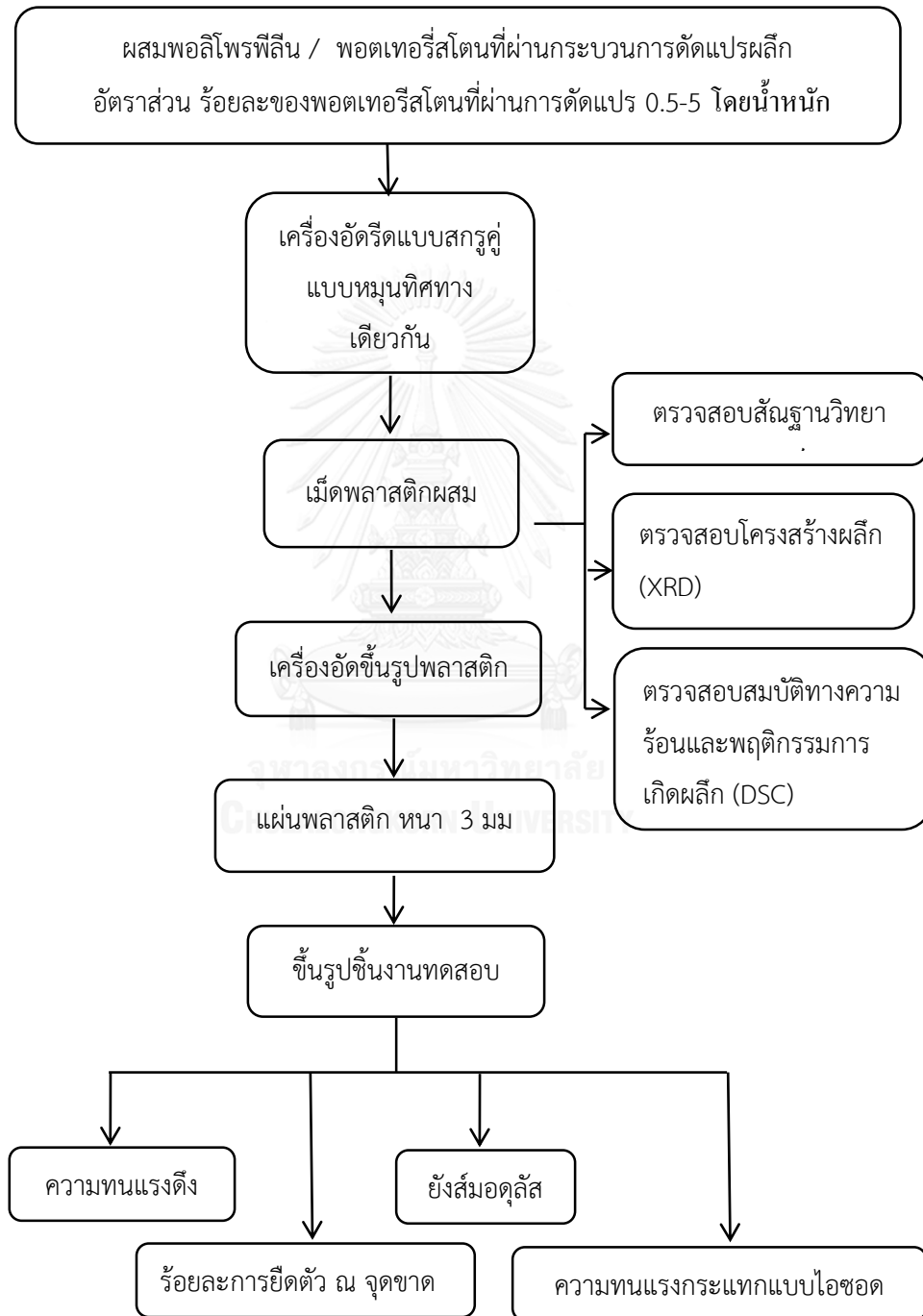
3.3.1 การดัดแปรพอลิเมอร์สโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล



รูปที่ 3. 3 ขั้นตอนการดัดแปรพอลิเมอร์สโตนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

จากนั้นเลือกพอลิเมอร์ที่ผ่านการตัดแปรไปผสมกับพอลิโพรพิลีนในส่วนการทดลองที่ 2 เพื่อใช้เป็นสารก่อนิเวศพิษผลึก

3.3.2 การใช้พอลิเมอร์ที่ตัดแปรเป็นสารก่อนิเวศพิษผลึกสำหรับพอลิโพรพิลีน



รูปที่ 3. 4 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติพอลิโพรพิลีนผสมพอลิเมอร์ที่ตัดแปร

3.4 การทดลอง

3.4.1 การดัดแปรพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

นำผงพอตเทอริสโตน 8 กรัม ใส่ในภาชนะสแตนเลสที่บุด้วยเทฟลอน (รูปที่ 3.5) จากนั้นเติมสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2, 4 หรือ 6 M ผสมกับพอตเทอริสโตนก่อนจะนำไปใส่ในอโตเคลฟ (รูปที่ 3.6) ปิดฝาและล็อกให้แน่น จากนั้นให้ความร้อนกับของผสมที่อุณหภูมิ 60, 80 หรือ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8, 12 หรือ 24 ชั่วโมง (ตารางที่ 3.2) ภายใต้ภาวะการกวนอย่างต่อเนื่องด้วยแท่งแม่เหล็ก (magnetic bar) ที่ความเร็วรอบ 100 รอบ/นาที เมื่อครบเวลาที่กำหนด ปล่อยให้เย็นลงช้าๆ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อลดความดันและอุณหภูมิภายในอโตเคลฟ จากนั้นเทสารลงในปิกรอร์ขนาด 1000 mL เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนในสารแขวนลอยที่ได้จนถึง 1000 mL นำมากรองต่ออีก 30 นาที เพื่อให้สารที่ได้กระจายตัวอีกครั้ง แล้วกรองด้วยชุดกรองแบบสุญญากาศ (รูปที่ 3.7) ทดสอบสารละลายที่กรองได้ด้วยกระดาษฟิ-เอช 0-14 (ยูนิเวอร์แซล) หากยังมีฤทธิ์เป็นด่างให้ล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งสารละลายมีฤทธิ์เป็นกลาง แล้วนำสารที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากนั้นชั่งน้ำหนักพอตเทอริสโตนเพื่อคำนวณหาร้อยละผลได้ (%yield) จากสมการที่ 3.1

$$\% \text{ yield} = W_1/W_0 \times 100 \quad (3.1)$$

โดยที่ W_1 = น้ำหนักพอตเทอริสโตนที่ผ่านที่ดัดแปร

W_0 = น้ำหนักของพอตเทอริสโตนก่อนการดัดแปร



รูปที่ 3. 5 ภาชนะสแตนเลสบุด้วยเทฟลอน



รูปที่ 3. 6 ชุดอุปกรณ์การตัดแปรด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มัล



รูปที่ 3. 7 ชุดกรองสูญญากาศ

ตารางที่ 3. 2 การตัดแปรพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH

สูตร	ความเข้มข้นของ สารละลาย NaOH (M)	อุณหภูมิการตัดแปร ($^{\circ}$ C)	เวลาการตัดแปร (ชั่วโมง)
1	2	60	8
2	2	80	8
3	2	120	8
4	2	60	12
5	2	80	12
6	2	120	12
7	2	60	24
8	2	80	24
9	2	120	24
10	4	60	8
11	4	80	8
12	4	120	8
13	4	60	12
14	4	80	12
15	4	120	12
16	4	60	24
17	4	80	24
18	4	120	24
19	6	60	8
20	6	80	8
21	6	120	8
22	6	60	12
23	6	80	12
24	6	120	12
25	6	60	24
26	6	80	24
27	6	120	24

3.4.2 การตรวจสอบพอตเทอริสโตน

3.4.2.1 ตรวจสอบสัณฐานวิทยา

ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านการตัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (รูปที่ 3.8) ทำการเตรียมตัวอย่างโดยนำผงพอตเทอริสโตนโรยบนเทปแกรไฟต์ที่ติดอยู่บนแท่งอะลูมิเนียม แล้วจึงปล่อยแก๊สอาร์กอนเข้าไป ปรับกระแสไฟฟ้าที่ 2.56 แอมแปร์ เพื่อให้แก๊สอาร์กอนแตกตัวและวิ่งไปชนแผ่นทองเพื่อให้แผ่นทองเคลือบบนผิวชิ้นงาน แล้วจึงตรวจสอบสัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยดำเนินการที่ 5 kV กำลังขยาย 1,000 เท่า



รูปที่ 3. 8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Jeol JSM 6510)

3.4.2.2 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์

เตรียมตัวอย่างโดยการนำพอตเทอริสโตนใส่ใน holder แล้วใช้กระจกนาฬิกาปิดเกลี่ยให้เรียบเสมอ holder โดยให้ความหนาอย่างน้อย 20 ไมโครเมตร และขณะทำการเกลี่ยควรอัดด้วยแรงที่สม่ำเสมอ แล้วนำไปทดสอบภายใต้ภาวะทดสอบ: Ni-filtered $\text{CuK}\alpha$ radiation; $\lambda = 0.15406 \text{ nm}$, $2\theta = 10^\circ \text{ to } 70^\circ$ ของเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (รูปที่ 3.9)



รูปที่ 3. 9 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (Bruker's D8 Advanced system)

3.4.2.3 การวัดขนาดอนุภาคด้วยเครื่องวัดแบบกระเจิงแสง

การวัดขนาดและการกระจายขนาดอนุภาคโดยใช้หลักการตกกระทบของแสงบนอนุภาคที่เคลื่อนที่ผ่านลำแสงส่องผ่าน ซึ่งจะให้ผลเป็นขนาดของอนุภาคร้อยละของช่วงอนุภาคในจำนวนอนุภาคที่ทำการตรวจสอบ วิธีตรวจสอบจะใช้วิธีการแบบเปียก (wet analysis) การตรวจสอบทำโดยนำพอตเทอริสโตนไป ทำให้อยู่ในลักษณะของสารแขวนลอยด้วยน้ำกลั่นใน chamber แล้วเติมน้ำกลั่นให้สูงกว่าท่อ chamber ประมาณ 1 นิ้วทำการไล่อากาศในท่อออก ทำการวิเคราะห์และประมวลผลด้วยโปรแกรม Malvern Mastersizer ตรวจสอบผลของการกระจายขนาดของอนุภาคพอตเทอริสโตนด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาคแบบกระเจิงแสง

3.5 การผสมพอลิโพรพิลีนกับพอตเทอริสโตนดัดแปร

3.5.1 การผสม

นำพอตเทอริสโตนดัดแปรที่ผ่านการอบไล่ความชื้นแล้วมาผสมกับพอลิโพรพิลีนที่อัตราส่วนของพอตเทอริสโตนดัดแปรร้อยละ 0-5 โดยน้ำหนัก ทำการผสมด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ (รูปที่ 3.10) โดยใช้อุณหภูมิในโซนต่างๆ และความเร็วรอบสกรูดังนี้:

โซนป้อน (feed zone)	200	องศาเซลเซียส
โซนอัด (compression zone)	210	องศาเซลเซียส
โซนหลอม (metering zone)	220	องศาเซลเซียส
โซนตายน์ (die zone)	220	องศาเซลเซียส
ความเร็วรอบสกรู	100	รอบ/นาที

ของผสมที่ได้จากเครื่องอัดรีดมีลักษณะเป็นเส้นยาวต่อเนื่อง (extrudate) ซึ่งถูกดึงผ่านน้ำเพื่อทำให้เย็น (cooling) แล้วจึงทำการตัดให้เป็นเม็ด (pellets) (รูปที่ 2.11) เพื่อนำไปขึ้นรูปและทดสอบต่อไป



รูปที่ 3. 10 เครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ (CTE-D16L512)

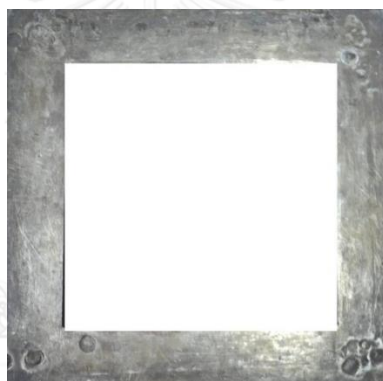


รูปที่ 3. 11 เม็ดพลาสติกพอลิโพรพิลีนผสมพอตเทอริสโตน

3.5.2 การขึ้นรูปชิ้นทดสอบ

นำเม็ดพลาสติกผสมที่เตรียมได้มาใส่ในแม่แบบที่มีขนาด $200 \times 200 \times 3$ มิลลิเมตร (กว้าง \times ยาว \times หนา) (รูปที่ 3.12) จากนั้นนำเข้าเครื่องอัดแบบ (รูปที่ 3.13) โดยตั้งภาวะของการขึ้นรูปดังนี้:

อุณหภูมิ	200	องศาเซลเซียส
เวลาอุ่น (pre heat)	7	นาที
เวลาเปิดไล่อากาศ	1	ครั้ง
เวลาอัดแบบ	7	นาที
เวลาหล่อเย็น	7	นาที
ความดัน	100	Psi



รูปที่ 3.12 แม่แบบขึ้นทดสอบ



รูปที่ 3.13 เครื่องอัดแบบ (Labtech)

3.5.3 การวิเคราะห์และทดสอบ

3.5.3.1 วิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์

ตัดชิ้นงานให้ได้ขนาด $12.7 \times 30 \times 3$ มิลลิเมตร (กว้าง \times ยาว \times หนา) แล้วนำไปวางบน holder ให้ชิ้นงานขนานกับแท่น holder พร้อมกับยึดชิ้นงานให้แน่น ตรวจสอบที่ภาวะ: Ni-filtered $\text{CuK}\alpha$ radiation มุม $2\theta = 5^\circ$ ถึง 80°

3.5.3.2 การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์โพลาไรซ์แบบเชิงแสง

นำชิ้นงานมาอัดขึ้นรูปเป็นแผ่นบางด้วยเครื่องอัดขึ้นรูป แล้วนำมาทดสอบภายใต้ภาวะของ การทดสอบ คือ ให้ความร้อนจากอุณหภูมิห้องจนถึง 200 องศาเซลเซียส จากนั้นลดอุณหภูมิลงด้วยอัตราเร็ว 20 องศาเซลเซียส/นาที จนถึงอุณหภูมิ 135 องศาเซลเซียส แล้วคงไว้ที่อุณหภูมินี้จนพอลิโพรพิลีนเกิดผลึกอย่างสมบูรณ์ ถ่ายรูปแบบของสเฟียรูไลต์ที่ 15 นาที และเมื่อเกิดผลึกสมบูรณ์

3.5.3.3 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์

นำชิ้นงานบรรจุในจานอะลูมิเนียมแล้วปิดผนึกด้วยเครื่องปิดผนึก จากนั้นนำไปทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนด้วยภาวะการทดลอง ดังนี้:

1. เริ่มทำการทดสอบที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส โดยเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราเร็ว 10 องศาเซลเซียส/นาที จนถึงอุณหภูมิ 230 องศาเซลเซียส แล้วคงอุณหภูมิที่ภาวะนี้ นาน 1 นาที จากนั้นลดอุณหภูมิจาก 230 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราเร็ว 10 องศาเซลเซียส/นาที จนถึง 0 องศาเซลเซียส คงอุณหภูมิที่ภาวะนี้เป็นเวลา 1 นาที
2. ทดสอบหาสมบัติทางความร้อนของชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงไปตามอุณหภูมิ จากเทอร์โมแกรม (thermogram) โดยบริเวณที่มีการเปลี่ยนแปลงสถานะจะแสดงพีการดูดกลืนและคายความร้อน แล้วตรวจสอบสมบัติที่ได้จากการทดสอบ คือ อุณหภูมิหลอม (T_m) อุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) และระดับความเป็นผลึก (χ_c) จากสมการที่ 3.2

$$\% \text{ Crystallinity } (\chi_c) = \frac{\Delta H_c}{\Delta H_m^0} \quad (3.2)$$

โดย ΔH_c = ปริมาณความร้อนของการเกิดผลึก (J/g)

ΔH_m^0 = ปริมาณความร้อนที่ใช้ในการหลอมพอลิโพรพิลีนที่มีผลึก 100% ในที่นี้มีค่าเท่ากับ 207 J/g [7, 43]



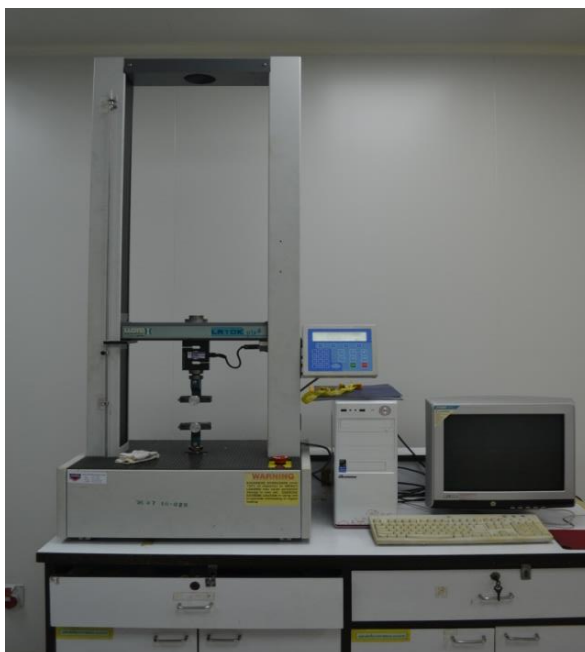
รูปที่ 3. 14 เครื่องดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์

3.5.3.4 สมบัติด้านความทนแรงดึง

นำตัวอย่างที่เตรียมโดยกระบวนการอัดขึ้นรูปมาตัดเป็นชิ้นทดสอบรูปดัมเบลล์ตามมาตรฐาน ASTM D 638 type 1 (รูปที่ 3.15) เก็บตัวอย่างไว้ในห้องทดสอบเพื่อลดความเครียดของชิ้นทดสอบเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนนำมาทดสอบด้วยเครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล (Hounsfield H 50 KS) (รูปที่ 3.16) ภายใต้ภาวะการทดสอบคือ ระยะดึง (gauge length) เท่ากับ 115 มิลลิเมตร ขนาดของ load cell เท่ากับ 10 กิโลนิวตัน อัตราการยืดคงที่ เท่ากับ 50 มิลลิเมตร/วินาที อุณหภูมิการทดสอบ 25 องศาเซลเซียส เพื่อหาค่าความทนแรงดึง มอดุลัส และการยืดตัว ณ จุดขาด



รูปที่ 3. 15 ชิ้นทดสอบรูปดัมเบลล์ตามมาตรฐาน ASTM D 638 type 1



รูปที่ 3. 16 เครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล (Hounsfield H 50 KS)

3.5.3.5 สมบัติความแรงกระแทก

การทดสอบความทนแรงกระแทกแบบไอซอด (izod type) กระทำโดยจับยึดชิ้นทดสอบไว้โดยหัวจับชิ้นงานในแนวตั้งและถูกตีด้วยค้อนน้ำหนักในแนวเส้นบรรจบ ระหว่างจุดที่จับชิ้นทดสอบและเส้นกึ่งกลางของรอยบากที่อยู่ด้านเดียวของรอยบาก วิธีการ คือ นำตัวอย่างชิ้นงานมาตัดให้ได้ขนาดเท่ากับ 12.7× 63.5 × 3 มิลลิเมตร(กว้าง× ยาว × หนา) จากนั้นนำไปบากด้วยเครื่องบากชิ้นงานให้ได้ขนาดรอยบากทำมุม 45 องศา ความลึกรอยบาก 2.54 มิลลิเมตร ตามมาตรฐาน ASTM D 256 แบบไอซอด (รูปที่ 3.17) วางชิ้นงานในภาวะการทดสอบ 24 ชั่วโมง เพื่อลดความเครียดภายในชิ้นงาน แล้วจึงทดสอบด้วยเครื่องทดสอบความทนแรงกระแทกแบบไอซอด (รูปที่ 3.18) ภายใต้ภาวะการทดสอบ คือ น้ำหนักค้อน 2 จูล (joule) จากนั้นคำนวณค่าความทนแรงกระแทกจากสมการที่ 3.3

$$\text{Impact strength (J/m)} = \frac{\text{Energy (J)}}{\text{Thickness(m)}} \quad (3.3)$$

โดย Energy = พลังงานในการทำให้วัสดุแตกหัก (จูล)

Thickness = ความหนาของชิ้นงาน (เมตร)



รูปที่ 3. 17 ชิ้นทดสอบความทนแรงกระแทก



รูปที่ 3. 18 เครื่องทดสอบความทนแรงกระแทกแบบไอซอด (Ceast)

3.5.3.6 ตรวจสอบสัณฐานวิทยา

นำชิ้นทดสอบมาตัดเป็นชิ้นขนาดเล็กแล้วนำมาติดบนแผ่นอะลูมิเนียมด้วยเทปแกรไฟต์ จากนั้นนำไปเคลือบทองในระบบสุญญากาศ โดยปล่อยแก๊สอาร์กอน ปรับกระแสไฟเท่ากับ 2.65 แอมแปร์ ใช้เวลาในการเคลือบทอง 1.30 นาที จากนั้นตรวจสอบสัณฐานของพอลิโพรพิลีนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแบบส่องกราด (Jeol JSM 6510) (รูปที่ 3.8) ดำเนินการตรวจสอบที่ 5 kV กำลังขยาย 1,000 เท่า

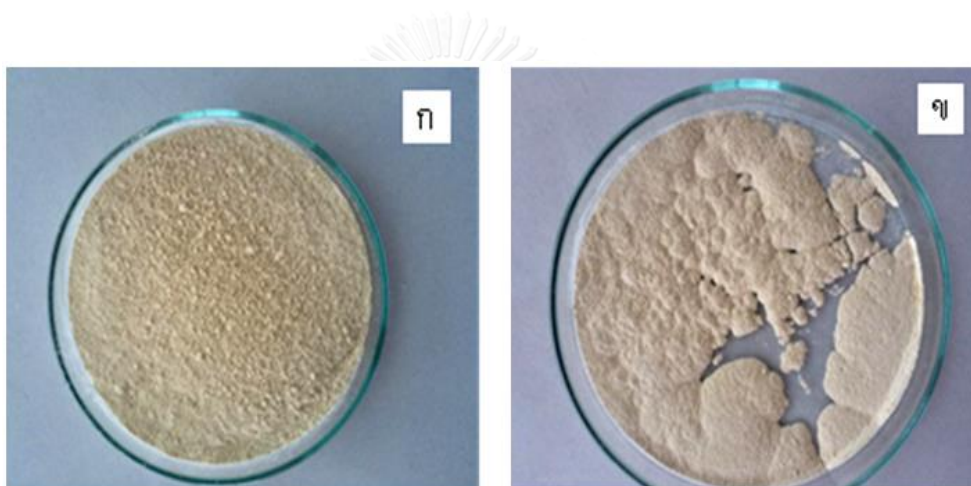
บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

4.1 การตัดแปรรูปพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH

4.1.1 ลักษณะทางกายภาพของพอตเทอริสโตน

รูปที่ 4.1 แสดงตัวอย่างของพอตเทอริสโตนที่ผ่านและไม่ผ่านการตัดแปรรูปโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ซึ่งมีลักษณะเป็นผงสีน้ำตาลอ่อน โดยพอตเทอริสโตนที่ผ่านการตัดแปรรูปเป็นผงที่มีความละเอียดมากกว่าพอตเทอริสโตนที่ไม่ผ่านการตัดแปรรูป



รูปที่ 4. 1 ลักษณะทางกายภาพของพอตเทอริสโตน (ก) ไม่ผ่านการตัดแปรรูป และ (ข) ผ่านการตัดแปรรูปโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH

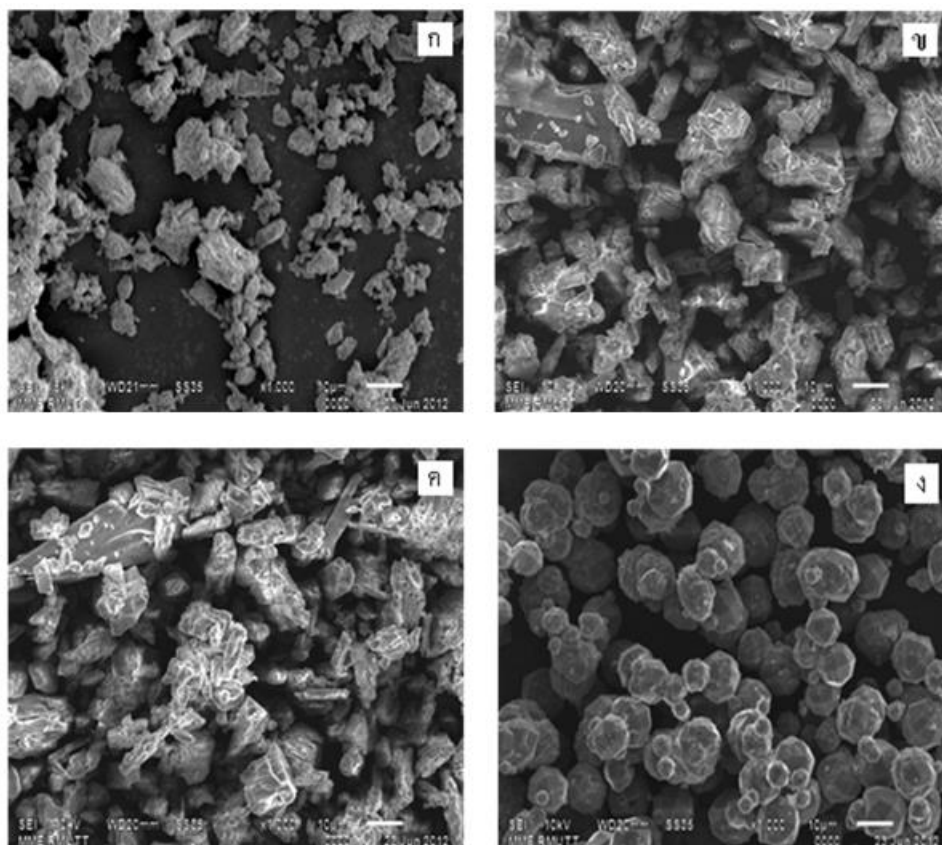
4.1.2 สัณฐานวิทยา องค์ประกอบ และโครงสร้างผลึกของพอตเทอริสโตน

4.1.2.1 พอตเทอริสโตนที่ตัดแปรรูปด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

4.1.2.1.1 สัณฐานวิทยา

รูปที่ 4.2 แสดงสัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรรูปโดยกระบวนการไฮโดร-เทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60,

80 และ 120 องศาเซลเซียส ซึ่งผ่านการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้กำลังขยาย 1,000 เท่า



CHULALONGKORN UNIVERSITY

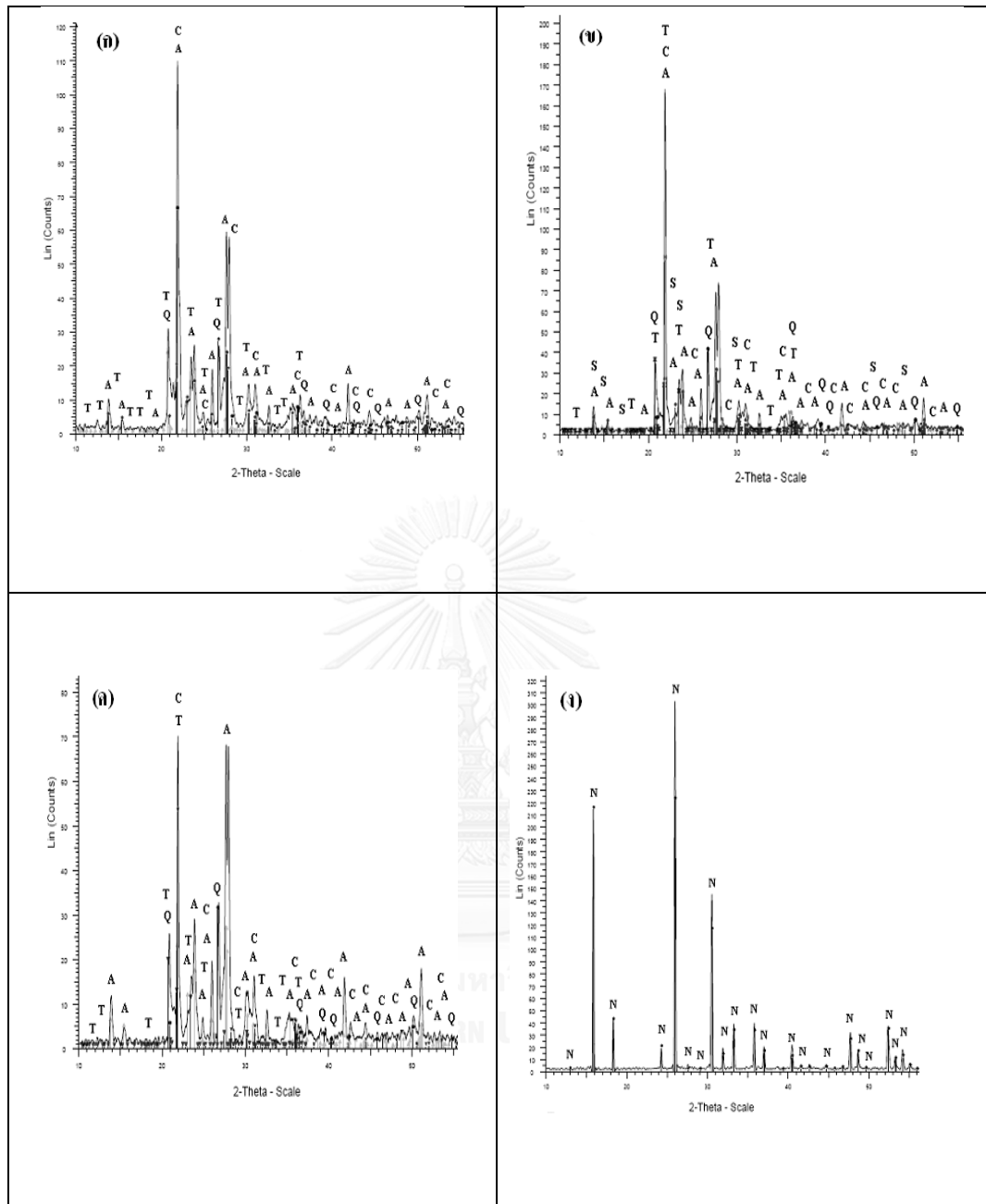
รูปที่ 4. 2 สัณฐานวิทยาของพอตเทอร์ริสโตนที่ (ก) ไม่ผ่านการตัดแปร (ข-ง) ผ่านการตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

รูปที่ 4.2(ก) แสดงสัณฐานวิทยาของพอตเทอร์ริสโตนที่ไม่ผ่านการตัดแปร พบว่าอนุภาคเกาะกลุ่มกันมีขนาดและรูปร่างไม่แน่นอน (irregular shape) และเมื่อตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส พบว่าพอตเทอร์ริสโตนที่ผ่านการตัดแปร มีสัณฐานวิทยาเปลี่ยนไปตามอุณหภูมิที่ใช้ในการตัดแปร เพราะสารละลาย NaOH สามารถละลายอะลูมิโนซิลิเกต (aluminosilicate) ส่วนที่เป็นอสัณฐานได้ดีที่อุณหภูมิสูงเมื่อเปรียบเทียบกับเฟสที่มีความเป็นผลึก เช่น quartz และ mullite เป็นต้น [45] โดยซิลิกอน (Si) และ

อะลูมินา (Al) ที่ละลายออกมาสามารถทำปฏิกิริยากันเกิดเฟสใหม่หรือรวมตัวเกิดผลึกใหม่อีกครั้ง (recrystallize) ที่มีสัณฐานวิทยาดังแสดงในรูปที่ 4.2(ข-ง) นอกจากนี้ พบว่า เมื่อตัดแปรที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ผลึกที่เกิดขึ้นใหม่มีสัณฐานเป็นทรงกลมเหลี่ยมอยู่ในระบบ isometric ที่มีรูปแบบเป็น trapezohedron [46, 47] ดังแสดงในรูปที่ 4.2(ง)

4.1.2.1.2 องค์ประกอบและโครงสร้างผลึก

พอตเทอริสโตนเป็นหินภูเขาไฟ (igneous rock) ที่มีองค์ประกอบหลักเป็น ซิลิกา (SiO_2) ถึงประมาณร้อยละ 70 ซึ่งเมื่อถูกกระทำโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลในธรรมชาติ จะพบองค์ประกอบของ quartz, sericite และ kaolin เป็นสำคัญ [46, 47] และเมื่อตัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส แล้วทำการตรวจสอบด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) โดย XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอตเทอริสโตนในรูปที่ 4.3(ก) แสดงให้เห็นว่า พอตเทอริสโตนที่ไม่ผ่านการตัดแปรมีโครงสร้างหรือเฟสของ tridymite (SiO_2) (มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบ orthorhombic), albite ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) (มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบ triclinic), cristobalite (SiO_2) (มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบ tetragonal) และ quartz (SiO_2) (มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบ hexagonal) ส่วนรูปที่ 4.3(ข) แสดง XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอตเทอริสโตนที่ได้ตัดแปรที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ซึ่งพบเฟสใหม่ของ sodium silicate ($\text{Na}_2\text{O} \cdot 39\text{SiO}_2$) เกิดขึ้น โดยความสูงของพีค tridymite และ cristobalite ลดลง ขณะที่ความสูงของพีค albite สูงขึ้น และเมื่ออุณหภูมิการตัดแปรเพิ่มเป็น 80 องศาเซลเซียส พบว่า เฟสของ sodium silicate หายไป เหลือแต่เฟสของ tridymite, cristobalite, quartz และ albite ดังแสดงในรูปที่ 4.3(ค) เนื่องจาก sodium silicate เป็นเฟสกึ่งเสถียร (metastable) จึงละลายได้ในสารละลาย NaOH เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น นอกจากนี้ ยังมี Si และ Al บางส่วนละลายจาก tridymite, cristobalite, quartz และ albite โดยสังเกตจากความสูงของพีคของเฟสเหล่านี้ที่ลดลงอย่างเห็นได้ชัด และเมื่อทำการตัดแปรที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส พบว่า เฟสต่างๆ ที่เกิดขึ้นได้หายไป โดยมีแต่เพียงเฟสของ analcime ($\text{NaAlSi}_2\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$) เป็นเฟสหลัก ดังแสดงในรูปที่ 4.3(ค) ที่มีสัณฐานผลึกเป็น ทรงกลมเหลี่ยม (trapezohedron) ดังแสดงในรูปที่ 4.2(ค) ซึ่งเกิดเมื่อ tridymite, cristobalite, quartz และ albite ละลายในสารละลาย NaOH ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส และเกิดปฏิกิริยากันและกันพร้อมทั้งเกิดผลึกรูปแบบใหม่ระหว่างที่อุณหภูมิลดลง



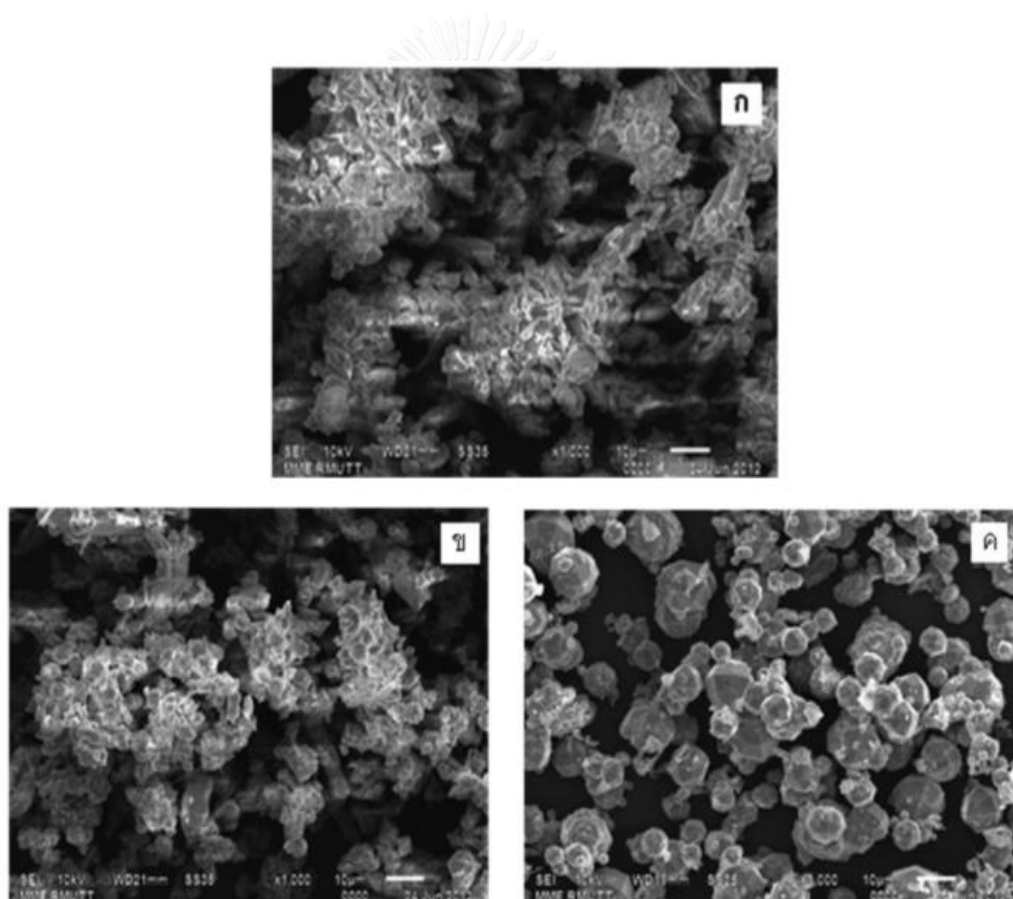
A = albite, C = cristobalite, Q = quartz, S = sodium silicate, N = analcime,

รูปที่ 4. 3 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอตเทอริสโตน (ก) ที่ไม่ผ่านการดัดแปร และ (ข-ง) ที่ผ่านการดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

4.1.2.2 พอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

4.1.2.2.1 สัณฐานวิทยา

รูปที่ 4.4 แสดงสัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรโดยกระบวนการไฮโดร-เทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส ซึ่งได้ตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ภายใต้กำลังขยาย 1,000 เท่า

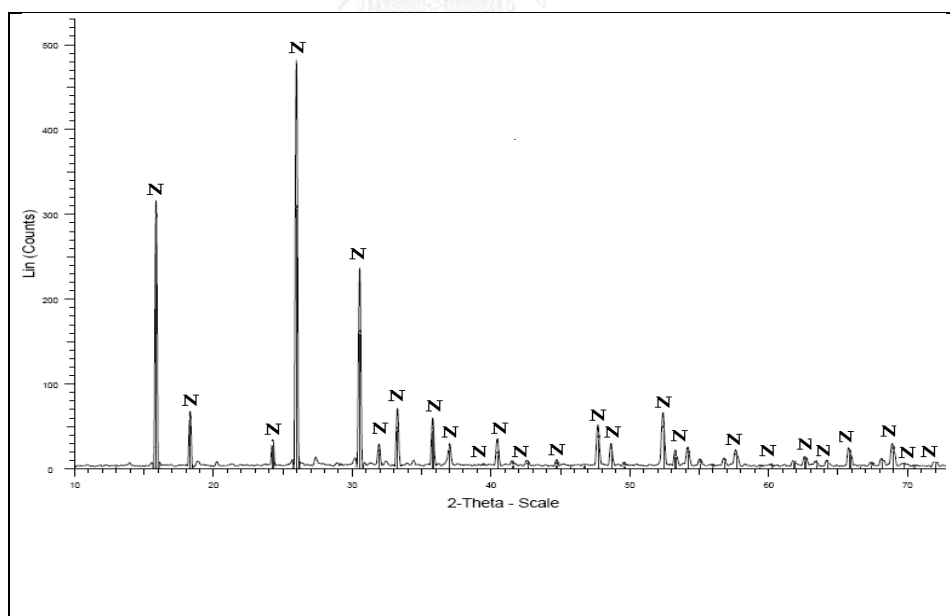


รูปที่ 4. 4 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.4 พบว่า สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนเปลี่ยนแปลงไปตามอุณหภูมิที่ใช้ในการตัดแปรเช่นเดียวกัน โดยการตัดแปรที่อุณหภูมิ 60 และ 80 องศาเซลเซียส ยังมีผลทำให้อนุภาคเกาะกลุ่มกันมีรูปร่างไม่แน่นอน แต่มีขนาดเล็กกว่าที่ใช้เวลาตัดแปร 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิในลำดับเดียวกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.4(ก) และรูปที่ 4.4(ข) เนื่องจาก Si และ Al ละลายในสารละลาย NaOH ได้มากขึ้นตามเวลาของการตัดแปรที่เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม เมื่อตัดแปรที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ยังพบผลึกที่มีสัณฐานเป็นทรงกลมเหลี่ยม แต่มีขนาดเล็กลงและมีการกระจายขนาดอนุภาคเพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.4(ค)

4.1.2.2.2 องค์ประกอบและโครงสร้างผลึก

รูปที่ 4.5 แสดง XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ซึ่งพบเฟสของ analcime เช่นเดียวกับที่ทำการตัดแปรเป็นเวลา 8 ชั่วโมง โดยให้ผลสอดคล้องกับสัณฐานวิทยาที่แสดงในรูปที่ 4.4(ค)



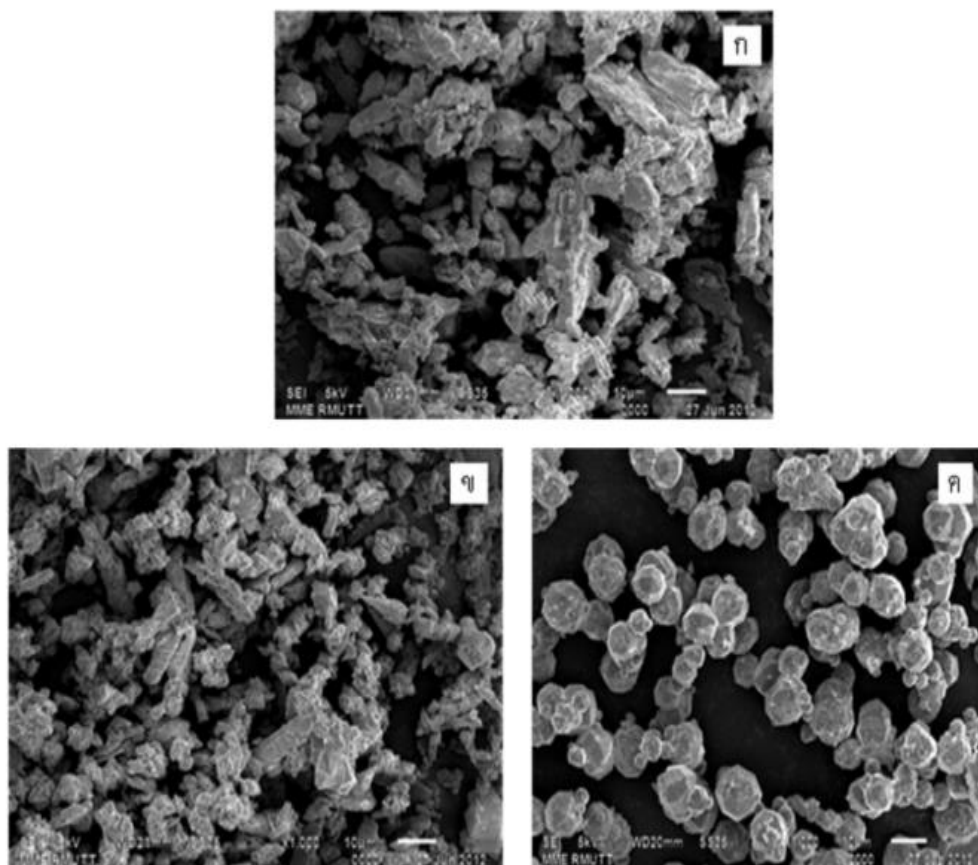
N = analcime

รูปที่ 4.5 XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส

4.1.2.3 พอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4.1.2.3.1 สัณฐานวิทยา

รูปที่ 4.6 แสดงสัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส ซึ่งได้ตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ภายใต้กำลังขยาย 1,000 เท่า

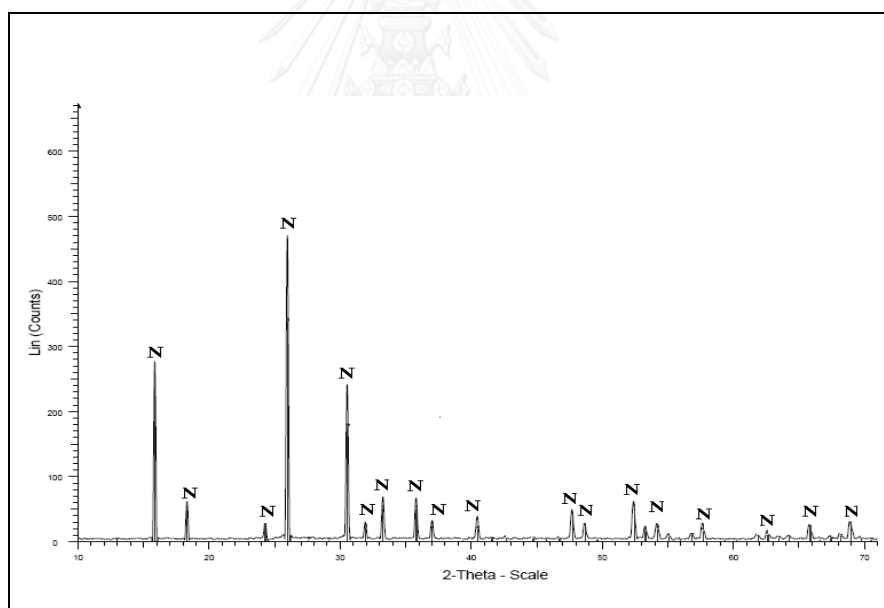


รูปที่ 4. 6 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.6 พบว่า สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนเปลี่ยนแปลงไปตาม อุณหภูมิที่ใช้ในการตัดแปรเช่นเดียวกัน โดยการใช้อุณหภูมิ 60 และ 80 องศาเซลเซียส ยังคงมีการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคที่มีรูปร่างไม่คงที่แน่นอน ดังแสดงในรูปที่ 4.6(ก) และ 4.6(ข) และมีขนาดเล็กกว่าที่ตัดแปรเป็นเวลา 8 และ 12 ชั่วโมง เนื่องจากมีการละลายของ Si และ Al ในสารละลาย NaOH เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม การตัดแปรที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ยังคงทำให้ได้พอตเทอริสโตนที่มีสัณฐานเป็นทรงกลมเหลี่ยม ดังแสดงในรูปที่ 4.6(ค)

4.1.2.3.2 องค์ประกอบและโครงสร้างผลึก

รูปที่ 4.7 แสดง XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ซึ่งพบเฟสของ analcime เช่นเดียวกัน ซึ่งเป็นการยืนยันสัณฐานวิทยาในรูปที่ 4.6(ค)

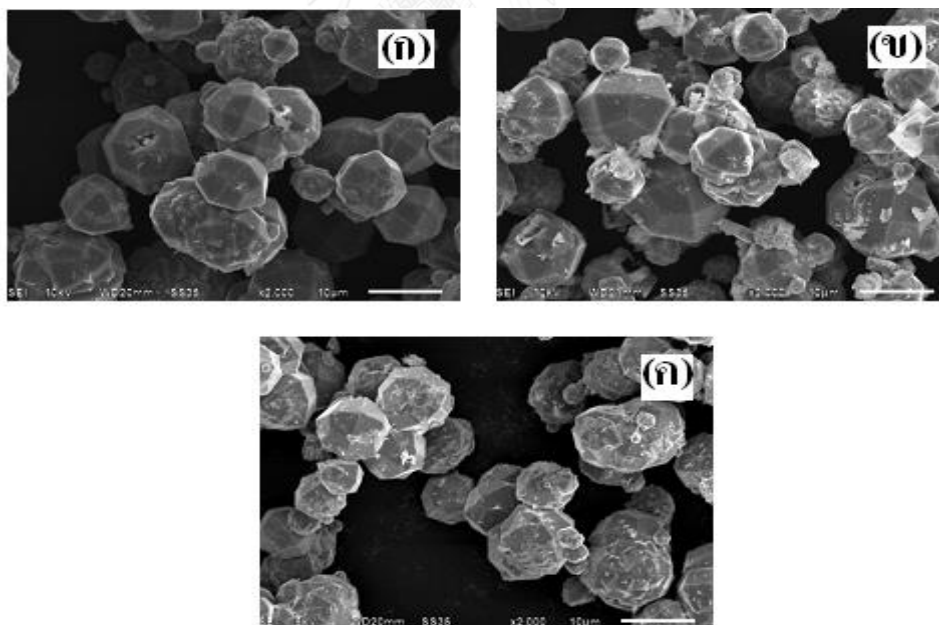


N = analcime

รูปที่ 4. 7 XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส

4.1.2.4 สัณฐานวิทยาของ analcime

รูปที่ 4.8 แสดงสัณฐานวิทยาของ analcime ที่สังเคราะห์ได้จากการตัดแปรพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8, 12 และ 24 ชั่วโมง ซึ่งตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดภายใต้กำลังขยาย 2,000 เท่า ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า สามารถสังเคราะห์ analcime จากพอตเทอริสโตนด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เท่านั้น (60 และ 80 องศาเซลเซียส ไม่เกิด) ไม่ว่าจะใช้เวลาในการตัดแปร 8, 12 หรือ 24 ชั่วโมง ซึ่งเป็นภาวะที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่าง Si, Al, O และ Na ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่สามารถเปลี่ยนจากเฟส tridymite, albite, cristobalite และ quartz เป็นเฟสของ analcime ซึ่งสังเกต พบว่า การตัดแปรเป็นเวลา 12 และ 24 ชั่วโมง จากรูปที่ 4.8(ก) และ 4.8(ข) ตามลำดับ ทำให้ได้ analcime ที่มีกระจายขนาดอนุภาคมากกว่าที่ตัดแปรเป็นเวลา 8 ชั่วโมง ซึ่งนอกจากใช้เวลาในการตัดแปรน้อยกว่า ยังได้อนุภาคที่มีขนาดใกล้เคียงกันมากกว่าอีกด้วย



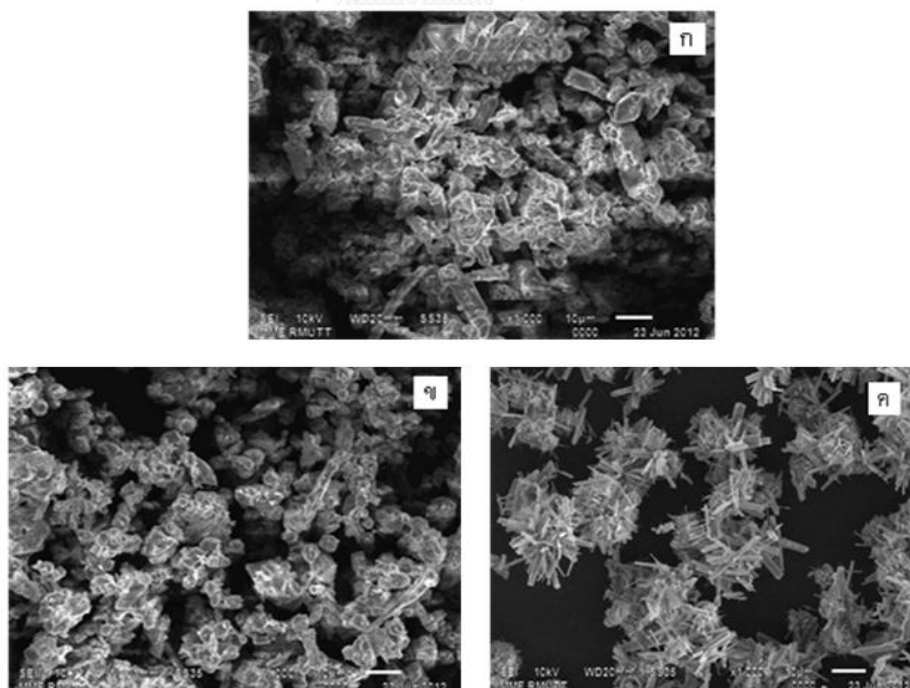
รูปที่ 4. 8 สัณฐานวิทยาของ analcime ที่สังเคราะห์จากพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 8 ชั่วโมง, (ข) 12 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง

4.1.2.5 พอตเทอริสโตนที่ตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

4.1.2.5.1 สัณฐานวิทยา

รูปที่ 4.9 แสดงสัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส ซึ่งได้ตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดภายใต้กำลังขยาย 1,000 เท่า

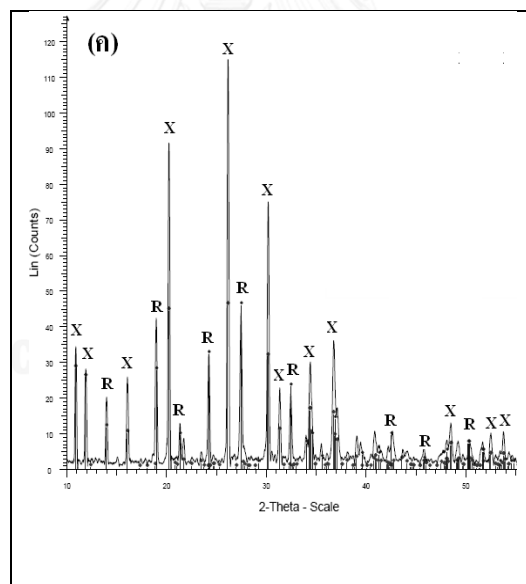
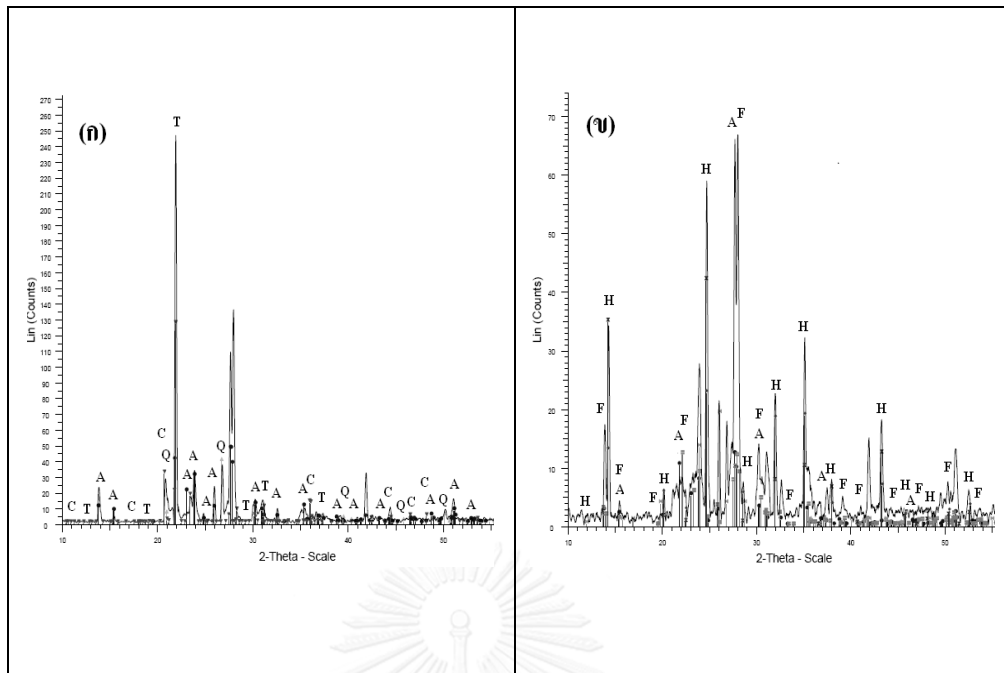
จากรูป พบว่า สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนเปลี่ยนแปลงไปตามอุณหภูมิที่ใช้ในการตัดแปรเช่นเดียวกัน โดยการตัดแปรที่อุณหภูมิ 60 และ 80 องศาเซลเซียส ทำให้อุณหภูมิเกาะกลุ่มกันมีขนาดและรูปร่างไม่แน่นอน แต่ยังมีเกาะกลุ่มกันหนาแน่น ดังแสดงในรูปที่ 4.9(ก) และ 4.9(ข) ตามลำดับ ขณะที่การตัดแปรที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส กลับพบพอตเทอริสโตนที่มีสัณฐานเป็นกระจุกของแท่งเส้นใย (fibrous columnar) หรือรูปเข็ม (needle like) เกาะกลุ่มกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.9(ค)



รูปที่ 4. 9 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส

4.1.2.5.2 องค์ประกอบและโครงสร้างผลึก

รูปที่ 4.10 แสดง XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส ซึ่งจากรูปที่ 4.10(ก) พบว่า การตัดแปรที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ได้ปรากฏเฟส tridymite, albite, cristobalite และ quartz ไม่ต่างจากที่ตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M หากแต่ไม่พบเฟสของ sodium silicate ซึ่งเป็นเฟสกึ่งเสถียร และละลายได้หมดในสารละลาย NaOH เมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้น จึงทำให้เฟสของ sodium silicate หายไป ส่วนการตัดแปรที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส พบว่า ความสูงของพีค albite ลดลง และมีพีคของเฟสใหม่ต่างๆ ได้แก่ feldspar ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) (โครงสร้างผลึกอยู่ในระบบ triclinic), sodium aluminum silicate hydrate ($\text{Na}_6(\text{AlSiO}_4)_6 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) (มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบ cubic) และ sodium aluminum silicate hydroxide ($\text{Na}_4\text{Si}_3\text{Al}_3\text{O}_{12} \cdot \text{OH}$) (มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบ cubic) ดังแสดงในรูปที่ 4.10(ข) สำหรับการตัดแปรที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ทำให้ได้เฟสใหม่ของ hydroxycancrinite ($\text{Na}_8\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบ hexagonal) ดังแสดงในรูปที่ 4.10(ค) ซึ่งได้แสดงสัณฐานวิทยาไว้ในรูปที่ 4.9(ค) นอกจากนี้ ยังมีเฟสของ sodium aluminum silicate hydrate (มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบ orthorhombic) ปะปนอยู่

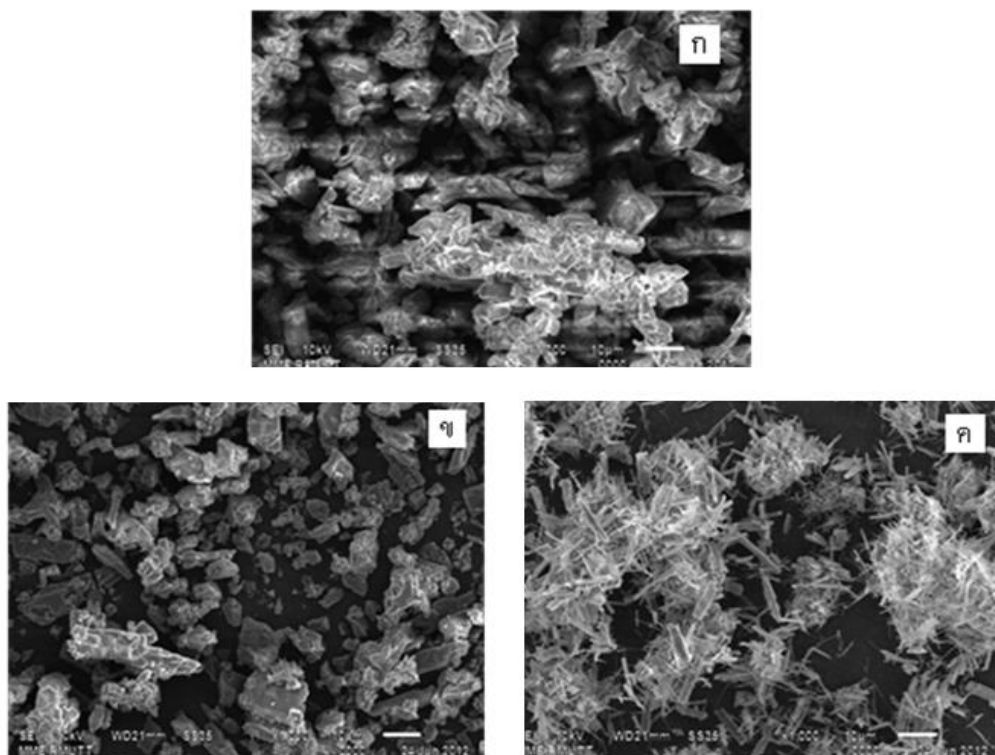


A = albite, C = cristobalite, F = feldspar, H = sodium aluminum silicate hydrate, Q = quartz, R = hydroxycancrinite, S = sodium silicate, T = tridymite, X = sodium aluminum silicate hydroxide

รูปที่ 4. 10 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส

4.1.2.6 พอตเทอริสโตนที่ตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

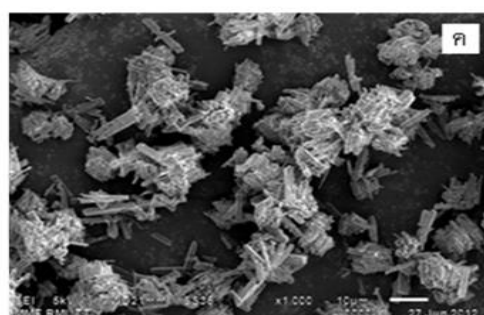
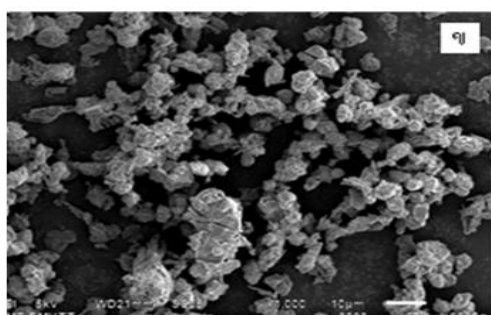
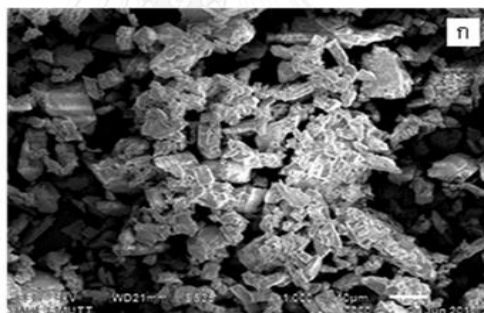
รูปที่ 4.11 แสดงสัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส ซึ่งได้ตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดภายใต้กำลังขยาย 1,000 เท่า และจากการตรวจสอบ พบว่า พอตเทอริสโตนที่ได้มีสัณฐานวิทยาไปในทำนองเดียวกับที่ได้ตัดแปรเป็นเวลา 8 ชั่วโมง กล่าวคือ ที่อุณหภูมิ 60 และ 80 องศาเซลเซียส พบการเกาะกลุ่มของอนุภาคที่มีรูปแบบและขนาดไม่คงที่แน่นอนจนเช่นกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.11(ก) และ 4.11(ข) ตามลำดับ ในขณะที่พอตเทอริสโตนที่ถูกตัดแปรที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ยังแสดงสัณฐานของผลึกรูปเข็มของ hydroxycancrinite ดังแสดงในรูปที่ 4.11(ค)



รูปที่ 4. 11 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส

4.1.2.7 พอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

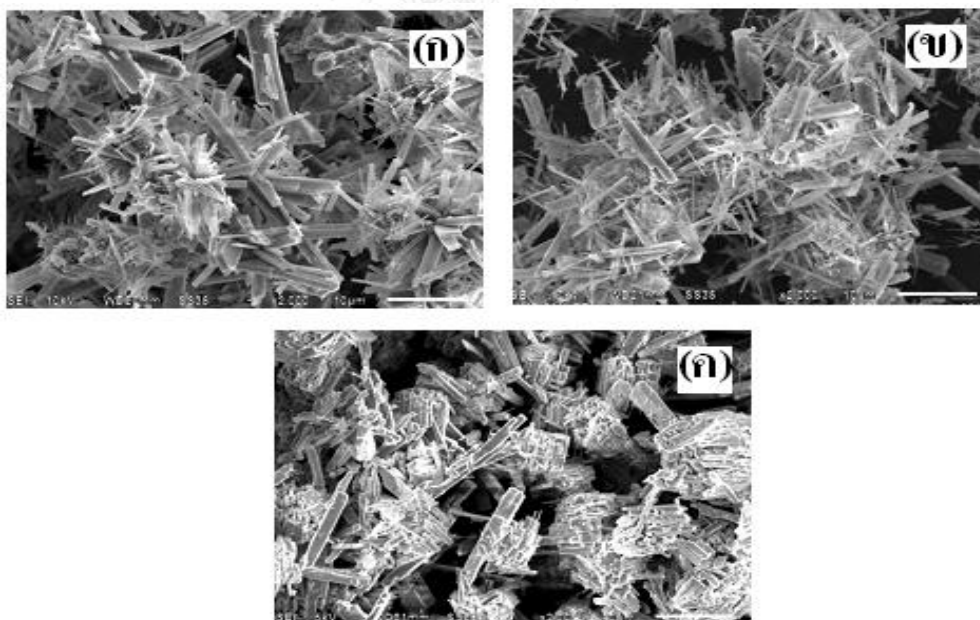
รูปที่ 4.12 แสดงสัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส ซึ่งได้ตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 1,000 เท่า และจากการตรวจสอบ พบว่า พอตเทอริสโตนที่ได้มีสัณฐานวิทยาไปในทำนองเดียวกับที่ทำการดัดแปรเป็นเวลา 8 และ 12 ชั่วโมง กล่าวคือ ที่อุณหภูมิ 60 และ 80 องศาเซลเซียส พบการเกาะกลุ่มของอนุภาคที่มีรูปแบบและขนาดไม่คงที่แน่นอน ดังแสดงในรูปที่ 4.12(ก) และ 4.12(ข) ตามลำดับ ขณะที่พอตเทอริสโตนที่ถูกดัดแปรที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ยังมีสัณฐานผลึกเป็นรูปแท่งเส้นใยหรือรูปเข็มของ hydroxycancrinite ดังแสดงในรูปที่ 4.12(ค) อย่างไรก็ตาม ยังสังเกตได้ว่าอนุภาคที่ได้มีขนาดเล็กลง รวมทั้งมีการเกาะกลุ่มลดลง โดยเฉพาะผลึกของ hydroxycancrinite ที่มีความสมบูรณ์น้อยกว่าที่ได้ดัดแปรเป็นเวลา 8 และ 12 ชั่วโมง



รูปที่ 4. 12 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส

4.1.2.8 สัณฐานวิทยาของ hydroxycancrinite

รูปที่ 4.13 แสดงสัณฐานวิทยาของ hydroxycancrinite ที่สังเคราะห์จากการตัดแปรพอตเทอริสไตน์โดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8, 12 และ 24 ชั่วโมง ซึ่งตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดภายใต้กำลังขยาย 2,000 เท่า จากการทดลอง พบว่า สามารถสังเคราะห์ hydroxycancrinite จากพอตเทอริสไตน์โดยใช้สารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เท่านั้น (60 และ 80 องศาเซลเซียส ไม่เกิด) ไม่ว่าจะใช้เวลาในการตัดแปร 8, 12 หรือ 24 ชั่วโมง ซึ่งเป็นภาวะที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่าง Si, Al, O และ Na ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่สามารถเปลี่ยนจากเฟส tridymite, albite, cristobalite และ quartz เป็นเฟสของ hydroxycancrinite ซึ่งจากรูปที่ 4.13(ค) พบว่า การใช้เวลาในการตัดแปร 24 ชั่วโมง ทำให้ได้ hydroxycancrinite ที่มีสัณฐานเป็นแท่งเส้นใยหรือรูปเข็มที่ไม่สมบูรณ์เท่าที่ตัดแปรเป็นเวลา 8 และ 12 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.13(ก) และ 4.13(ข) ตามลำดับ เนื่องจากใช้เวลาในการตัดแปรเป็นเวลานานเกินไป

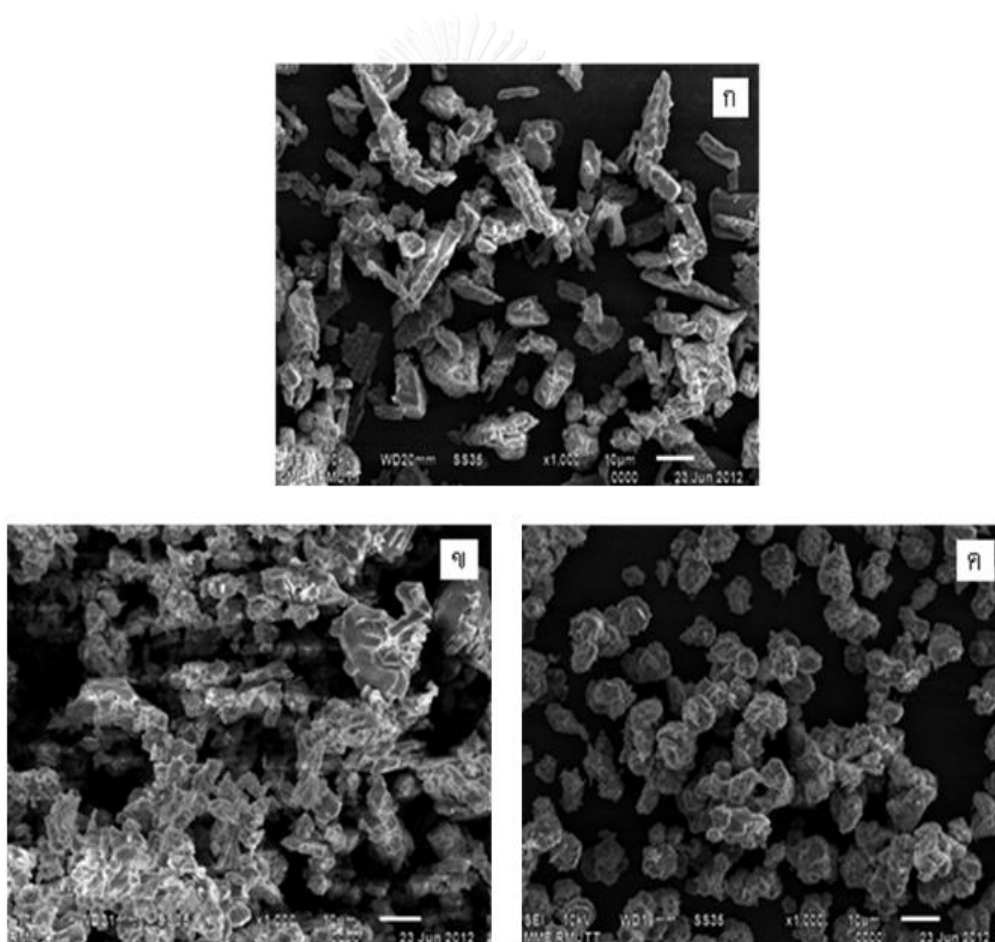


รูปที่ 4. 13 สัณฐานวิทยาของ hydroxycancrinite ที่สังเคราะห์จากพอตเทอริสไตน์โดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 8 ชั่วโมง, (ข) 12 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง

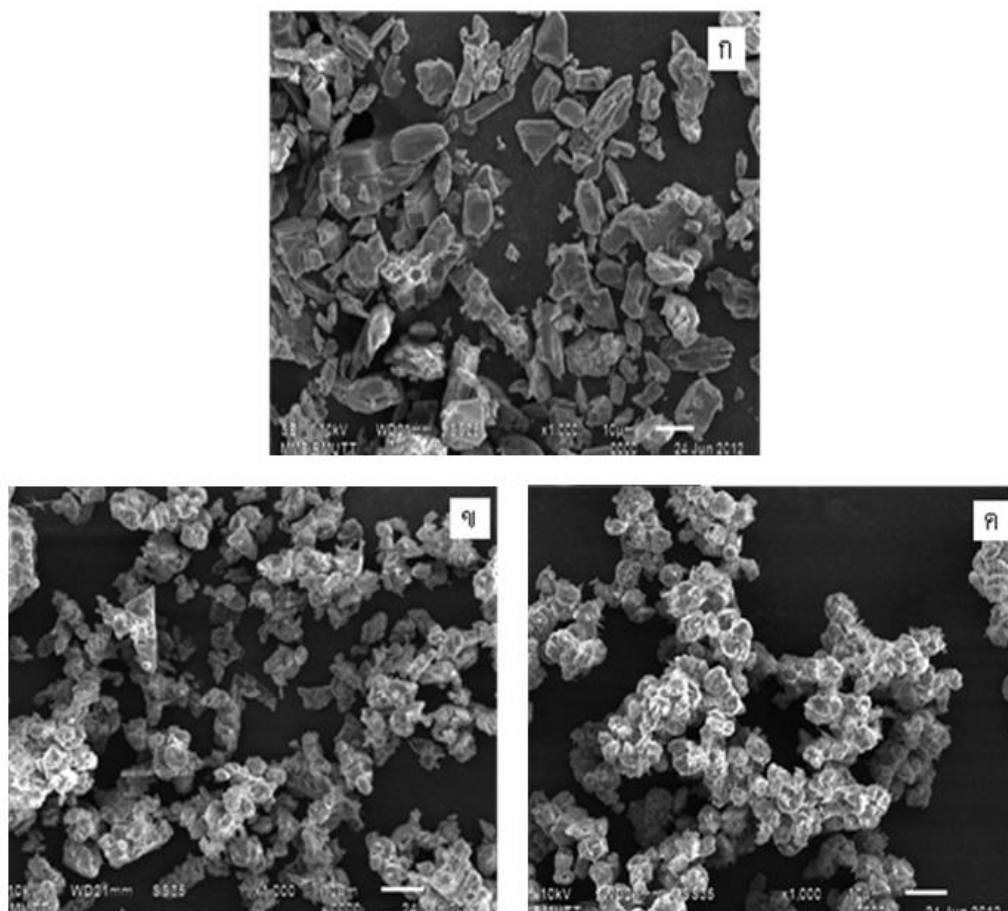
4.1.2.9 พอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M เป็นเวลา 8 และ 12 ชั่วโมง

4.1.2.9.1 สัณฐานวิทยา

รูปที่ 4.14 และ 4.15 แสดงสัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ได้ดัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M เป็นเวลา 8 และ 12 ชั่วโมง ตามลำดับ ที่อุณหภูมิ 60, 80 และ 120 องศาเซลเซียส ซึ่งตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 1,000 เท่า



รูปที่ 4. 14 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส

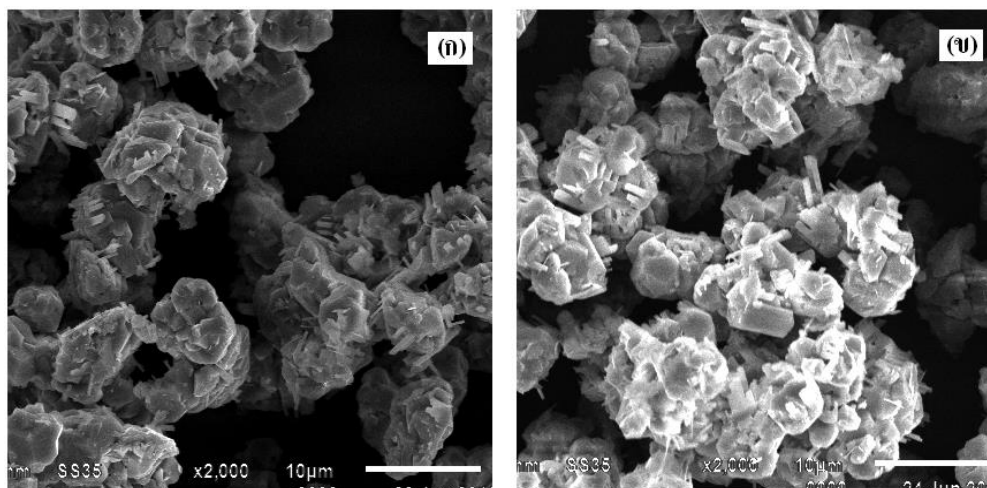


รูปที่ 4. 15 สัณฐานวิทยาของพोटเทอริสโตนที่ตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.14 และ 4.15 พบว่า สัณฐานวิทยาของพोटเทอริสโตนเปลี่ยนแปลงไปตามอุณหภูมิที่ใช้ในการตัดแปรเช่นเดียวกัน โดยการตัดแปรที่อุณหภูมิ 60 และ 80 องศาเซลเซียส ทำให้อนุภาคเกาะกลุ่มกันมีขนาดและรูปร่างไม่แน่นอน แต่มีการเกาะกลุ่มเบาบางลง ทั้งนี้เป็นเพราะภาวะที่ใช้ในการตัดแปรมีความรุนแรงมากขึ้น ทำให้พोटเทอริสโตนละลายในสารละลาย NaOH ได้มากขึ้น ในขณะที่การตัดแปรที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส กลับพบพोटเทอริสโตนที่มีสัณฐานค่อนข้างกลมขนาดเล็กๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.14(ค) และ 4.15(ค)

รูปที่ 4.16 แสดงสัณฐานวิทยาของอนุภาคที่ได้จากการตัดแปรพोटเทอริสโตนด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M เป็นเวลา 8 และ 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส

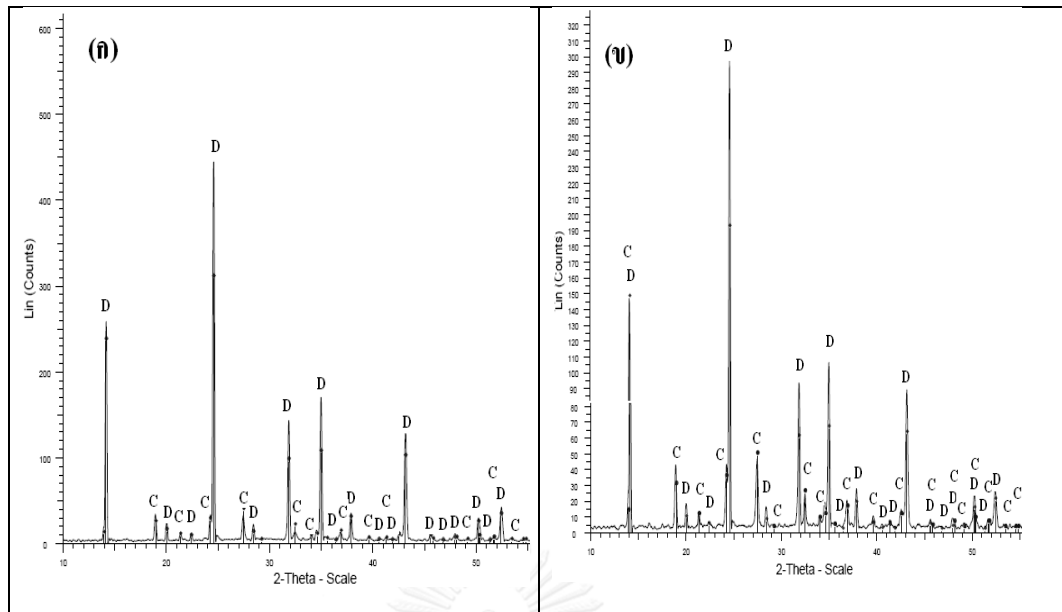
ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า ซึ่งพบว่าพอตเทอริสโตนที่ได้มีสัณฐานเป็นทรงกลมที่มีผลึกรูปเข็มของ hydroxycancrinite ยื่นออกมา



รูปที่ 4. 16 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 8 ชั่วโมง และ (ข) 12 ชั่วโมง

4.1.2.9.2 องค์ประกอบและโครงสร้างผลึก

รูปที่ 4.17 แสดง XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมของพอตเทอริสโตนที่ตัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 และ 12 ชั่วโมง ซึ่งพบเฟส sodalite ($\text{Na}_8\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_2$) ที่มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบ cubic และ hydroxycancrinite ซึ่งให้ผลสอดคล้องกับสัณฐานวิทยาที่แสดงในรูปที่ 4.16 โดย sodalite เป็นโครงสร้างผลึกระดับไมโครที่เกิดจากผลึกที่มีลักษณะเป็นแผ่นหรือใบมีด (blade-shape) รวมกลุ่มกันเป็นทรงกลม (lepisphere) ที่มีความพรุนตัว และมีผลึกรูปเข็มเล็กๆ ของ cancrinite ที่เป็น hexagonal อยู่ใน lepisphere ที่เกิดขึ้น [50] ทั้งนี้เนื่องจากการเกิดการเปลี่ยนเฟส (phase transformation) จาก sodalite เป็น hydroxycancrinite [51]

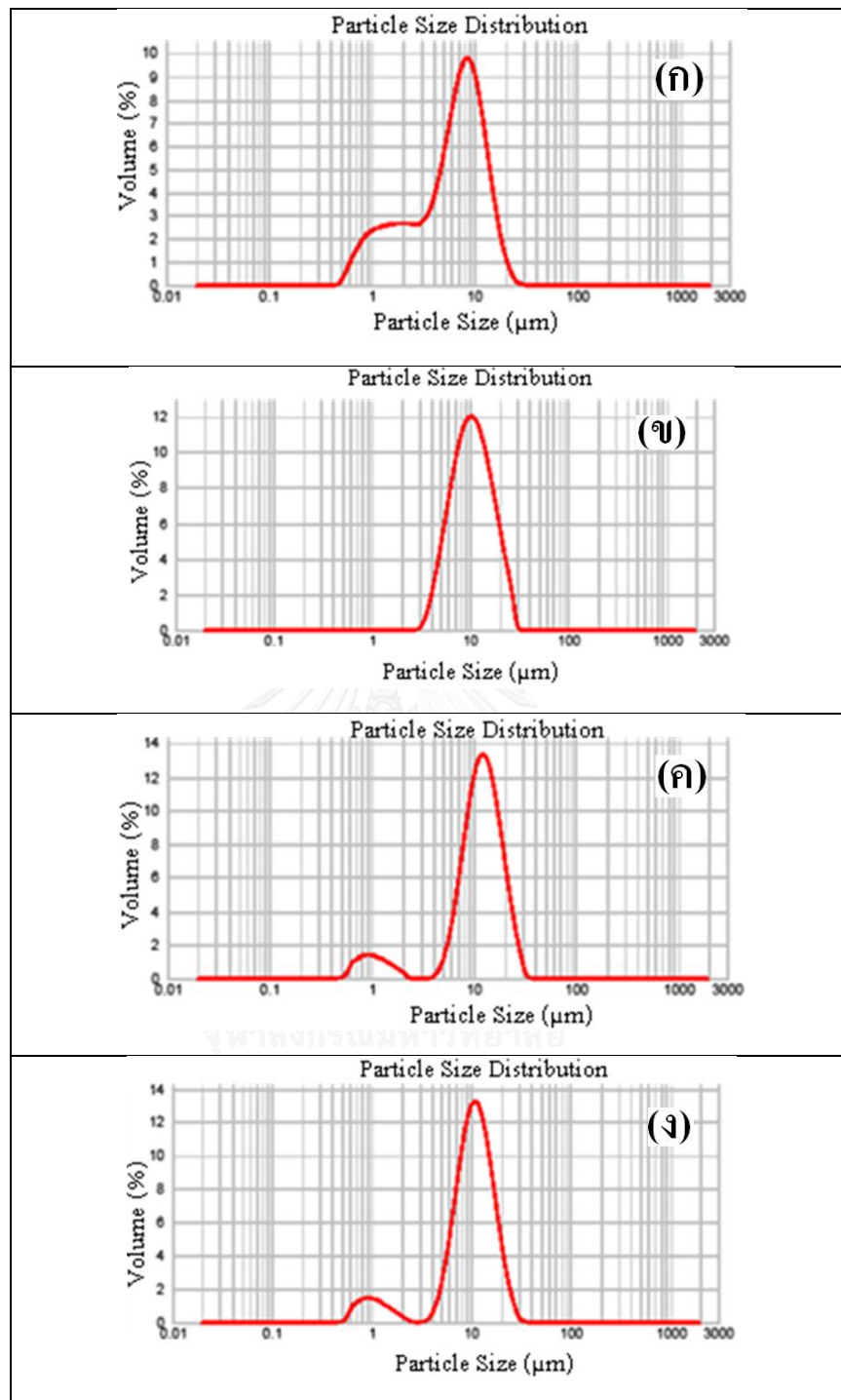


C = hydroxycancrinite, D = sodalite

รูปที่ 4. 17 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 8 ชั่วโมง และ (ข) 12 ชั่วโมง

4.1.3 ขนาดอนุภาค

ผลการตรวจสอบขนาดอนุภาคของพอดเทอริสโตนที่ผ่านและไม่ผ่านการตัดแปรด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคโดยเทคนิคกระเจิงแสงแสดงไว้ในรูปที่ 4.18 และค่าที่ได้สรุปไว้ในตารางที่ 4.1 โดยพอดเทอริสโตนที่ไม่ผ่านการตัดแปรมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.5–26.3 μm ซึ่งมีการกระจายขนาดค่อนข้างกว้าง และกราฟที่ได้มีลักษณะเป็น bimodal โดยมีการกระจายขนาดอนุภาคเป็น 2 กลุ่ม ซึ่งกลุ่มแรกมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.5–3 μm และกลุ่มที่สองมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 3–26.3 μm ดังแสดงในรูปที่ 4.18(ก) โดยมีอนุภาคเฉลี่ย 3.3 μm และจากรูปที่ 4.18(ข) พบว่าอนุภาคของ analcime ที่ได้จากการตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง มีการกระจายขนาดอนุภาคแคบที่สุด โดยมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 2.9–26.3 μm และมีอนุภาคเฉลี่ย 9.2 μm ส่วน analcime ที่ได้จากการตัดแปรเป็นเวลา 12 ชั่วโมง มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.5–26.3 μm โดยกราฟมีลักษณะเป็น bimodal โดยกลุ่มแรกมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.5–2 μm และกลุ่มที่สองมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 4–26.3 μm ดังแสดงในรูปที่ 4.18(ค) และมีอนุภาคเฉลี่ย 5.8 μm สำหรับ analcime ที่ได้จากการตัดแปรเป็นเวลา 24 ชั่วโมง มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.5–30.2 μm โดยกราฟมีลักษณะเป็น bimodal เช่นเดียวกันโดยกลุ่มแรกมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.5–3 μm และกลุ่มที่สองมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 3–30.2 μm ดังแสดงในรูปที่ 4.18(ง) และมีอนุภาคเฉลี่ย 5.4 μm นอกจากนี้ จากรูปที่ 4.8 แสดงให้เห็นว่า อนุภาค analcime ไม่ได้อยู่ในรูปของผลึกเดี่ยว หากแต่มีผลึกเล็กๆ ของ analcime มาเติบโตบนผลึกเดิมของ analcime ดังนั้น การกระจายขนาดอนุภาคที่ได้อาจมีค่าค่อนข้างกว้าง



รูปที่ 4. 18 การกระจายขนาดอนุภาคของพอลิเอทิลีนไกล์คอลที่ (ก) ไม่ผ่านการตัดแปรร, (ข-ง) ผ่านการตัดแปรรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8, 12 และ 24 ชั่วโมง ตามลำดับ

ตารางที่ 4. 1 ผลการตรวจขนาดอนุภาคของพอตเทอริสโตนทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านการดัดแปร โดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M ที่ อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8, 12 และ 24 ชั่วโมง

เวลาการดัดแปร (ชั่วโมง)	พื้นที่ผิว จำเพาะเฉลี่ย (m ² /g)	ขนาด อนุภาค เฉลี่ย (μ m)	ขนาดอนุภาค เฉลี่ยเชิงปริมาตร (μ m)	การกระจาย ขนาดอนุภาค (μ m)
0	1.8	3.3	6.9	0.5–26.3
8	0.6	9.2	11.3	2.9–26.3
12	1.3	5.8	12.0	0.5–26.3
24	1.1	5.4	10.7	0.5–30.2

4.1.4 ร้อยละผลได้ (%Yield)

การนำพอตเทอริสโตนมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการดัดแปรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ที่ความเข้มข้น เวลาและอุณหภูมิในการดัดแปรต่างๆ กัน พบว่า เมื่อดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ที่ความเข้มข้น 2, 4 และ 6M ทำให้ร้อยละผลได้ที่ได้ในแต่ละความเข้มข้นมีค่าไม่แตกต่างกันมากนักไม่ว่าจะใช้เวลาและอุณหภูมิในการดัดแปรแตกต่างกัน โดยพอตเทอริสโตนที่ผ่านการดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2, 4 และ 6 M มีค่าร้อยละผลได้เฉลี่ยเท่ากับ 75, 67.5 และ 40.6 ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าร้อยละผลได้ของพอตเทอริสโตนดัดแปรมีค่าลดลงตามความเข้มข้นของสารละลาย NaOH ที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเฟสต่างๆ เช่น tridymite, cristobalite, quartz และ albite ยังคงเสถียรในสารละลาย NaOH ที่มีความเข้มข้นต่ำ และเมื่อภาวะของการดัดแปรเพิ่มความรุนแรงขึ้น เฟสต่างๆ ที่เกิดขึ้นมีแนวโน้มลดลงโดยการละลายในสารละลาย NaOH ที่มีความเข้มข้นสูงได้มากขึ้น จึงทำให้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ลดลง

4.1.5 การวิเคราะห์ผลการตัดแปรพอตเทอริสโตน

จากการตัดแปรพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ภายใต้ภาวะการตัดแปรต่างๆ พบว่า การตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ทำให้พอตเทอริสโตนตัดแปรที่ได้มีเฟสหลักเป็น analcime ที่มีความบริสุทธิ์สูง อีกทั้งยังแสดงรูปแบบผลึกที่มีลักษณะเฉพาะเด่นชัด คือ isometric trapezohedron ซึ่งสามารถเตรียมได้ภายใต้ภาวะที่ไม่รุนแรง และใช้เวลาในการตัดแปรน้อยที่สุด ทำให้สิ้นเปลืองพลังงานในการตัดแปรต่ำที่สุด รวมทั้งให้ปริมาณร้อยละผลได้ค่อนข้างสูง (~ 75%) นอกจากนี้ ยังมีโครงสร้างที่น่าสนใจอีกโครงสร้างหนึ่ง คือ hydroxycrancinite ซึ่งมีรูปแบบผลึกเป็นแท่งเข็ม หากแต่ต้องใช้ภาวะในการเตรียมที่รุนแรงมากกว่า คือ ใช้สารละลาย NaOH ความเข้มข้นเพิ่มเป็น 4 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ดังที่ได้กล่าวมาแล้ว ซึ่งจะทำให้ reactor มีอายุการใช้งานสั้นลง และมีร้อยละผลได้ต่ำกว่า (~ 67.5%) รวมทั้งผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความไม่สม่ำเสมอแน่นอน ส่วนการตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6M จะได้ผลึกที่มีลักษณะผสมที่ไม่แน่นอน อีกทั้งยังเป็นภาวะที่มีความรุนแรง และมีร้อยละผลได้ต่ำที่สุด (~ 40.6%) ดังนั้น จึงได้เลือก analcime ที่เตรียมจากการตัดแปรพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ไปศึกษาความเป็นไปได้ในการนำไปใช้เป็นสารก่อก่อผลึกสำหรับพอลิโพรพิลีนต่อไป

4.2 การใช้ analcime เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกสำหรับพอลิโพรพิลีน

4.2.1 การวิเคราะห์โครงสร้างและลักษณะผลึกของพอลิโพรพิลีน

4.2.1.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)

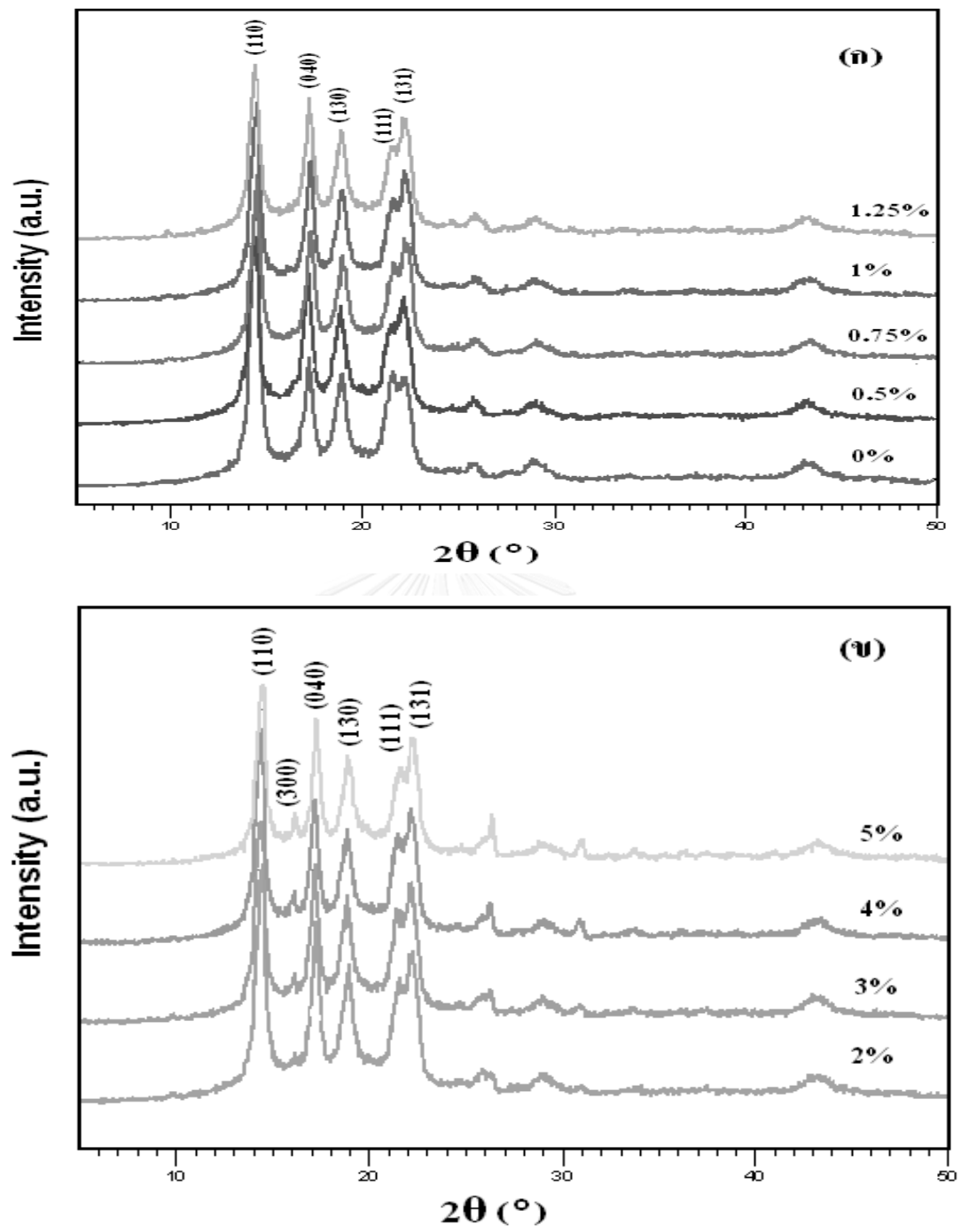
รูปที่ 4.19 แสดง XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0–5% โดยน้ำหนัก เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึก ซึ่งจากรูป พบว่า XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของพอลิโพรพิลีนที่ไม่ได้ใส่ analcime (0%) ปรากฏ 5 พีค ที่มีความเข้มสูงที่ตำแหน่ง $2\theta = 14.1, 16.9, 18.8, 20.9$ และ 21.8° ซึ่งเป็นพีคของระนาบ (110), (040), (130), (131) และ (111) ตามลำดับ ของโครงสร้างผลึกแบบแอลฟา (α) ในระบบ monoclinic ของพอลิโพรพิลีน แสดงว่าพอลิโพรพิลีนที่ไม่ใส่ analcime มีโครงสร้างเป็น α -monoclinic เท่านั้น และถึงแม้ได้ใส่ analcime ปริมาณ 0.5, 0.75, 1 และ 1.25% โดยน้ำหนัก ก็ยังคงแสดงโครงสร้างผลึกที่เป็น α -monoclinic ดังแสดงในรูปที่ 4.19(ก) เนื่องจากไม่ปรากฏพีคที่ตำแหน่ง $2\theta = 16.1^\circ$ ซึ่งเป็นพีคของระนาบ (300) ของผลึกแบบบีตา (β) ในระบบ hexagonal ของพอลิโพรพิลีน [1,6,18,26] อย่างไรก็ตาม เมื่อใส่ analcime ปริมาณ 2–5% โดยน้ำหนัก พบว่า ปรากฏพีคที่ตำแหน่ง $2\theta = 16.1^\circ$ เพิ่มเข้ามา ดังแสดงในรูปที่ 4.19(ข) ซึ่งแสดงว่ามีรูปผลึกทั้งแบบแอลฟาและแบบบีตาในขั้นตอนทดสอบของพอลิโพรพิลีน และเมื่อคำนวณหาปริมาณผลึกแบบบีตาจากต่อไป (สมการที่ 2.1)

$$K\beta = \frac{H\beta}{[H\beta + (H\alpha_1 + H\alpha_2 + H\alpha_3)]} \times 100$$

เมื่อ $H\beta$ คือ ความสูงของ β diffraction peak ที่มุม $2\theta = 16.1^\circ$

$H\alpha_1, H\alpha_2$ และ $H\alpha_3$ คือ ความสูงของ α diffraction peak ที่มุม $2\theta = 14.1, 16.9$ และ 18.8° ตามลำดับ

ผลที่ได้จากการคำนวณแสดงไว้ในตารางที่ 4.2 พบว่า ปริมาณผลึกแบบบีตาของพอลิโพรพิลีนที่เกิดจากการใส่ analcime เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกมีค่าไม่สูงมากนัก กล่าวคือ มีค่าอยู่ในระดับประมาณ 10% เท่านั้น



รูปที่ 4. 19 XRD ดิฟแฟรคโทแกรมของพอลิไพร์โรลที่ใส่ analcime (ก) 0–1.25% และ (ข) 2–5%

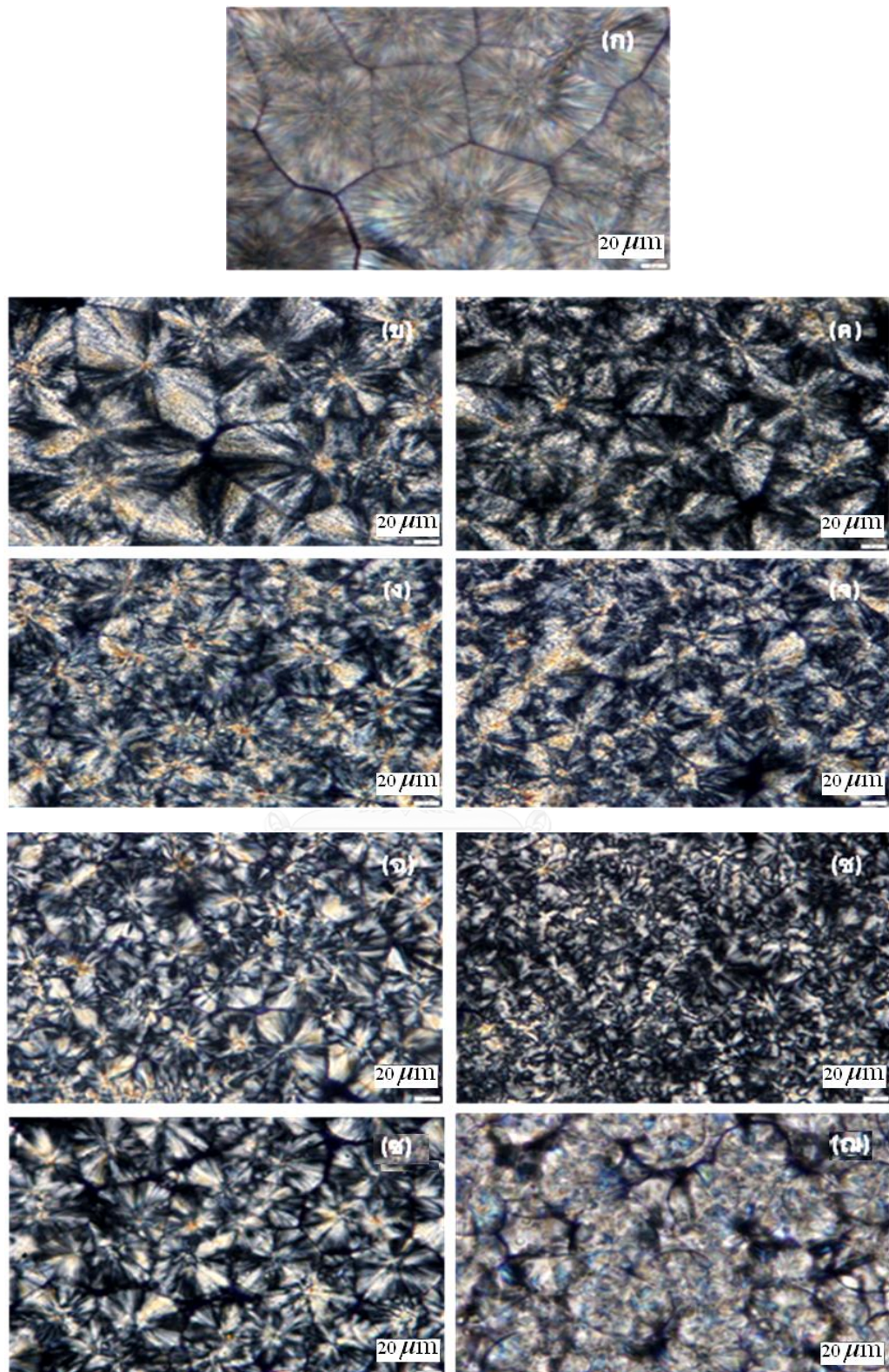
ตารางที่ 4. 2 ปริมาณผลึกแบบปีตาของพอลิโพรพิลีนเมื่อใช้ analcime เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึก

Analcime content (%)	H β	H α_1	H α_2	H α_3	K β
0.5	-	-	-	-	-
0.75	-	-	-	-	-
1	-	-	-	-	-
1.25	-	-	-	-	-
2	340	1064	1079	786	0.104
3	349	1248	1029	802	0.101
4	365	1381	946	759	0.105
5	362	1153	944	723	0.11

4.2.1.2 การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์โพลาไรซ์แบบเชิงแสง (POM)

รูปที่ 4.20 แสดง POM ไมโครกราฟของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ

0-5% โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4. 20 POM ไมโครกราฟของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ (ก) 0%, (ข) 0.5%, (ค) 0.75%, (ง) 1%, (จ) 1.25%, (ฉ) 2%, (ช) 3%, (ซ) 4% และ (ฅ) 5% โดยน้ำหนัก

รูปที่ 4.20 (ก) แสดงให้เห็นว่าพอลิโพรพิลีนที่ไม่ใส่ analcime เกิดผลึกที่มีสัญญาณเป็นสเฟียรูไลต์ (spherulite) ที่มีขนาดใหญ่กว่า $100 \mu\text{m}$ และยังสามารถมองเห็นรอยต่อระหว่างสเฟียรูไลต์ได้ชัดเจน และเมื่อใส่ analcime ปริมาณต่างๆ พบว่า สเฟียรูไลต์ที่เกิดขึ้นมีขนาดเล็กลงอย่างเห็นได้ชัด แสดงว่า analcime สามารถทำหน้าที่เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกได้ในเมทริกซ์ของพอลิโพรพิลีน นอกจากนี้ยังมองเห็นรอยต่อระหว่างผลึกสเฟียรูไลต์ได้ไม่ชัดอีกด้วย ซึ่งสเฟียรูไลต์ที่เกิดขึ้นมีความละเอียดมากขึ้นเมื่อใส่ analcime ปริมาณ 1, 1.25 และ 2% โดยน้ำหนักดังแสดงในรูปที่ 4.20(ง-ฉ) ตามลำดับ และเมื่อใส่ analcime ปริมาณ 3% โดยน้ำหนัก พบว่า ผลึกมีขนาดเล็กลงเนื่องจากมีสารก่อนิวเคลียสผลึกเพิ่มขึ้น หากแต่ความสมบูรณ์ของผลึกลดลง ดังแสดงในรูปที่ 4.20(ช) เนื่องจาก analcime ที่มีจำนวนมากอาจขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์ในระหว่างกระบวนการเกิดผลึกและการเติบโตของผลึกพอลิโพรพิลีน อย่างไรก็ตาม เมื่อใส่ analcime ปริมาณ 4 และ 5% โดยน้ำหนัก พบว่า สเฟียรูไลต์มีขนาดใหญ่ขึ้นเนื่องจากเกิดการเกาะกลุ่ม (agglomerate) ของ analcime

ตารางที่ 4.3 แสดงเวลาที่ใช้ในการเกิดสเฟียรูไลต์ที่สมบูรณ์ เมื่อทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์โพลาไรซ์แบบเชิงแสง

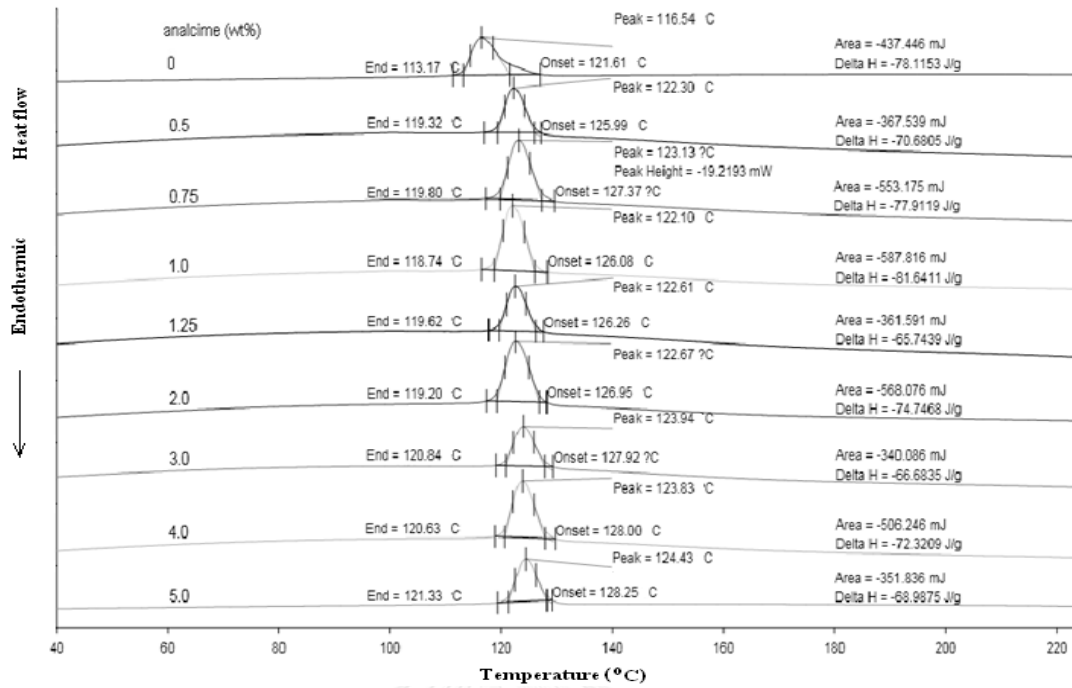
ตารางที่ 4.3 เวลาการเกิดผลึกสเฟียรูไลต์ได้สมบูรณ์ในพอลิโพรพิลีนเมื่อใส่ analcime ปริมาณต่างๆ

ปริมาณ analcime (wt%)	เวลาการเกิดผลึกสเฟียรูไลต์ได้สมบูรณ์ (นาที)
0	60
0.5	60
0.75	30
1	25
1.25	25
2	18
3	17
4	17
5	25

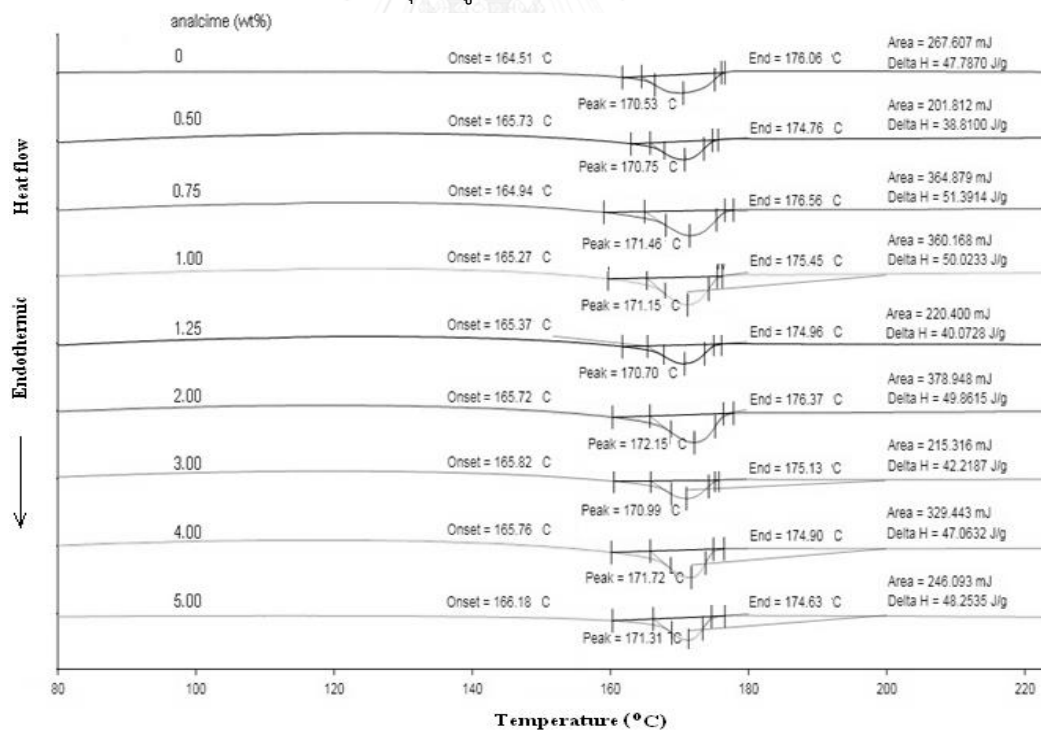
จากตารางที่ 4.3 แสดงให้เห็นว่าการเกิดผลึกสเฟียรูไลต์ได้อย่างสมบูรณ์ของพอลิโพรพิลีนที่ไม่ได้ใส่ analcime ต้องใช้เวลานานมาก (60 นาที) ในขณะที่เวลาการเกิดผลึกสเฟียรูไลต์อย่างสมบูรณ์ของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime มีแนวโน้มลดลงขึ้นกับปริมาณ analcime ที่ใส่เข้าไป โดยเมื่อใส่ analcime ปริมาณ 0.5% เวลาการเกิดผลึกสเฟียรูไลต์อย่างสมบูรณ์ของพอลิโพรพิลีนยังคงเท่าเดิม ซึ่งแสดงว่า analcime ที่ความเข้มข้นนี้ยังทำให้มีจำนวนนิวเคลียสเล็กน้อยมาก จึงไม่สามารถเร่งอัตราการเกิดผลึก (crystallization rate) ของพอลิโพรพิลีนได้ อย่างไรก็ตาม เมื่อใส่ analcime เพิ่มขึ้นเป็น 0.75% พบว่า เวลาที่ทำให้เกิดผลึกสเฟียรูไลต์อย่างสมบูรณ์ลดลงครึ่งหนึ่ง และเมื่อใส่ปริมาณเพิ่มต่อไปอีก เวลาที่ใช้ยิ่งลดลง เนื่องจากมีจำนวนนิวเคลียสผลึกเพิ่มขึ้น ซึ่งพบว่า การใส่ analcime ปริมาณ 2-4% จะใช้เวลาในการเกิดผลึกสเฟียรูไลต์อย่างสมบูรณ์น้อยที่สุด (~ 17 นาที) อย่างไรก็ตาม เมื่อใส่ analcime ปริมาณ 5% พบว่า เวลาที่ทำให้เกิดผลึกอย่างสมบูรณ์กลับเพิ่มขึ้น เป็น 25 นาที ทั้งนี้ อาจเนื่องจากการเกาะกลุ่มของ analcime ทำให้จำนวนนิวเคลียสผลึกลดลง

4.2.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (DSC)

รูปที่ 4.21 และรูปที่ 4.22 แสดง DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0-5% โดยน้ำหนัก ภายหลังจากขั้นตอนการลดอุณหภูมิ (cooling) และการให้ความร้อนครั้งที่ 2 (second heating) ตามลำดับ และสมบัติทางความร้อนที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ได้แก่ อุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature, T_c) อุณหภูมิการหลอมเหลว (melting temperature, T_m) และระดับการเกิดผลึก (degree of crystallinity, X_c) ที่คำนวณจากสมการที่ 3.1 แสดงไว้ในตารางที่ 4.3



รูปที่ 4. 21 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0-5% โดยน้ำหนัก ภายหลังขึ้นทดสอบผ่านขั้นตอนการลดอุณหภูมิ



รูปที่ 4. 22 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0-5% โดยน้ำหนัก ภายหลังขึ้นทดสอบผ่านขั้นตอนการเพิ่มอุณหภูมิครั้งที่ 2

จากรูปที่ 4.21 ซึ่งแสดง DSC เทอร์โมแกรมการลดอุณหภูมิของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0–5% โดยน้ำหนัก พบว่า อุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) ของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ทุกความเข้มข้นมีค่าสูงกว่าอุณหภูมิการเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีนที่ไม่ใส่ analcime ดังแสดงในตารางที่ 4.4 โดยอุณหภูมิการเกิดผลึกเพิ่มขึ้น 5.6–7.4 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการยืนยันว่า analcime สามารถทำหน้าที่เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกได้ เพราะสามารถชักนำให้พอลิโพรพิลีน หลอมเหลวเกิดผลึกที่อุณหภูมิต่ำขึ้น

จากรูปที่ 4.22 ซึ่งแสดง DSC เทอร์โมแกรมการหลอมเหลวเมื่อให้ความร้อนกับชิ้น ทดสอบครั้งที่ 2 ซึ่งพบว่า อุณหภูมิการหลอมเหลว (T_m) ของพอลิโพรพิลีนที่ใส่และไม่ใส่ analcime มีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก ดังแสดงในตารางที่ 4.4 โดยมีค่าอยู่ในช่วง 170.5–172.2 องศาเซลเซียส ดังนั้น การใส่ analcime มีผลทำให้อุณหภูมิการหลอมเหลวของพอลิโพรพิลีนเพิ่มขึ้นอย่างไม่มีนัยสำคัญ

ตารางที่ 4. 4 T_c , T_m และ χ_c ของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0–5% โดยน้ำหนัก

Analcime content (wt%)	T_c (°C)	$-H_c$ (J/g)	T_m (°C)	ΔH_m (J/g)	w	χ_c (%)
0	116.5	78.1	170.5	47.8	1	37.7
0.5	122.3	70.7	170.8	38.8	0.995	34.3
0.75	123.1	77.9	171.5	51.4	0.9925	37.9
1	122.1	81.6	171.2	50.0	0.99	39.8
1.25	122.6	65.7	170.7	40.1	0.9875	32.1
2	122.7	74.7	172.2	49.9	0.98	36.8
3	123.9	66.7	171.0	42.2	0.97	33.2
4	123.8	72.3	171.7	47.1	0.96	36.4
5	124.4	69.0	171.3	48.25	0.95	35.1

จากตารางที่ 4.4 พบว่า ระดับการเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime มีทั้งเพิ่มขึ้นและลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิโพรพิลีนที่ไม่ได้ใส่ analcime ซึ่งมีค่าไม่ต่างกันมากนัก

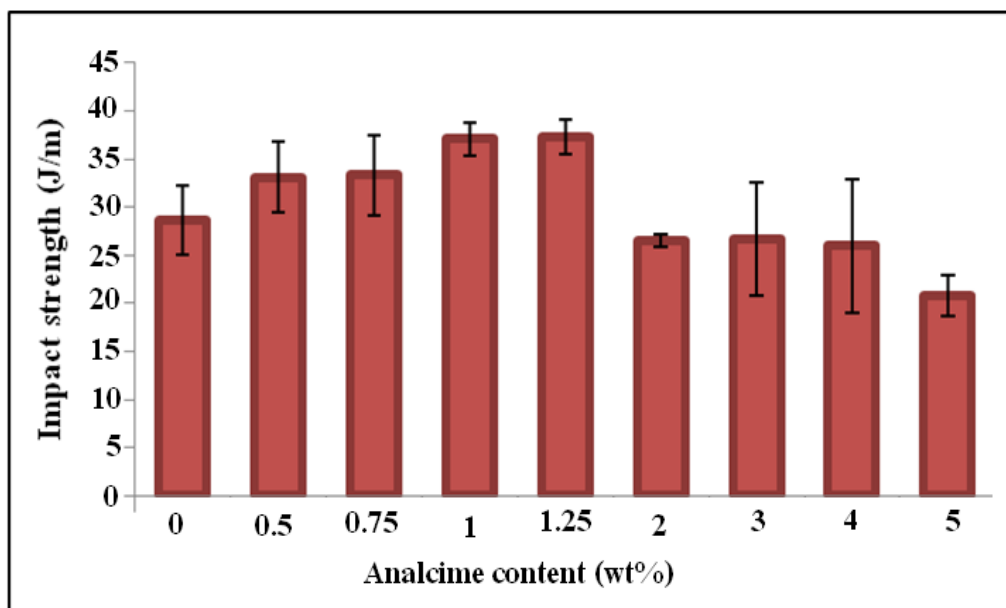
กล่าวคือ อยู่ในช่วง 32.1–39.8% ทั้งนี้อาจเนื่องจากพอลิโพรพิลีนเป็นพอลิเมอร์ที่สามารถเกิดผลึกได้ด้วยตัวเอง โดยไม่ต้องใส่สารก่อนิวเคลียสผลึก หากแต่สเฟียรูไลต์ที่ได้มีขนาดใหญ่ ดังนั้น analcime ที่ใส่เข้าไปจึงทำหน้าที่เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกโดยทำให้ผลึกที่ได้มีขนาดเล็กลงและช่วยเพิ่มอัตราเร็วของการเกิดผลึกอีกด้วย ดังที่ได้กล่าวมาแล้ว

4.2.3 การทดสอบสมบัติเชิงกล

รูปที่ 4.23–4.26 และตารางที่ 4.5 แสดงผลการทดสอบความทนแรงกระแทก และสมบัติด้านความทนแรงดึง (ความทนแรงดึง, ยั่งส์มอดุลัส และการยืดตัว ณ จุดขาด) ของพอลิโพรพิลีนที่ใส่และไม่ใส่ analcime เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกที่ความเข้มข้นต่างๆ

4.2.3.1 ความทนแรงกระแทก

จากการทดสอบหาค่าความทนแรงกระแทกแบบ Izod (notch) พบว่า พอลิโพรพิลีนที่ไม่ใส่ analcime มีค่าความทนแรงกระแทกเท่ากับ 28.6 J/m และพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime 0.5–5% โดยน้ำหนัก มีความทนแรงกระแทกเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ analcime ที่เพิ่มขึ้นจนถึง 1.25% โดยน้ำหนัก ซึ่งทำให้มีความทนแรงกระแทกสูงที่สุด (37.3 J/m) และเมื่อใส่ analcime เพิ่มขึ้น (2-5% โดยน้ำหนัก) พบว่า ความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนกลับมีแนวโน้มลดลง และมีค่าต่ำกว่าของพอลิโพรพิลีนที่ไม่ใส่ analcime ซึ่งการที่ความทนแรงกระแทกมีค่าเพิ่มขึ้นจนถึงค่าสูงที่สุด เนื่องจาก analcime ได้ทำหน้าที่เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกให้ กับพอลิโพรพิลีน โดยช่วยส่งเสริมให้พอลิโพรพิลีนเกิดโครงสร้างสเฟียรูไลต์ขนาดเล็กที่สามารถดูดซับและกระจายพลังงานระหว่างสเฟียรูไลต์ได้ดีกว่าโครงสร้างสเฟียรูไลต์ที่มีขนาดใหญ่ และสาเหตุของการที่ความทนแรงกระแทกมีค่าลดลงอาจเนื่องจากอนุภาคของ analcime ที่เพิ่มขึ้นได้ขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่โพลิเมอร์ของพอลิโพรพิลีน ทำให้ชิ้นงานมีความเปราะมากขึ้น นอกจากนี้ สเฟียรูไลต์ที่เกิดขึ้นมีความไม่สมบูรณ์และมีโครงสร้างผลึกไม่สม่ำเสมอ โดยมีผลึกแบบแอลฟาและบีตาปะปนกันทำให้มีขอบเขตแยกจากกันเปรียบเสมือนเป็นความบกพร่องที่เกิดภายในชิ้นงาน ซึ่งมีผลทำให้ความสามารถในการส่งผ่านหรือการกระจายพลังงานระหว่างสเฟียรูไลต์ลดลง



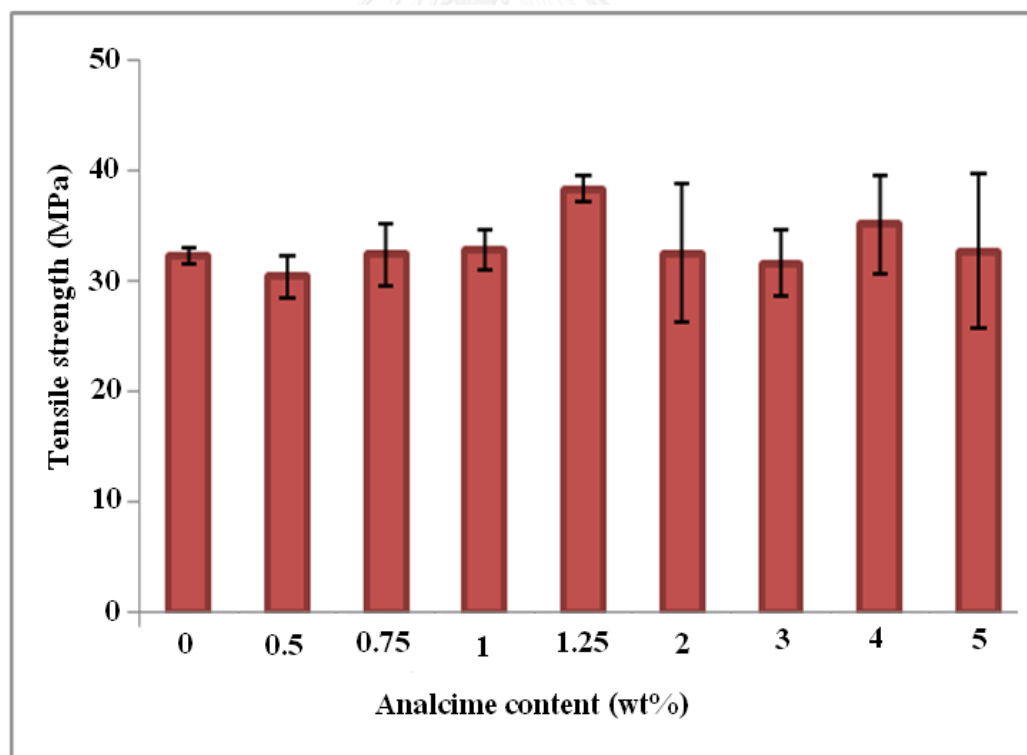
รูปที่ 4. 23 ความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0-5% โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 4. 5 สมบัติเชิงกลของพอลิโพรพิลีนที่เติม analcime ปริมาณ 0-5% โดยน้ำหนัก

Analcime content (wt%)	Impact strength (J/m)	Tensile strength (MPa)	Young' modulus (MPa)	Elongation at break (%)
0	28.6 ± 3.5	32.2 ± 0.7	1214.6 ± 82.6	12.4 ± 2.6
0.5	33.1 ± 3.7	30.4 ± 1.9	1397.8 ± 79.8	6.6 ± 0.7
0.75	33.3 ± 4.1	32.4 ± 2.8	1715.6 ± 83.2	3.4 ± 0.6
1	37.0 ± 1.7	32.8 ± 1.9	1803.6 ± 43.9	3.7 ± 0.5
1.25	37.3 ± 1.8	38.3 ± 1.2	1862.5 ± 70.7	4.4 ± 1.0
2	26.5 ± 0.7	32.5 ± 6.3	1950.7 ± 46.4	3.3 ± 1.3
3	26.7 ± 5.8	31.6 ± 3.0	1843.7 ± 50.5	3.1 ± 0.8
4	25.9 ± 6.9	35.1 ± 4.4	1944.3 ± 73.1	4.1 ± 1.3
5	20.8 ± 2.1	32.7 ± 7.0	1911.5 ± 78.6	4.1 ± 1.7

4.2.3.2 ความทนแรงดึง

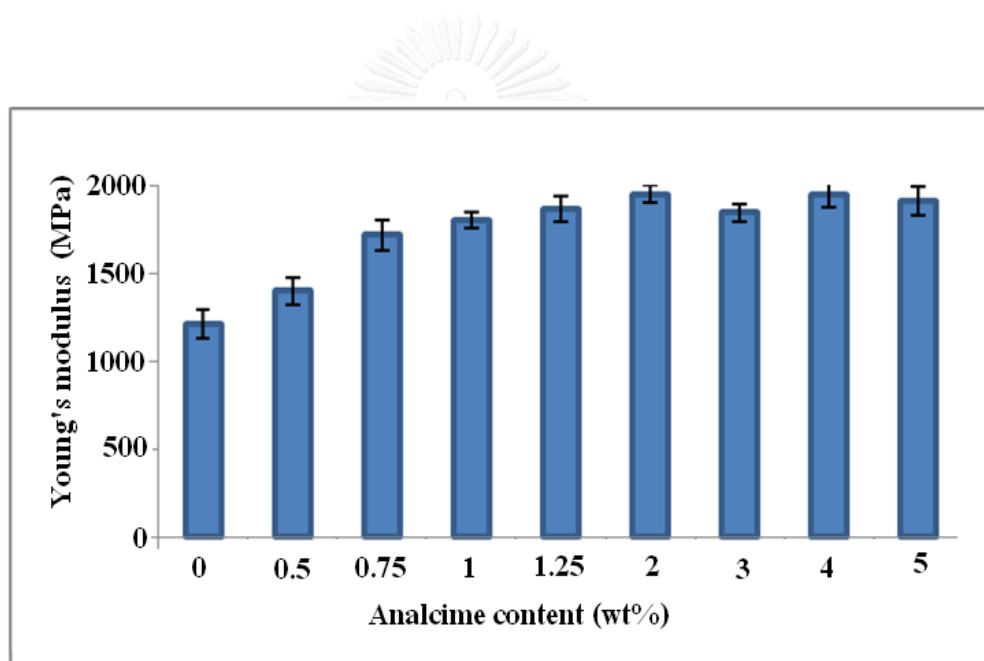
รูปที่ 4.24 แสดงผลของการใส่ analcime ในปริมาณ 0–5% โดยน้ำหนัก ต่อความทนแรงดึงของพอลิโพรพิลีนเปรียบเทียบกับที่ไม่ได้ใส่ analcime และค่าความทนแรงดึงได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.5 ซึ่งพบว่า พอลิโพรพิลีนที่ไม่ใส่ analcime มีค่าความทนแรงดึงเท่ากับ 32.2 MPa และพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0.5–1% มีค่าความทนแรงดึงไม่เปลี่ยนแปลงไปมากนัก กล่าวคือ มีค่าอยู่ในช่วง 30.4–32.8 MPa หากแต่ เมื่อใส่ analcime ปริมาณ 1.25% พบว่า ความทนแรงดึงของพอลิโพรพิลีนเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดและมีค่าสูงที่สุด คือ 38.3 MPa ซึ่งแสดงถึงประสิทธิภาพของ analcime ในการเป็นสารก่อนิวเคลียสผลึก โดยผลที่ได้สอดคล้องกับการทดสอบความทนแรงกระแทกที่มีค่าสูงที่สุดเมื่อใส่ analcime ปริมาณ 1.25% นอกจากนี้ เมื่อใส่ analcime เพิ่มมากขึ้น พบว่า ความทนแรงดึงมีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย ก็ด้วยเหตุผลดังที่ได้กล่าวมาแล้ว



รูปที่ 4. 24 ความทนแรงดึงของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0–5% โดยน้ำหนัก

4.2.3.3 ยั่งส์มอดุลัส

รูปที่ 4.25 แสดงผลของการใส่ analcime ในปริมาณ 0–5% โดยน้ำหนัก ต่อยั่งส์มอดุลัสของพอลิโพรพิลีนเปรียบเทียบกับที่ไม่ได้ใส่ analcime และค่ายั่งส์มอดุลัสได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.5 ซึ่งพบว่า พอลิโพรพิลีนที่ไม่ใส่ analcime มียั่งส์มอดุลัสเท่ากับ 1214.6 MPa และพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ทุกๆ ความเข้มข้นมีค่ายั่งส์มอดุลัสสูงกว่าที่ไม่ใส่ analcime อย่างเห็นได้ชัด โดยมีค่าอยู่ในช่วง 1397.8–1950.7 MPa ทั้งนี้เนื่องจากอนุภาคของ analcime มีความแข็งตึง และโมเลกุลของพอลิโพรพิลีนจัดเรียงตัวอย่างเสถียรอยู่ใน สเฟียร์รูไลต์ จึงทำให้เปลี่ยนแปลงรูปร่างได้ยากเมื่อได้รับแรงดึง นอกจากนี้ การมีผลึกจำนวนมากยังขัดขวางการเคลื่อนไหวยของสายโซ่โมเลกุลของพอลิโพรพิลีนอีกด้วย

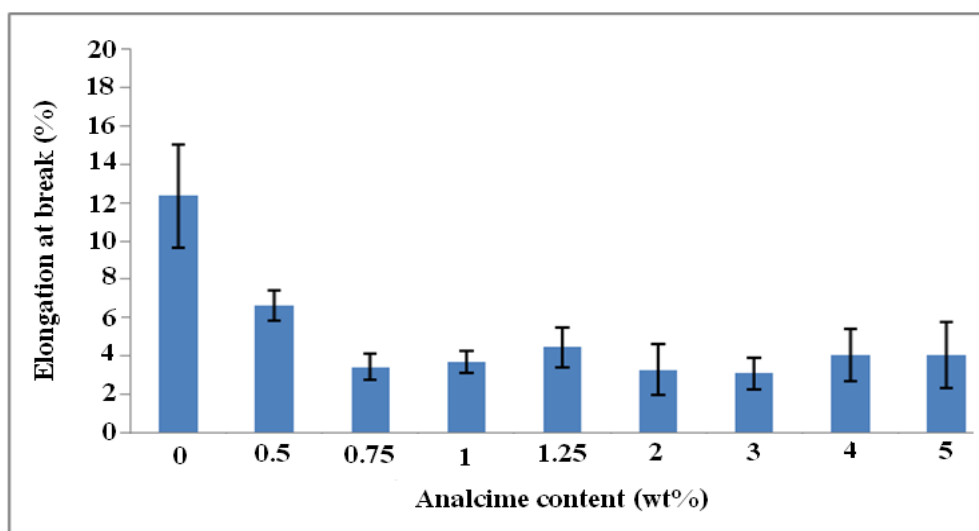


รูปที่ 4. 25 ยั่งส์มอดุลัสของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0–5% โดยน้ำหนัก

4.2.3.4 การยึดตัว ณ จุดขาด

รูปที่ 4.26 แสดงผลของการใส่ analcime ในปริมาณ 0–5% โดยน้ำหนัก ต่อการยึดตัว ณ จุดขาดของพอลิโพรพิลีนเปรียบเทียบกับที่ไม่ใส่ analcime และค่าการยึดตัว ณ จุดขาดได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.6 ซึ่งพบว่า พอลิโพรพิลีนที่ไม่ใส่ analcime มีการยึดตัว ณ จุดขาดเท่ากับ 12.4% และพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ทุกๆ ความเข้มข้นมีค่าการยึดตัว ณ จุดขาดต่ำกว่าที่ไม่ใส่ analcime

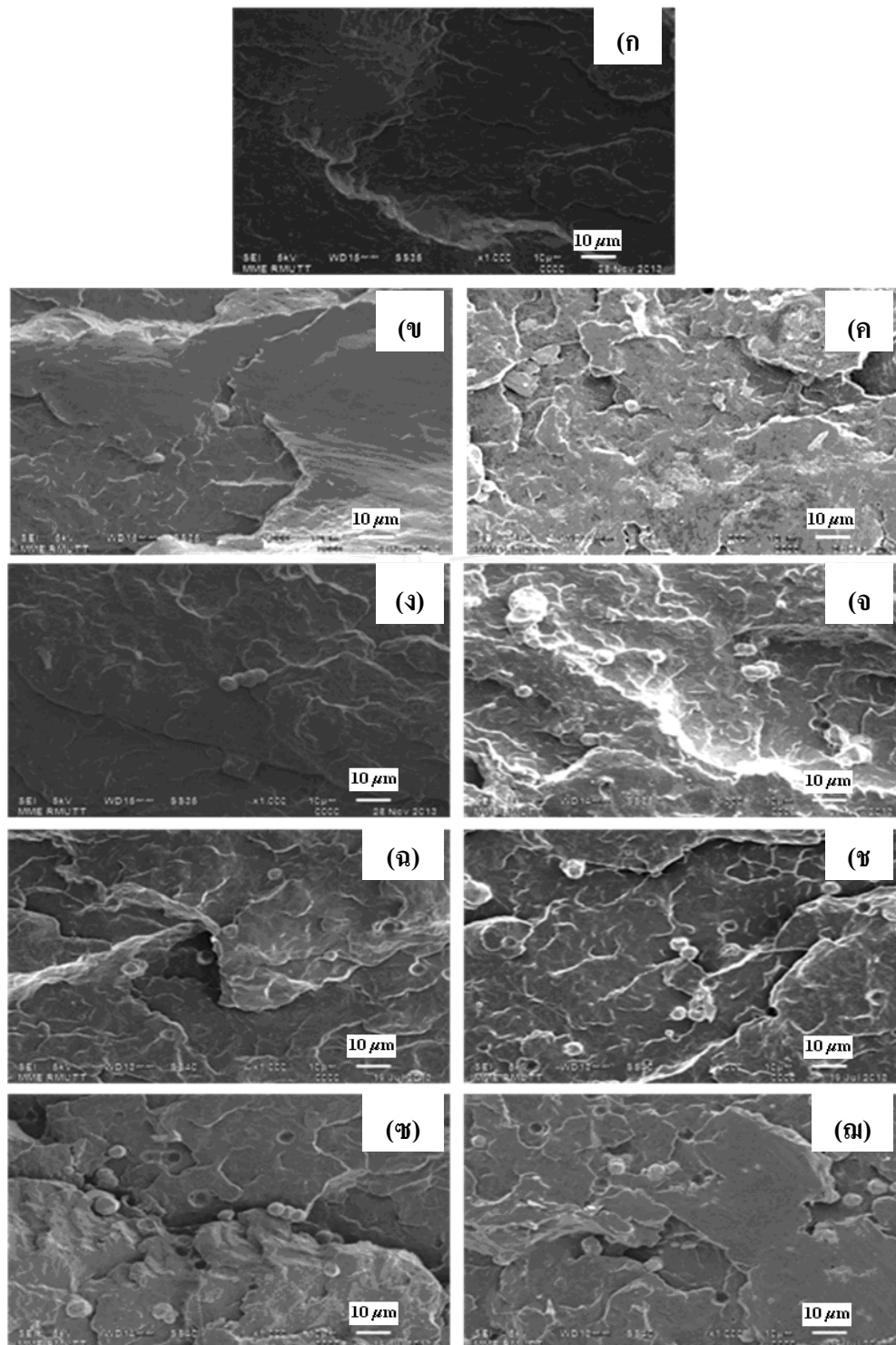
อย่างเห็นได้ชัด โดยมีค่าอยู่ในช่วง 3.1–6.6% เนื่องจากโมเลกุลของพอลิโพรพิลีนจัดเรียงตัวอย่างเสถียรอยู่ในสเฟียรูไลต์ จึงยึดตัวได้น้อยเมื่อได้รับแรงดึง นอกจากนี้ การมีผลึกจำนวนมากยังขัดขวางการเคลื่อนไหวยของสายโซ่โมเลกุลของพอลิโพรพิลีนอีกด้วย



รูปที่ 4. 26 การยึดตัว ณ จุดขาดของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0–5% โดยน้ำหนัก

4.2.4 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา

รูปที่ 4.27 แสดงสัณฐานวิทยาของพอลิโพรพิลีนที่ใส่และไม่ใส่ analcime เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ตรวจสอบจากขั้นตอนทดสอบที่ผ่านการทดสอบด้านความทนแรงกระแทกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้กำลังขยาย 1,000 เท่า



รูปที่ 4. 27 สัณฐานวิทยาของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ (ก) 0%, (ข) 0.5%, (ค) 0.75%, (ง) 1%, (จ) 1.25%, (ฉ) 2%, (ช) 3%, (ฅ) 4% และ (ณ) 5% โดยน้ำหนัก

รูปที่ 4.27 (ก) แสดงสัณฐานวิทยาของพอลิโพรพิลีนที่ไม่ได้เติม analcime (0%) พบว่า พื้นผิวของชิ้นทดสอบมีลักษณะค่อนข้างเรียบ (smooth) ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุที่มีความเปราะ (brittle) ในขณะที่พื้นผิวของชิ้นทดสอบที่ใส่ analcime มีความหยาบ (roughness) เพิ่มขึ้น พร้อมทั้งเห็นอนุภาคของ analcime บนพื้นผิวของชิ้นทดสอบและหลุม (holes) จำนวนมากที่เกิดจาก analcime บางส่วนได้หลุดออกมาจากเมทริกซ์ของพอลิโพรพิลีนเมื่อได้รับกระแทก และจำนวนหลุมที่ปรากฏได้เพิ่มขึ้นตามปริมาณของ analcime ที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากการไม่มีอันตรกิริยาระหว่าง analcime และพอลิโพรพิลีน ดังแสดงในรูปที่ 4.27(ข-ณ) อย่างไรก็ตาม เมื่อใส่ analcime ปริมาณ 0.5, 4 และ 5% โดยน้ำหนัก พบว่า พื้นผิวของชิ้นทดสอบยังคงมีลักษณะค่อนข้างเรียบ ทั้งนี้เนื่องจากการใส่ analcime ในปริมาณที่น้อยเกินไป (0.5%) จึงยังไม่สามารถปรับปรุงความเหนียว (toughness) ของพอลิโพรพิลีน ดังแสดงในรูปที่ 4.27(ข) ส่วนการใส่ analcime ปริมาณ 4 และ 5% ก็เช่นเดียวกัน ชิ้นทดสอบยังคงแสดงลักษณะของวัสดุที่ค่อนข้างเปราะ ดังแสดงในรูปที่ 4.27(ซ) และ 4.27(ณ) ตามลำดับ เนื่องจากเหตุผลที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น ซึ่งให้ผลสอดคล้องกับสมบัติของความทนแรงกระแทกและการยืดตัว ณ จุดขาด ของพอลิโพรพิลีน

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

5.1.1 พอตเทอริสโตนที่ใช้ในการทดลองเมื่อผ่านการดัดแปรโดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่า มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีน้ำตาลอ่อน

5.1.2 การดัดแปรพอตเทอริสโตนด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 2 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 และ 80 องศาเซลเซียส เวลา 8, 12 และ 24 ชั่วโมง พบว่า มีการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคที่มีรูปร่างไม่คงที่แน่นอน แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์เป็น 120 องศาเซลเซียส ของทุกเวลาที่ทำการดัดแปร จะพบเฟสใหม่ที่มีสัณฐานวิทยาเป็นทรงกลมเหลี่ยม ที่อยู่ในระบบ isometric และมีรูปแบบเป็น trapezohedron ซึ่งเมื่อตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD ดิฟแฟรกชัน พบว่า ได้เฟสของ analcime และขนาดของอนุภาคมีขนาดเล็กลงตามเวลาในการดัดแปรที่เพิ่มขึ้น

5.1.3 การดัดแปรโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 4 และ 6 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 60 และ 80 องศาเซลเซียส ที่เวลาต่างๆ พบว่า สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนยังมีการเกาะกลุ่มของอนุภาคที่มีรูปร่างไม่คงที่แน่นอนเช่นเดียวกับภาวะการดัดแปรที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ หากแต่การดัดแปรที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เมื่อใช้สารละลายความเข้มข้น 4 โมลาร์ ได้พบสัณฐานผลึกเป็นรูปแท่งเส้นใยหรือรูปเข็มของ hydroxycancrinite และภายใต้ภาวะของการดัดแปรด้วยสารละลาย 6 โมลาร์ ที่อุณหภูมิเดียวกันได้พบเฟสผสมระหว่าง sodalite และ hydroxycancrinite

5.1.4 การดัดแปรพอตเทอริสโตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ภายใต้ภาวะของการดัดแปรต่างๆ สรุปได้ว่า ที่ภาวะของการดัดแปรที่ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 2 M อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ทำให้พอตเทอริสโตนดัดแปรที่ได้มีเฟสหลักเป็น analcime ที่มีความบริสุทธิ์สูง ซึ่งสามารถเตรียมได้ภายใต้ภาวะที่ไม่รุนแรง ดังนั้น จึงเลือก analcime ที่ได้จากภาวะนี้ไปศึกษาความเป็นไปได้ในการนำไปใช้เป็นสารก่อกผลึกสำหรับพอลิโพรพิลีน

5.1.5 จากการตรวจสอบโครงสร้างและรูปแบบสเฟียรูไลต์ของพอลิโพรพิลีนที่เติม analcime เป็นสารก่อกผลึก สรุปได้ว่า การเติม analcime ปริมาณ 2–5% พบโครงสร้างผลึก

แบบเบตาปริมาณเล็กน้อยอยู่ร่วมกับโครงสร้างผลึกแบบแอลฟา ส่วนที่ใส่ analcime ปริมาณ 0–1.25% พบแต่เพียงผลึกแบบแอลฟาเท่านั้น 5.1.6 ขนาดของสเฟียรูไลต์มีขนาดเล็กลงตามปริมาณ analcime ที่เพิ่มจาก 0.5–3% แต่เมื่อปริมาณ analcime เท่ากับ 4 และ 5% สเฟียรูไลต์มีขนาดใหญ่ขึ้น และเวลาที่ทำให้เกิดผลึกสมบูรณ์มีแนวโน้มลดลงตามปริมาณ analcime ที่เพิ่มขึ้น ยกเว้นที่ใส่ปริมาณ 5%

5.1.6 การใส่ analcime ปริมาณ 0.05–1.25% มีผลทำให้ความทนแรงกระแทกและความทนแรงดึงของพอลิโพรพิลีนมีค่าสูงขึ้นละมีค่ามากที่สุดเมื่อใส่ analcime ปริมาณ 1.25% หลังจากนั้น มีค่าลดลง (2–5%) ส่วนยังสัมมูลสัมพันธ์มีค่าสูงกว่าพอลิโพรพิลีนที่ไม่ได้ใส่สารก่อนนิวเคลียสผลึกอย่างเห็นได้ชัด และในทางกลับกันค่า การยืดตัว ณ จุดขาด มีค่าต่ำกว่าพอลิโพรพิลีนที่ไม่ได้ใส่สารก่อนนิวเคลียสผลึกอย่างเห็นได้ชัดเช่นกัน

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ควรศึกษาผลของการใช้สารเชื่อมประสานเพื่อช่วยสร้างพันธะยึดเหนี่ยวระหว่างพอลิโพรพิลีน และ analcime

5.2.2 ควรศึกษาการใช้ผลึกแบบเข็มที่ตัดแปรได้ที่ภาวะของการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 4 โมลาร์ อุณหภูมิการตัดแปร 120 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง ซึ่งประกอบด้วยเฟสหลักของ hydroxycancrinite เป็นสารก่อผลึกในพอลิโพรพิลีน

5.2.3 ทดลองใช้ analcime เป็นสารก่อนิวเคลียสผลึกในพอลิเมอร์ประเภทอื่น

รายการอ้างอิง

- [1] M.F. Mina, S.S., R. Matin, M.J. Rahaman, R.B. Sarker, M.A. Gafur and M.A.H. Bhuiyan Improved performance of isotactic polypropylene/titanium dioxide composites: Effect of processing conditions and filler content. Polymer Degradation and Stability 94 (2009): 132–138.
- [2] M. Obadal, R.C., M. Raab, V. Verney, S. Commereuc and F. Fraisse. Structure evolution of α - and β -polypropylenes upon UV irradiation: A multiscale comparison. Polymer Degradation and Stability 88 (2005): 532–539.
- [3] Kim, J.C.a.S.C. Effects of talc orientation and non-isothermal crystallization rate on crystal orientation of polypropylene in injection-molded polypropylene/ethylene-propylene rubber/talc blends. Polymer Degradation and Stability 45 (2004): 2393-2401.
- [4] X. Zhang, F.X., Z. Pen, Y. Zhang, Y. Zhang and W. Zhou Effects of nucleating agent on the structure and properties of polypropylene/poly(ethylene-octene) blends. European Polymer Journal 38 (2002): 1-6.
- [5] S.C. Tjong, R.K.Y.L.a.T.C. Mechanical behavior of CaCO₃ particulate-filled β -crystalline phase polypropylene composites. Polymer Engineering and Science 37 (1997): 166-172.
- [6] A. Romankiewicz, T.S.a.W.B. Structural characterization of α - and β -nucleated isotactic polypropylene. Polymer International 53 (2004): 2086-2091.
- [7] Mai, Z.Y.a.K. Crystallization and melting behavior of β -nucleated isotactic polypropylene/polyamide 6 blends with maleic anhydride grafted polyethylene-vinyl acetate as a compatibilizer. Thermochimica Acta 511 (2010): 152-158.
- [8] H. Yiping, C.G., Y. Zhen, L Hongwu and W. Yong Non-isothermal crystallization behavior of polypropylene with nucleating agents and nano-calcium carbonate. European Polymer Journal 41 (2005): 2753-2760.
- [9] K. Boonkerd, S.C.a.D.A. Silica-rich filler for the reinforcement in natural rubber. Rubber Chemistry and Technology 85 (2012): 1-13.

- [10] S. Chuayjuljit, T.R.a.T.K. Preparation and properties of polypropylene/pottery stone composites. Advanced Materials Research 347-353 (2012): 1778-1781.
- [11] K. Byrappa and T. Adschiri, , 53, 117-166. Hydrothermal technology for nanotechnology. Progress in crystal Growth and Characterization of Materials 53 (2007): 117-166.
- [12] L. Luljeta, G.B.-G. crystallization of polypropylene: appllication of differential scanning calorimetry Contribution. Sec. Math. Tech. Sci 0351-3246 (2008): 69-87.
- [13] Polymer in food packaging Available from: <http://wwwcourses.sens.buffalo.edu/ce435/Food/PolymersProject.htm> [9 July 2015]
- [14] Complexes of mid-transition metals and unsaturated nitrogeneous ligands as single-site catalyst. Available from: <https://www.google.com/patents/US6355746> [9 July 2015]
- [15] B. Lehmann, K.F., C.L. Wu, M.Q. Zhang and M.Z.J. Rong. Improvement of notch toughness of low nano-silica SiO₂ filled polypropylene composites. Journal of Materials Science 22 (2003): 1027-1030.
- [16] Zhang, H.Z.a.Z. Impact behaviour of polypropylene filled with multi-walled carbon nanotubes. European Polymer Journal 43 (2003): 3197-3207.
- [17] About polypropylene Available from: <http://polymer-additives.specialchem.com/centers/pp-clarifiers/about-pp-crystallinity> [9 July 2015]
- [18] N. Ljungberg, J.Y.C.a.L.H. Nanocomposites of isotactic polypropylene reinforced with rod-like cellulose whiskers. Polymer Degradation and Stability 47 (2006): 6285-6292.
- [19] Cowie, J.M. Polymer: Chemistry & Physics of Modern Material. 2nd ed. New York: Chap & Hall, 1991.
- [20] Varga, J. and Supermolecular structure of isotactic polypropylene. Journal of Materials Science 27 (1992): 2557-2579.

- [21] Wittmann, J.L.a.J.C. Structure and morphology of polypropylene: A molecular analysis. Polymer Degradation and Stability 37 (1996): 4979-47992.
- [22] Awaya, H. Morphology of difference type of isotactic polypropylene spherulites crystallized from the melt. Polymer Degradation and Stability 26 (1988): 591-596.
- [23] D. Trifonava, J.V.a.G.J.V. AFM study of lamellar thickness distributions in high temperature melt-crystallization of beta-polypropylene. Polymer Bulletin 41 (1998): 341-348.
- [24] F. Auriemma, O.d.B., , C. de Rosa, P. Corradini Structural disorder in the alpha form of isotactic polypropylene. Macromolecules 33 (2000): 8764-8774.
- [25] Vleeshouwers, S. Simultaneous in-situ WAXS/SAXS and DSC study of the recrystallization and melting behavior o f the alpha and beta form of iPP. Polymer Bulletin 38 (1997): 3213-3221.
- [26] T. Xu, H.L.a.C.S.X., , : . The effect of nucleating agent on the crystalline morphology of polypropylene (PP). Materials and Design 24 (2003): 227-230.
- [27] M.M. Favaro, M.C.a.R.E.S.B. A X-ray study of β phase and molecule orientation in nucleated and non-nucleated injection molding polypropylene resin. Materials Research 4 (2009): 455-464.
- [28] E. Perez, D.Z., M.C. Sacchi, F. Forlini and A. Bello. Obtaining the gamma-phase in isotactic polypropylene: Effect of catalyst system and crystallization condition. Polymer 40 (1999): 675-681.
- [29] Lovinger, A.J. Microstructure and unit-cell orientation in a-propylene. Journal of Polymer Physic 21 (1983): 97-110.
- [30] Philips, K.M.a.P.J. The gamma-phase of high molecular weight isotactic polypropylene. III: The equilibrium melting point and the phase diagram. Polymer 39 (1998): 3735-3744.
- [31] Philips, R.A.C.a.P.J. The gamma phase of high-molecular-weight polypropylene. 1. Morphological aspects. Polymer 34 (1993): 4809-4816.
- [32] Philips, K.M.a.P.J. The gamma- phase of high molecular weight isotactic polypropylene he morphology of the gamma from crystallized at 200 MPa. Polymer 38 (1997): 5725-5733.

- [33] B. Lotz, S.G., C. Straupe and J.C. Wittmann Single crystals of gamma phase isotactic polypropylene: Combined diffraction and morphological support for a structure with non- parallel chain. Polymer 32 (1991): 2902-2910.
- [34] David, L.W.J.a.D.C. and Polyolefins: Processing structure development and properties. Germany: Hanser Publishers, 2005.
- [35] Beck, H.N. Heterogeneous nucleating agents for polypropylene crystallization. Journal of Applied Polymer Science 11 (1967): 673-685.
- [36] สรวารี, อ. สารเติมแต่ง (Additive). พิมพ์ครั้งที่ 2 ed. กรุงเทพมหานคร: โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2000.
- [37] C.I.W. Calcagno, C.M.M., S.R. Teixeira and R.S. Mauler. The effect of organic modifier of the clay on morphology and crystallization properties of PET nanocomposites. Polymer 48 (2007): 966-974.
- [38] New Clarifiers & Nucleators: They Make Polypropylene Run Clearer and Faster
Available from: <http://www.ptonline.com/articles/new-clarifiers-nucleators-they-make-polypropylene-run-clearer-and-faster> [10 July 2015]
- [39] How do Nucleating Agents Work. Available from: <http://www.polymer-additives.specialchem.com/centers/polypropylene-nucleation-center/how-do-nucleating-agents-work> [10 July 2015]
- [40] C. Deshmane, Q.Y., R.S. Perkins and R.D.K. Misra On striking variation in impact toughness of polyethylene-clay and polypropylene-clay-polymer interaction. Materials Science and Engineering A 458 (2007): 150-157.
- [41] Dou, M.R.M.a.Q. Effect of pimelic acid on the crystallization, morphology and mechanical properties of propylene/wollastonite composites. Materials Science and Engineering A 492 (2008): 177-184.
- [42] X. Zhang, D.Z.a.T.L. Influence of nucleating agent on properties of isotactic polypropylene. Energy Procedia 17 (2012): 1829-1835.
- [43] S. Jain, H.G., M. van Duin and P. Lemstra. Effect of in situ prepared silica nanoparticles on non-isothermal crystallization of polypropylene. Polymer 46 (2005): 8805-8818.

- [44] Y. Suzuki, S.P., S. Yoshikawa and R. Kawahata () “” Direct synthesis of an anatase-TiO₂ nanofiber/nanoparticle composite powder from natural rutile. Physica Status solidi (a) 204 (2007): 1757-1761.
- [45] C.F. Wang, J.S.L., L.J. Wang and X.Y Sun and Influence of NaOH concentrations on synthesis of pure-form zeolite A from fly ash using two-stage method. Journal of Hazardous Materials 155 (2008): 58-64.
- [46] E.Z. Hegazy, I.H.A.E.M.a.R.M.M.A.E.E. Preparation and Characterization of Ti and V Modified Analcime from Local Kaolin. Applied Clay Science 49 (2010): 149-155.
- [47] M. Tatlier, K.B.C., B. Tokay and A. Erdem-Senatalar. Microwave vs. conventional synthesis of analcime from clear solution. Journal of Crystal Growth 306 (2007): 146-151.
- [48] Nakagawa, M. Clay mineral associatClay mineral associations and mineralogical properties of quartz in some pottery stones of weastern Kyushu, Japan. Applied Clay Science 8 (1994): 331-347.
- [49] Higashi, S. Ammonium-bearing mica and mica/smectite of several pottery stone and pyrophyllite deposits in Japan:their mineralogical properties and. Applied Clay Science 16 (2000): 171-184.
- [50] Y. Deng, M.F., J.B. Harsh, A.R. Felmy and O. Qafoku and Cancrinite and sodalite formation in the presence of cesium, potassium, magnesium, calcium and strontium in Hardford tank waste stimulant. Applied Geochemistry 21 (2006): 2049-2063.
- [51] M.C. Barnes, J.A.-M.a.A.R.G. The mechanism of the sodalite-to-cancrinite phase transformation in synsynthetic spent Bayer liquor. Microporous and Mesoporous Mateerials 31 (1999): 287-302.



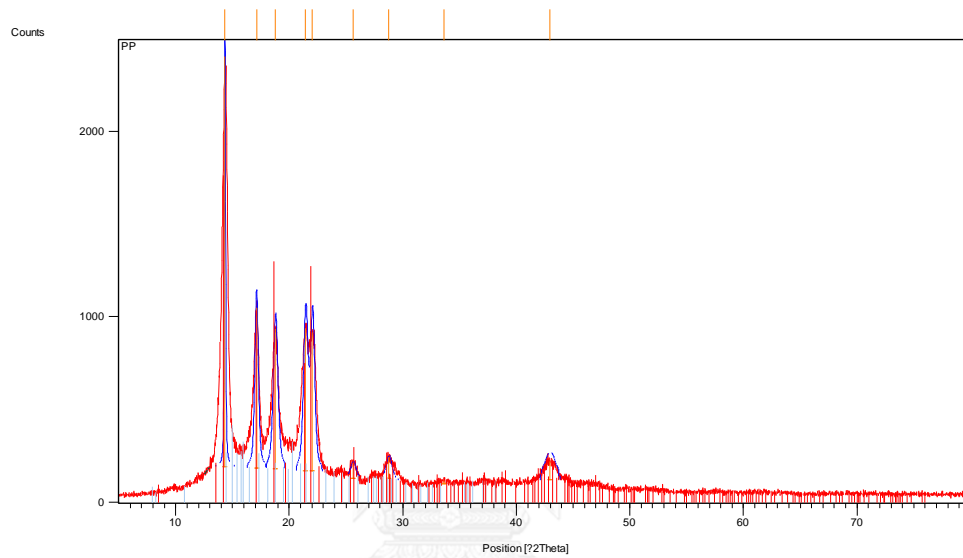
ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาคผนวก ก

ผลการทดสอบการใช้ analcime เป็นสารก่อนิเวศผลึกในพอลิโพรพิลีนด้วยเทคนิค XRD

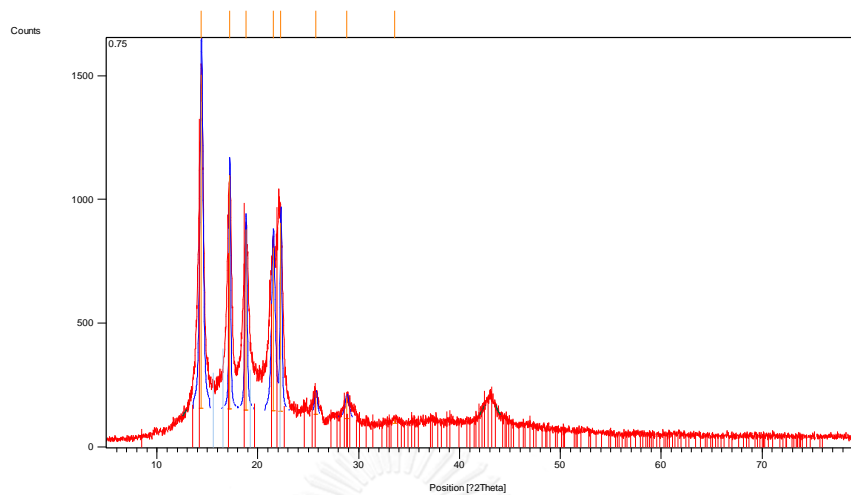
Dataset Name PP



Pos. [2Th.]	Height [cts]	FWHM [2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
14.3257	2209.22	0.1181	6.18285	100.00
17.1184	865.81	0.3542	5.17995	39.19
18.7904	755.72	0.4723	4.72263	34.21
21.4400	768.84	0.4723	4.14461	34.80
22.0444	746.50	0.4330	4.03232	33.79
25.6348	82.44	0.5510	3.47512	3.73
28.7715	113.81	0.5510	3.10300	5.15
33.6155	16.94	0.9446	2.66612	0.77
42.9285	101.05	1.1520	2.10510	4.57

รูปที่ ก-1 XRD ดิฟแฟร็กโตแกรมของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime 0%

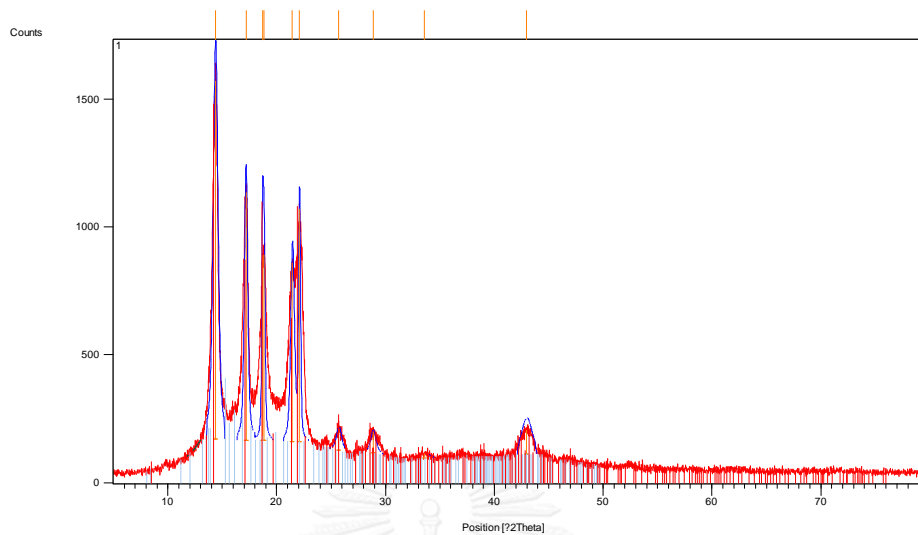
Dataset Name Analcime 0.75%



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
14.3966	1348.16	0.3542	6.15255	100.00
17.2183	946.67	0.1771	5.15012	70.22
18.8168	728.90	0.2362	4.71605	54.07
21.5232	659.55	0.3936	4.12877	48.92
22.2804	759.94	0.1968	3.99014	56.37
25.7621	91.07	0.3149	3.45824	6.75
28.8249	89.44	0.4723	3.09737	6.63
33.5845	18.09	0.9446	2.66851	1.34

รูปที่ ก-2 XRD ดิฟแฟรกโตแกรมของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime 0.75%

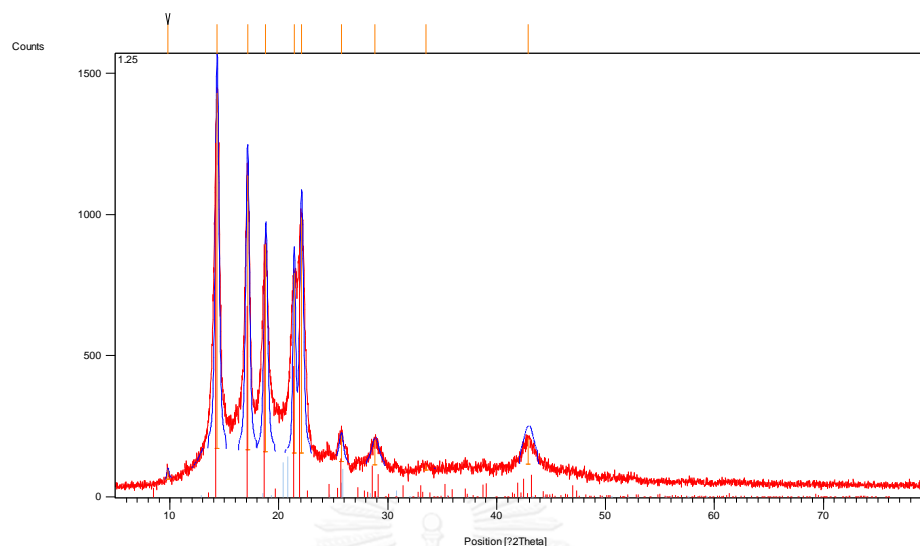
Dataset Name Analcime 1%



Pos. [2Th.]	Height [cts]	FWHM [2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
14.3712	1401.83	0.5117	6.16336	100.00
17.1784	969.69	0.3542	5.16197	69.17
18.6873	725.09	0.1574	4.74845	51.72
18.8306	728.11	0.1968	4.71264	51.94
21.4386	697.00	0.3936	4.14488	49.72
22.0805	910.32	0.1968	4.02580	64.94
25.7104	84.80	0.5510	3.46507	6.05
28.8518	81.16	0.5510	3.09455	5.79
33.5809	19.10	0.9446	2.66878	1.36
42.9491	94.20	1.1520	2.10414	6.72

รูปที่ ก-3 XRD ดิฟแฟรกโตแกรมของพอลิไพเรทีลีนที่ใส่ analcime 1%

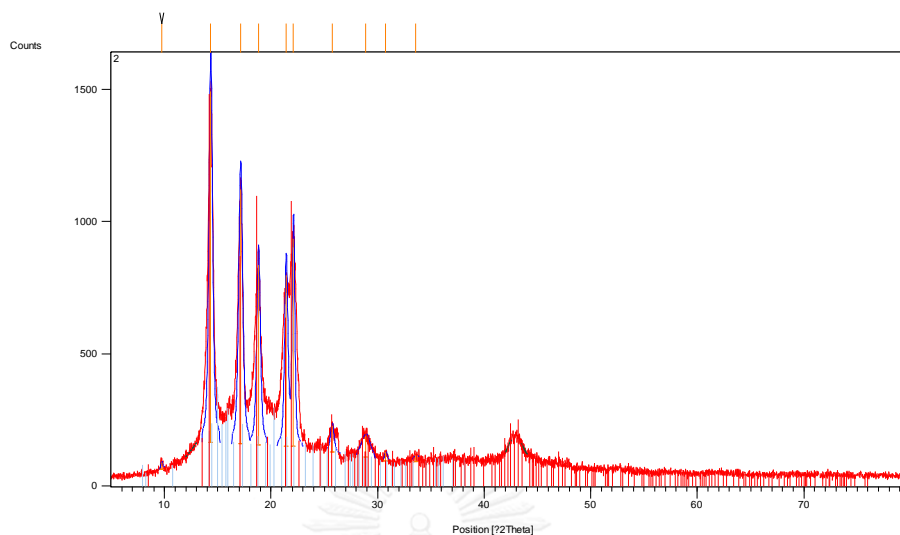
Dataset Name Analcime 1.25%



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
9.8069	34.42	0.2362	9.01928	2.73
14.3129	1258.84	0.3936	6.18833	100.00
17.1220	973.70	0.3936	5.17885	77.35
18.7893	733.10	0.3936	4.72290	58.24
21.3861	636.39	0.2755	4.15494	50.55
22.0656	834.41	0.3936	4.02850	66.28
25.7156	93.23	0.4723	3.46439	7.41
28.8334	87.96	0.7872	3.09648	6.99
33.4885	17.79	0.9446	2.67594	1.41
42.9029	91.61	1.1520	2.10629	7.28

รูปที่ ก-4 XRD ดิฟแฟรกโตแกรมของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime 1.25%

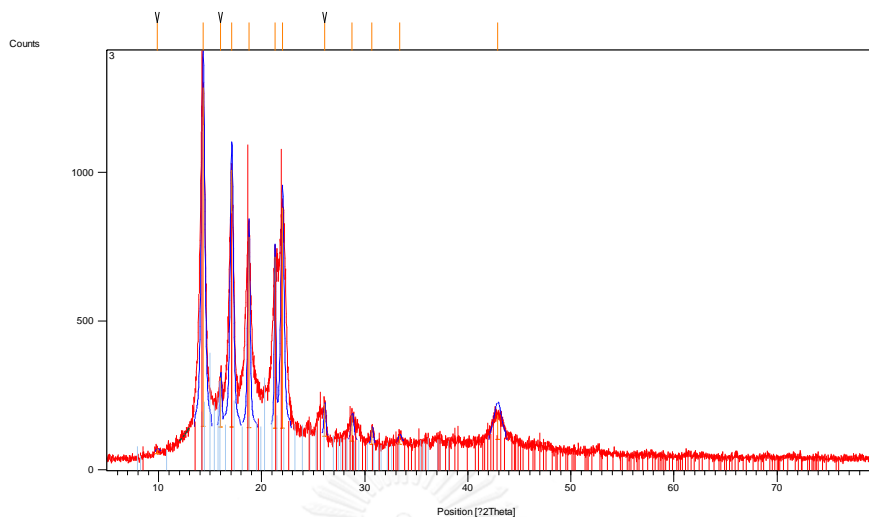
Dataset Name Analcime 2%



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
9.7414	28.52	0.2362	9.07973	2.15
14.3277	1329.36	0.3936	6.18198	100.00
17.1490	962.72	0.4330	5.17076	72.42
18.8156	679.86	0.3936	4.71636	51.14
21.4072	645.00	0.3542	4.15088	48.52
22.0861	785.79	0.2755	4.02481	59.11
25.7232	100.10	0.3936	3.46338	7.53
28.8748	79.25	0.9446	3.09213	5.96
30.7609	33.69	0.3149	2.90671	2.53
33.5783	25.48	0.6298	2.66898	1.92

รูปที่ ก-5 XRD ดิฟแฟร็กโตแกรมของพอลิไพโรฟิลินที่ใส่ analcime 2%

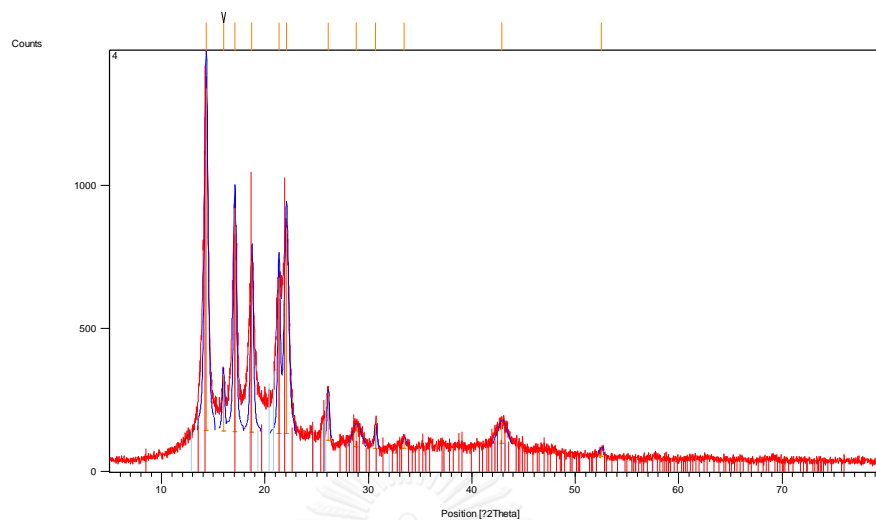
Dataset Name Analcime 3%



Pos. [2Th.]	Height [cts]	FWHM [2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
9.8509	15.17	0.4723	8.97903	1.33
14.2913	1139.61	0.3936	6.19763	100.00
16.0277	166.65	0.2362	5.52990	14.62
17.0916	864.49	0.3542	5.18801	75.86
18.7418	641.45	0.2755	4.73476	56.29
21.2747	575.77	0.1574	4.17643	50.52
21.9866	741.09	0.3542	4.04279	65.03
26.1117	110.12	0.1968	3.41273	9.66
28.7799	88.82	0.3149	3.10211	7.79
30.7023	56.95	0.2362	2.91212	5.00
33.3824	29.77	0.4723	2.68420	2.61
42.8612	83.85	0.8640	2.10825	7.36

รูปที่ ก-6 XRD ดิฟแฟรกโตแกรมของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime 3%

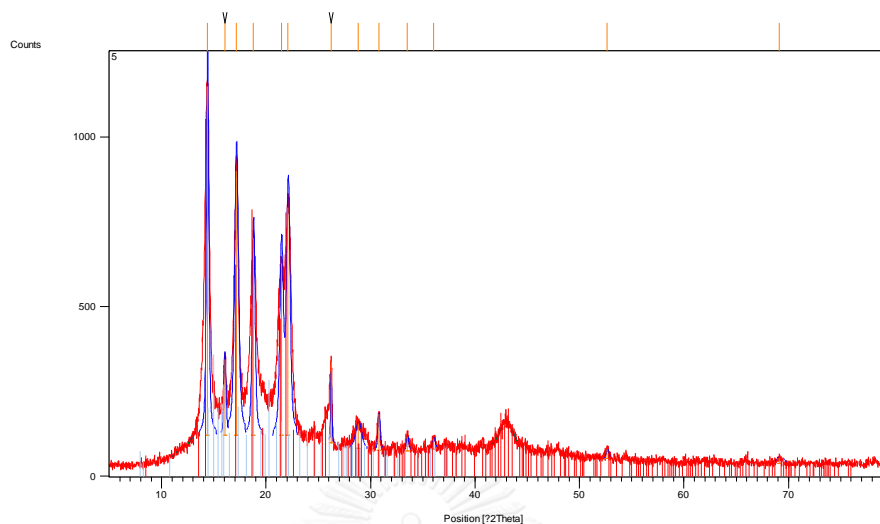
Dataset Name Analcime 4%



Pos. [2Th.]	Height [cts]	FWHM [2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
14.3015	1194.94	0.3936	6.19324	100.00
15.9711	200.50	0.2755	5.54938	16.78
17.0863	782.18	0.3149	5.18960	65.46
18.7269	597.80	0.3149	4.73849	50.03
21.3266	544.73	0.2755	4.16638	45.59
22.0547	721.21	0.4723	4.03047	60.36
26.0985	169.10	0.2362	3.41443	14.15
28.8431	75.32	0.9446	3.09546	6.30
30.6699	82.19	0.2362	2.91512	6.88
33.4688	34.87	0.4723	2.67746	2.92
42.8899	75.99	0.9446	2.10865	6.36
52.4964	23.24	0.5760	1.74173	1.94

รูปที่ ก-7 XRD ดิฟแฟร็กโตแกรมของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime 4%

Dataset Name Analcime 5%

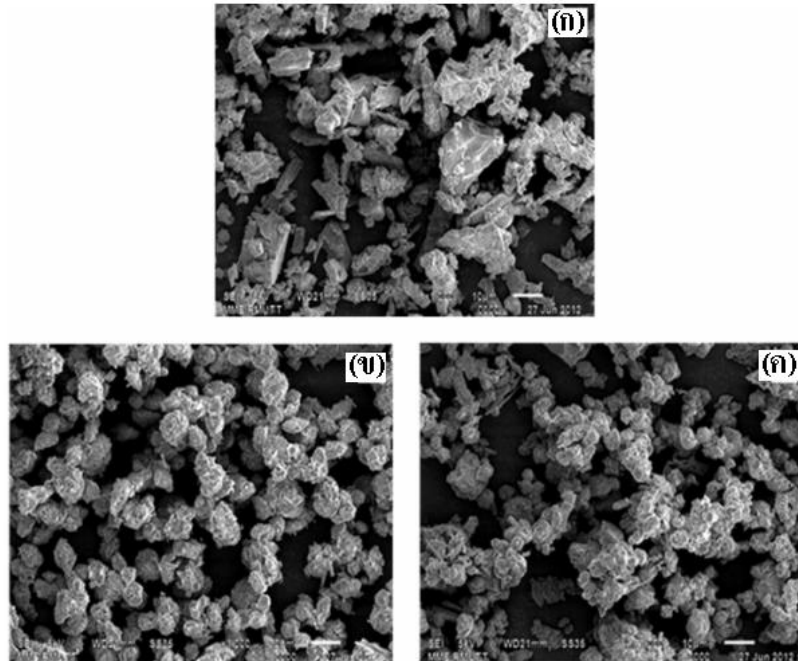


Pos. [2Th.]	Height [cts]	FWHM [2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
14.3852	1029.67	0.2558	6.15740	100.00
16.0550	224.82	0.2362	5.52055	21.83
17.1687	778.78	0.4330	5.16487	75.63
18.7968	582.09	0.3149	4.72104	56.53
21.4618	507.77	0.3936	4.14044	49.31
22.1045	671.43	0.3936	4.02150	65.21
26.2102	241.14	0.0984	3.40012	23.42
28.8278	74.19	0.6298	3.09707	7.21
30.7849	108.25	0.2362	2.90450	10.51
33.5206	42.65	0.2362	2.67344	4.14
36.0371	31.18	0.2362	2.49232	3.03
52.6445	29.13	0.2362	1.73862	2.83

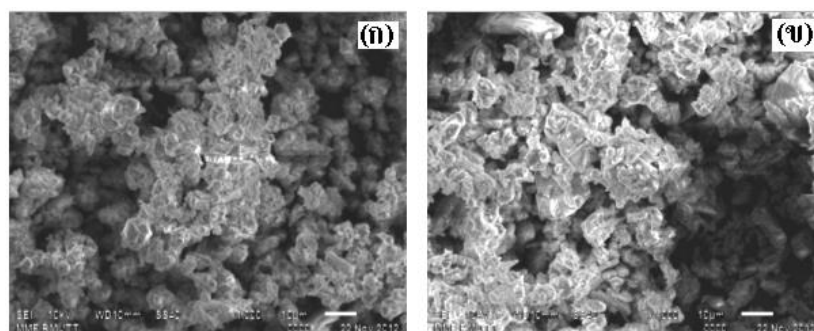
รูปที่ ก-8 XRD ดิฟแฟรกโตแกรมของพอลิไพร์ฟิไลนที่ใส่ analcime 5%

ภาคผนวก ข

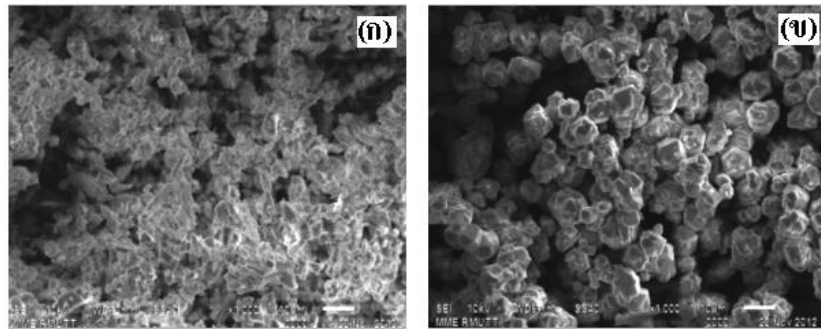
สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนภายใต้การดัดแปรที่ภาวะต่างๆ



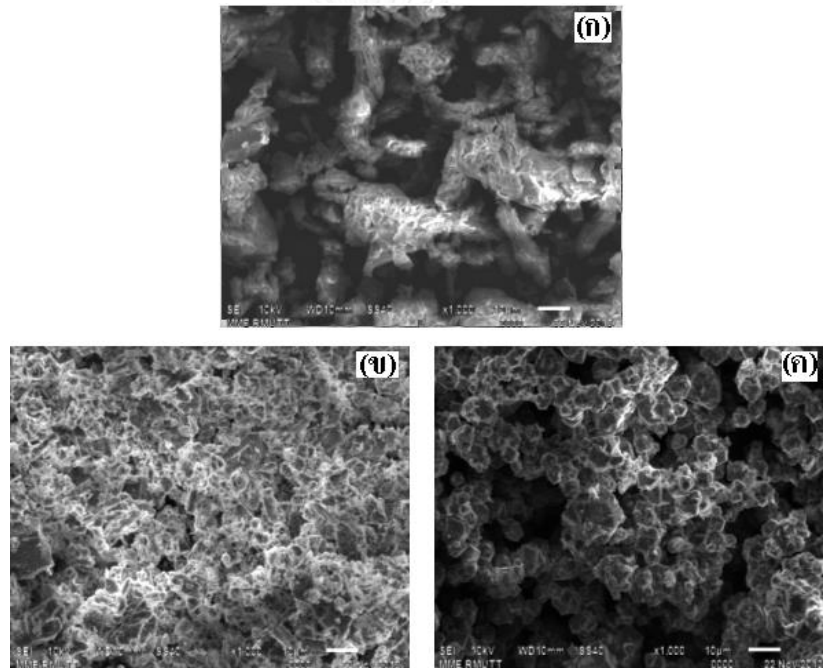
รูปที่ ข-1 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60, (ข) 80 และ (ค) 120 องศาเซลเซียส



รูปที่ ข-2 สัณฐานวิทยาของพอตเทอริสโตนที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 8 M เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60 และ (ข) 80 องศาเซลเซียส



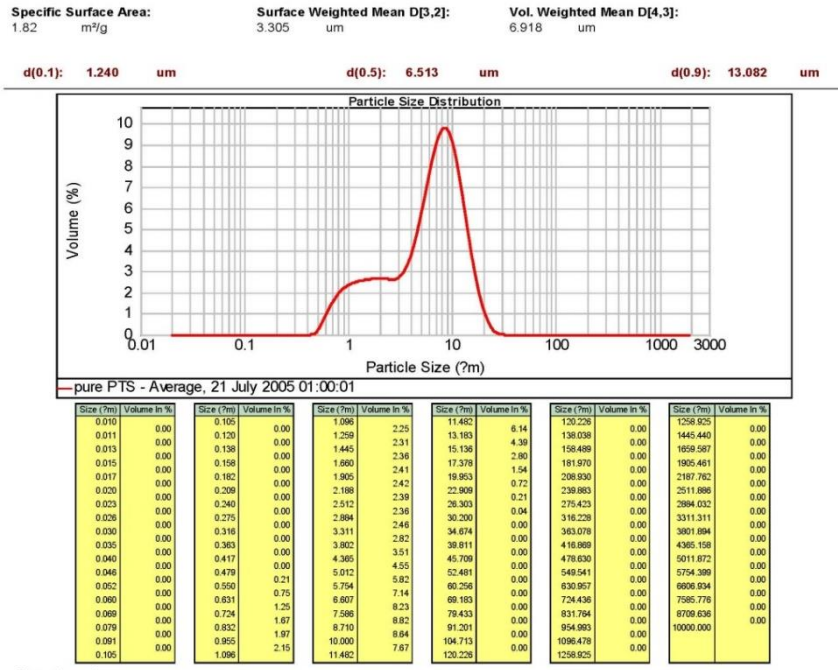
รูปที่ ข-3 สัณฐานวิทยาของพอลิไทฟลูออไรด์ที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 8 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (ก) 60 และ (ข) 120 องศาเซลเซียส



รูปที่ ข-4 สัณฐานวิทยาของพอลิไทฟลูออไรด์ที่ดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 10 M เป็นเวลา (ก) 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส, (ข) 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และ (ค) 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส

ภาคผนวก ค

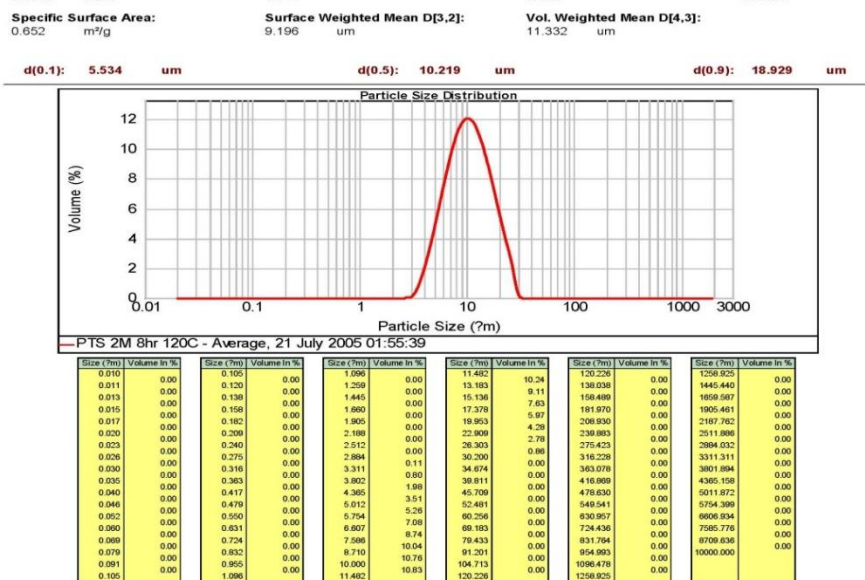
ผลการตรวจสอบขนาดอนุภาคของพอตเทอริสโตน



รูปที่ ค-1

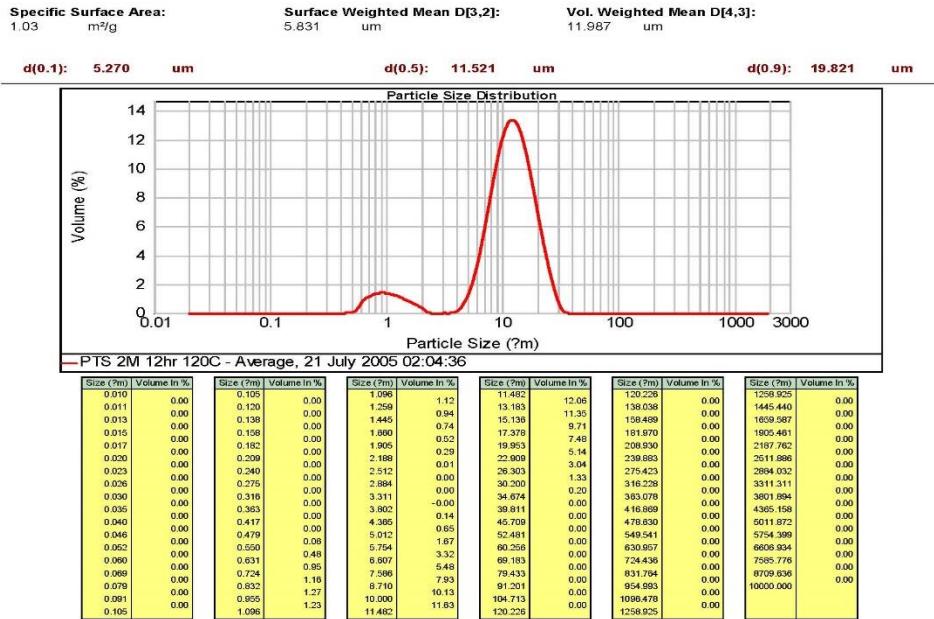
ขนาด

อนุภาคของพอตเทอริสโตนที่ไม่ผ่านการดัดแปร

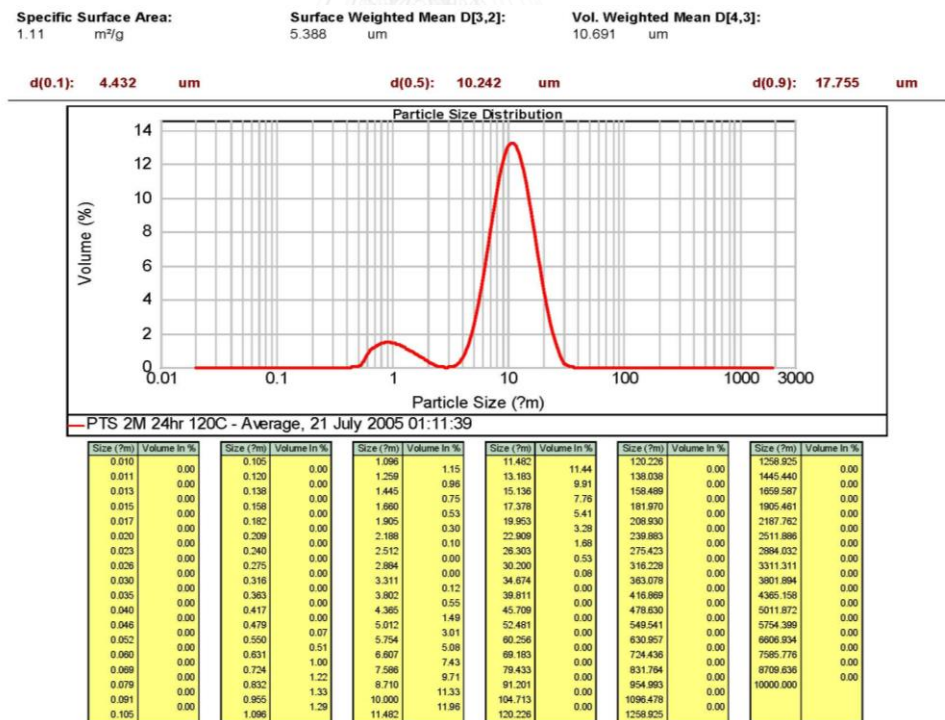


รูปที่ ค-2 ขนาดอนุภาคของพอตเทอริสโตนที่ผ่านการดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH

ความเข้มข้น 2 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง



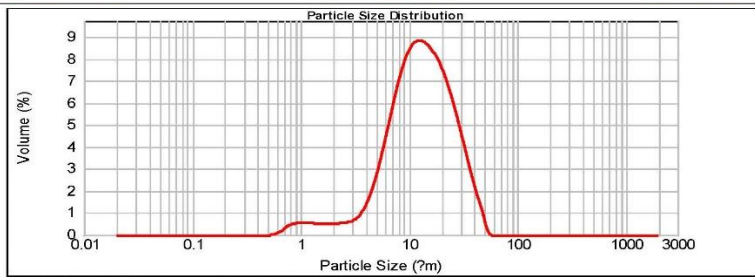
รูปที่ ค-3 ขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์ที่ผ่านการดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง



รูปที่ ค-4 ขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์ที่ผ่านการดัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

Specific Surface Area: 0.752 m²/g Surface Weighted Mean D[3,2]: 7.977 um Vol. Weighted Mean D[4,3]: 14.984 um

d(0.1): 4.988 um d(0.5): 12.680 um d(0.9): 28.713 um



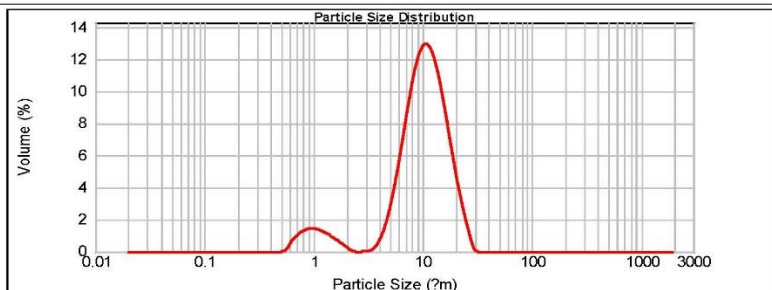
PTS 6M 8hr 120C - Average, 21 July 2005 01:26:04

Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.086	0.50	11.482	7.59	120.226	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.46	13.183	7.80	138.038	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.47	15.136	7.60	158.489	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.47	17.378	7.60	181.970	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.47	19.953	7.11	208.930	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.48	22.909	6.46	238.883	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.52	26.303	4.64	275.423	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.63	30.200	3.58	318.228	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.88	34.674	3.72	363.078	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.88	39.811	2.53	418.869	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	1.37	45.709	1.58	478.630	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	2.10	52.481	0.01	549.541	0.00
0.052	0.00	0.550	0.07	5.754	4.19	60.256	0.00	630.957	0.00
0.060	0.00	0.631	0.22	6.607	7.56	69.183	0.00	724.436	0.00
0.069	0.00	0.724	0.41	7.586	5.38	79.433	0.00	831.794	0.00
0.079	0.00	0.832	0.41	8.710	6.46	91.201	0.00	954.993	0.00
0.091	0.00	0.955	0.46	10.000	7.29	104.713	0.00	1096.478	0.00
0.105	0.00	1.098	0.51	11.482	7.81	120.226	0.00	1258.925	0.00

รูปที่ ค-5 ขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์ที่ผ่านการตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

Specific Surface Area: 1.08 m²/g Surface Weighted Mean D[3,2]: 5.572 um Vol. Weighted Mean D[4,3]: 10.598 um

d(0.1): 4.585 um d(0.5): 10.089 um d(0.9): 17.713 um



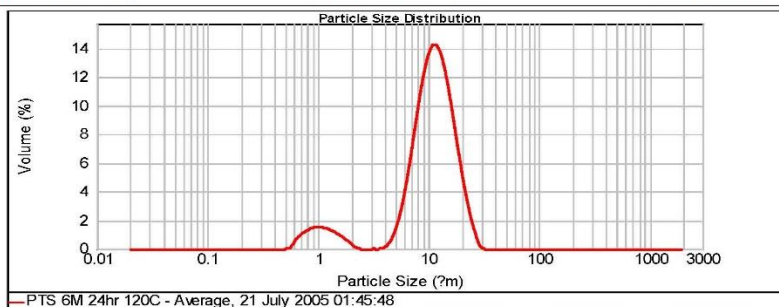
PTS 6M 12hr 120C - Average, 21 July 2005 01:36:36

Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.086	1.18	11.482	11.08	120.226	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.98	13.183	9.57	138.038	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.74	15.136	7.55	158.489	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.47	17.378	5.35	181.970	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.22	19.953	3.37	208.930	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.00	22.909	1.78	238.883	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.00	26.303	0.38	275.423	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.00	30.200	0.00	318.228	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.02	34.674	0.00	363.078	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.21	39.811	0.00	418.869	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.77	45.709	0.00	478.630	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	3.46	52.481	0.00	549.541	0.00
0.052	0.00	0.550	0.33	5.754	5.54	60.256	0.00	630.957	0.00
0.060	0.00	0.631	0.85	6.607	7.78	69.183	0.00	724.436	0.00
0.069	0.00	0.724	1.13	7.586	9.86	79.433	0.00	831.794	0.00
0.079	0.00	0.832	1.29	8.710	11.25	91.201	0.00	954.993	0.00
0.091	0.00	0.955	1.29	10.000	11.25	104.713	0.00	1096.478	0.00
0.105	0.00	1.098	1.29	11.482	11.89	120.226	0.00	1258.925	0.00

รูปที่ ค-6 ขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์ที่ผ่านการตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

Specific Surface Area: 1.06 m²/g Surface Weighted Mean D[3,2]: 5.660 um Vol. Weighted Mean D[4,3]: 11.021 um

d(0.1): 4.972 um d(0.5): 10.717 um d(0.9): 17.848 um



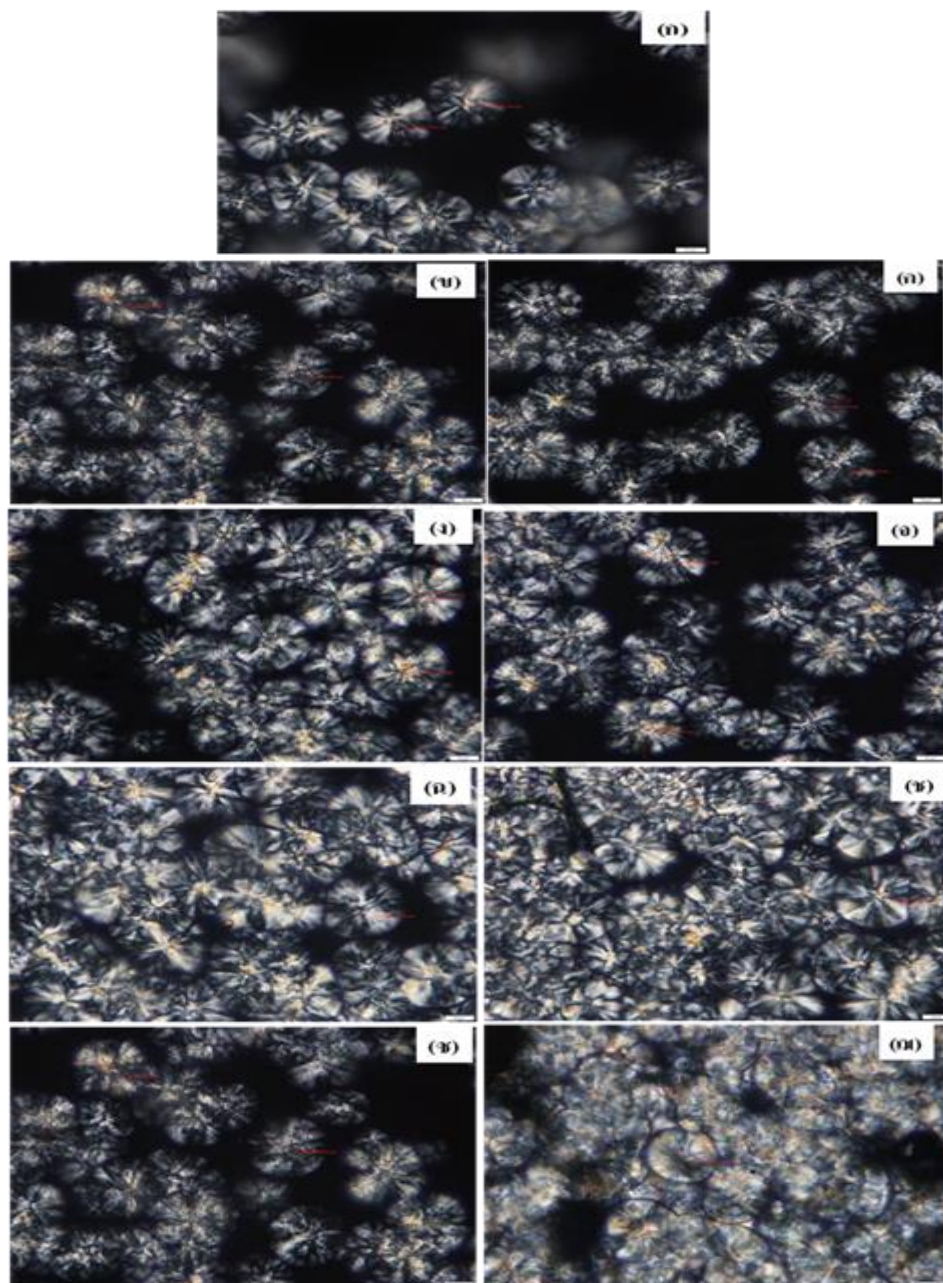
Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	1.30	11.492	12.57	100.226	0.00	1259.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	1.30	13.183	12.57	138.038	0.00	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	1.13	15.136	11.01	158.489	0.00	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.58	17.378	5.90	181.970	0.00	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.26	19.953	3.49	208.930	0.00	2167.762	0.00
0.020	0.00	0.208	0.00	2.188	0.01	22.968	1.64	239.883	0.00	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.00	28.303	0.32	275.423	0.00	2894.022	0.00
0.025	0.00	0.275	0.00	2.884	0.00	30.200	0.00	316.228	0.00	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.00	34.674	0.00	363.078	0.00	3801.694	0.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.16	39.811	0.00	416.869	0.00	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.76	45.709	0.00	478.830	0.00	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.478	0.00	5.012	2.00	52.481	0.00	549.541	0.00	5754.288	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	6.58	60.256	0.00	630.967	0.00	6609.534	0.00
0.060	0.00	0.631	0.31	6.607	4.00	69.183	0.00	724.436	0.00	7565.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.83	7.586	6.58	79.433	0.00	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	1.14	8.710	9.36	91.201	0.00	954.983	0.00	10000.000	0.00
0.091	0.00	0.955	1.33	10.000	11.62	104.713	0.00	1098.478	0.00		
0.105	0.00	1.096	1.37	11.482	12.81	120.226	0.00	1259.925	0.00		

รูปที่ ค-7 ขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์ที่ผ่านการตัดแปรด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 6 M ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



ภาคผนวก ง

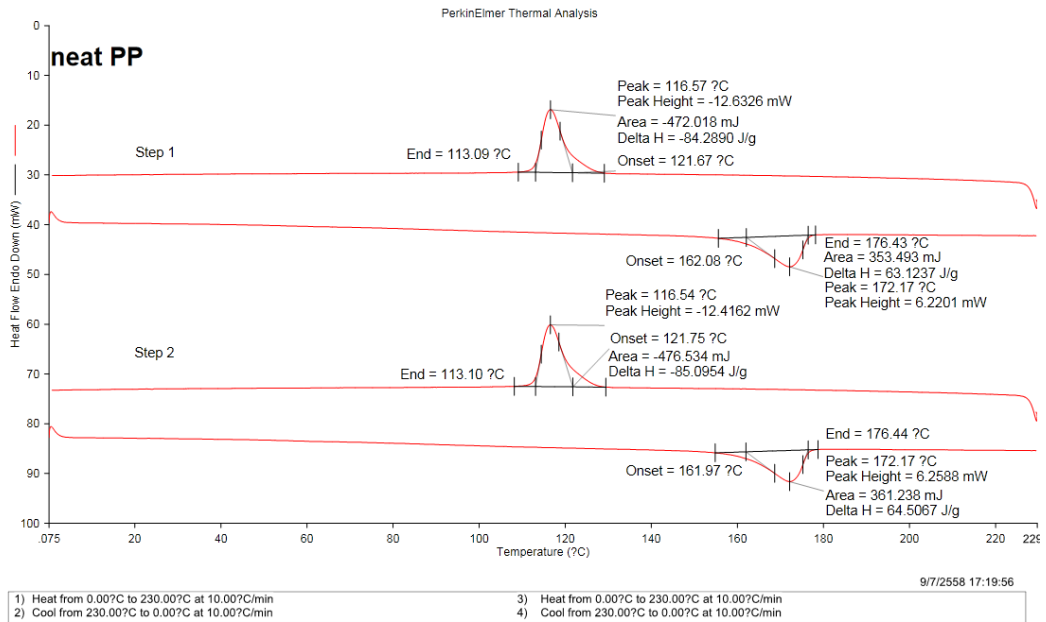
ผลการทดสอบ POM ไมโครกราฟของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ที่เวลาเกิดผลึก 15 นาที



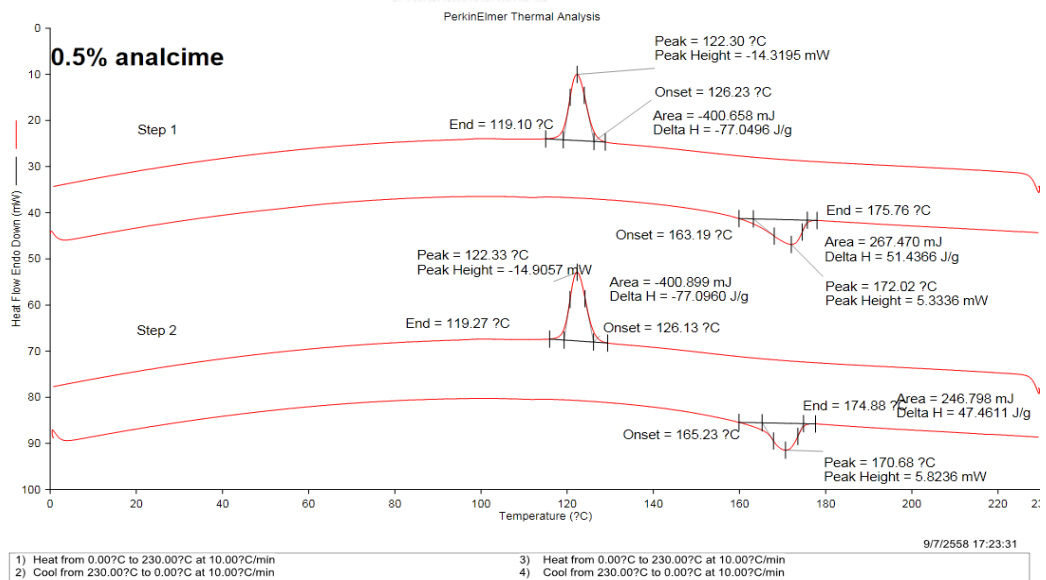
รูปที่ ง-1 POM ไมโครกราฟของพอลิโพรพิลีนที่ใส่ analcime ปริมาณ (ก) 0%, (ข) 0.5%, (ค) 0.75%, (ง) 1%, (จ) 1.25%, (ฉ) 2%, (ช) 3%, (ช) 4% และ (ฉ) 5% โดยน้ำหนัก

ภาคผนวก จ

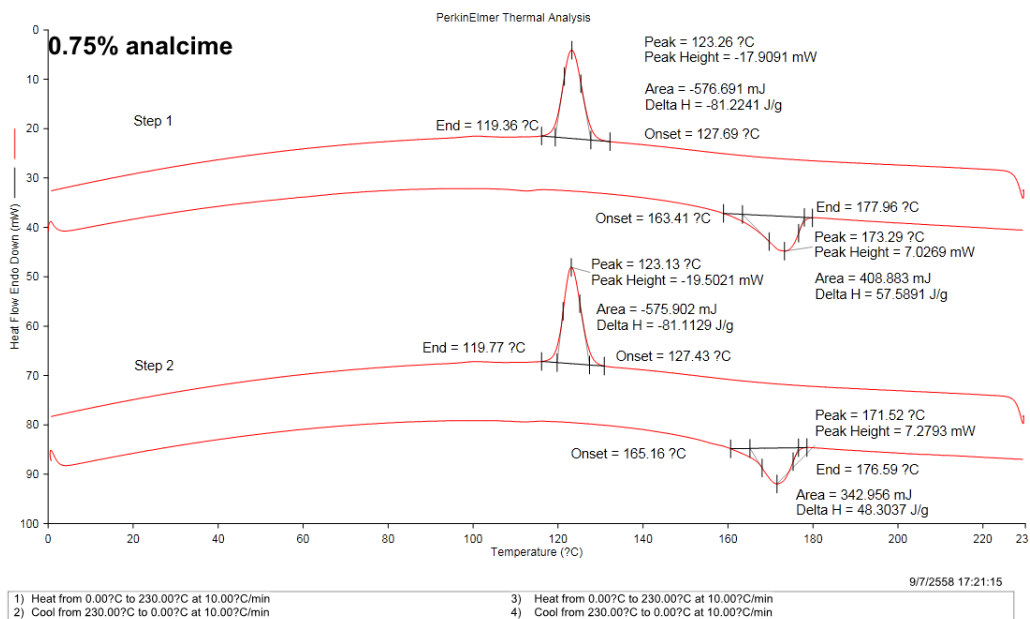
ผลการทดสอบทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC



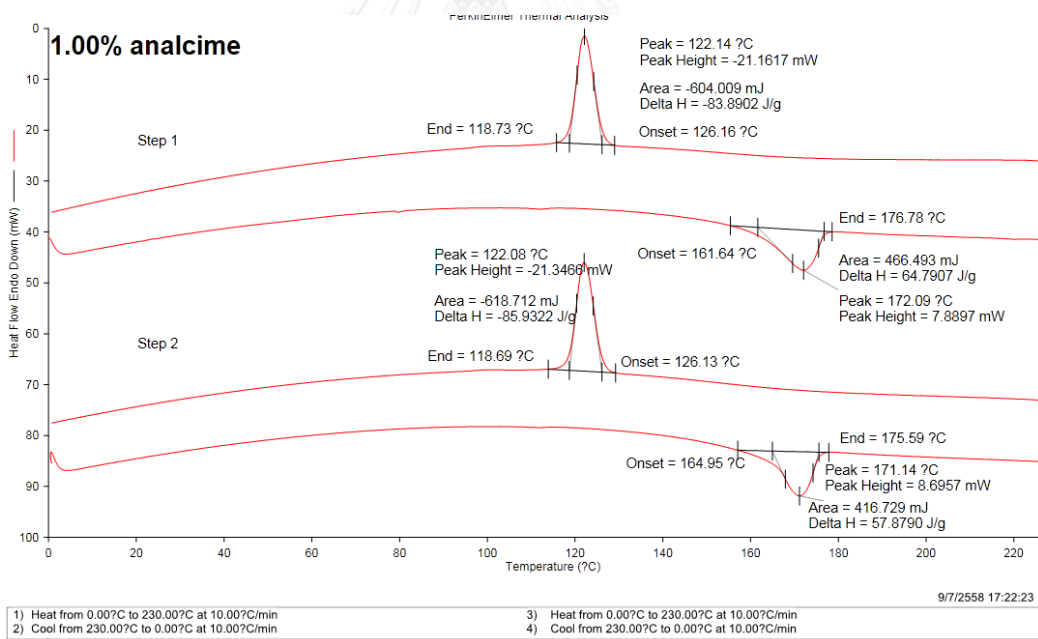
รูปที่ จ-1 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีน



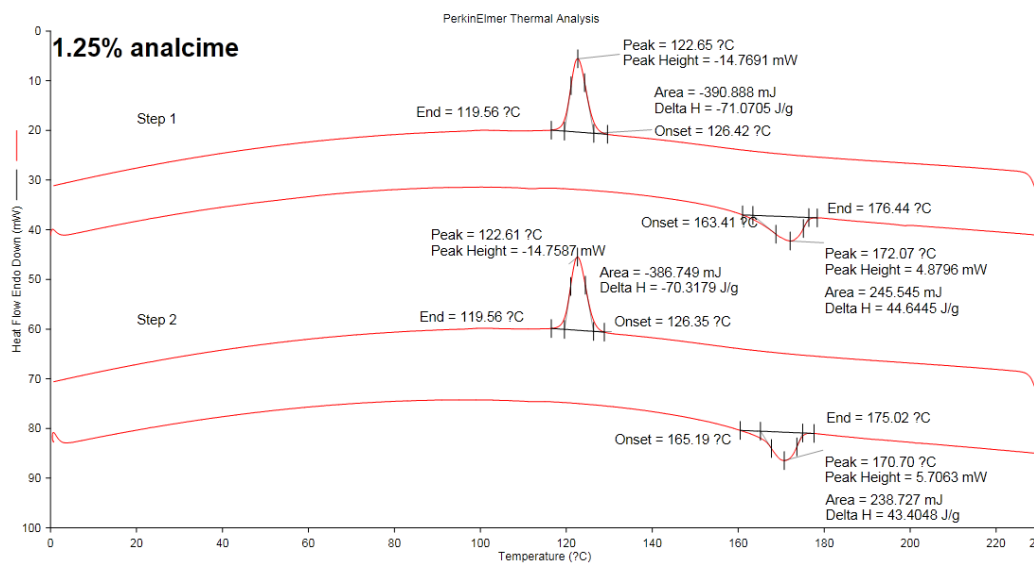
รูปที่ จ-2 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 0.5



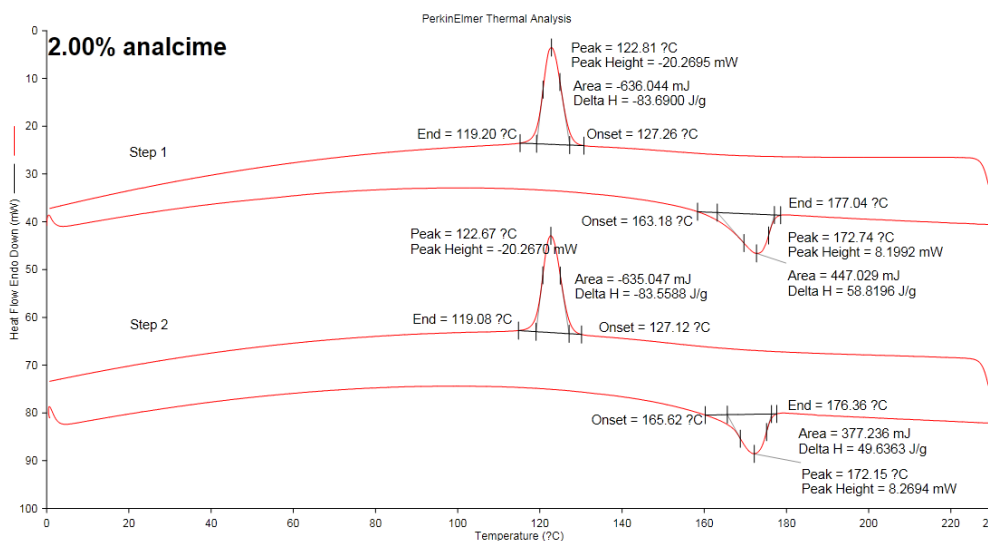
รูปที่ จ-3 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 0.75



รูปที่ จ-4 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 1.0



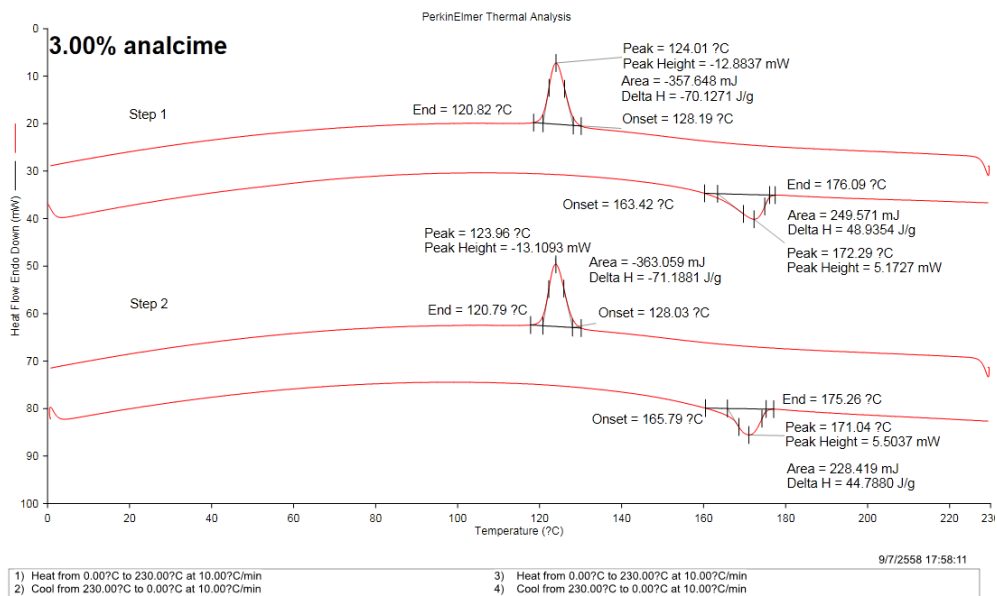
รูปที่ จ-5 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 1.25



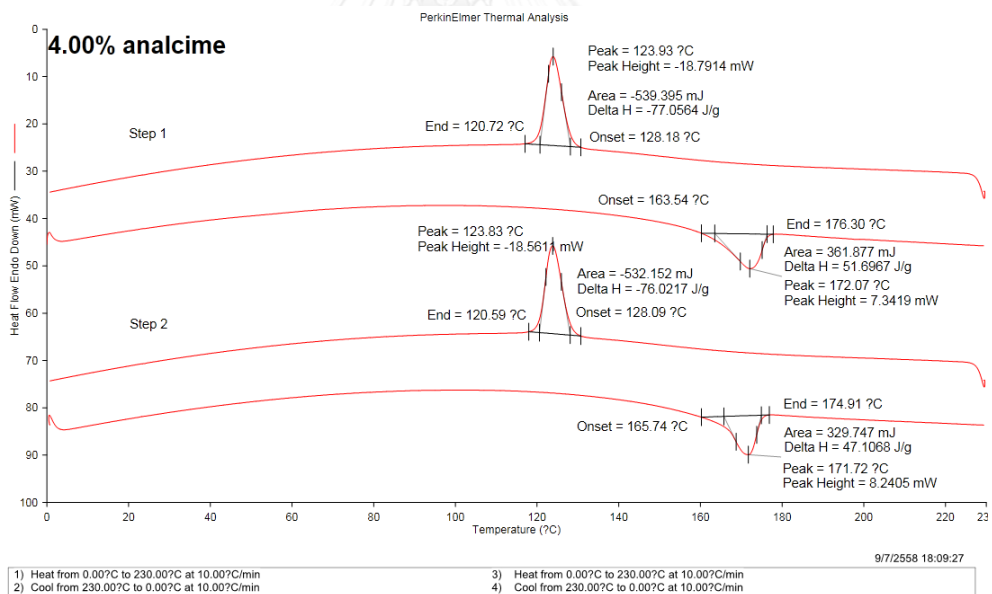
9/7/2558 17:47:39

1) Heat from 0.00°C to 230.00°C at 10.00°C/min
 2) Cool from 230.00°C to 0.00°C at 10.00°C/min
 3) Heat from 0.00°C to 230.00°C at 10.00°C/min
 4) Cool from 230.00°C to 0.00°C at 10.00°C/min

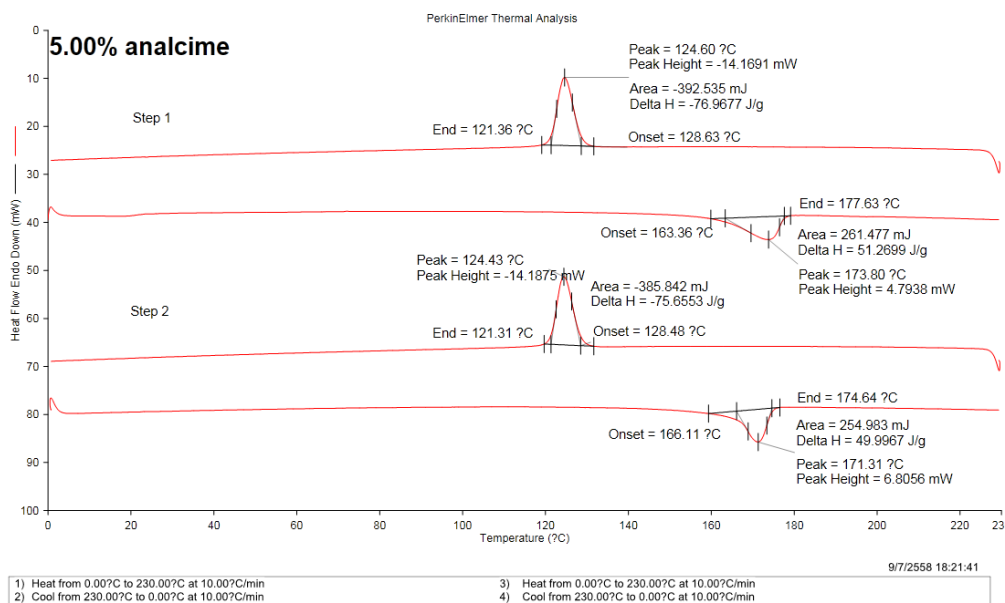
รูปที่ จ-6 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 2.0



รูปที่ จ-7 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 3.0



รูปที่ จ-8 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 4.0



รูปที่ จ-9 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 5.0

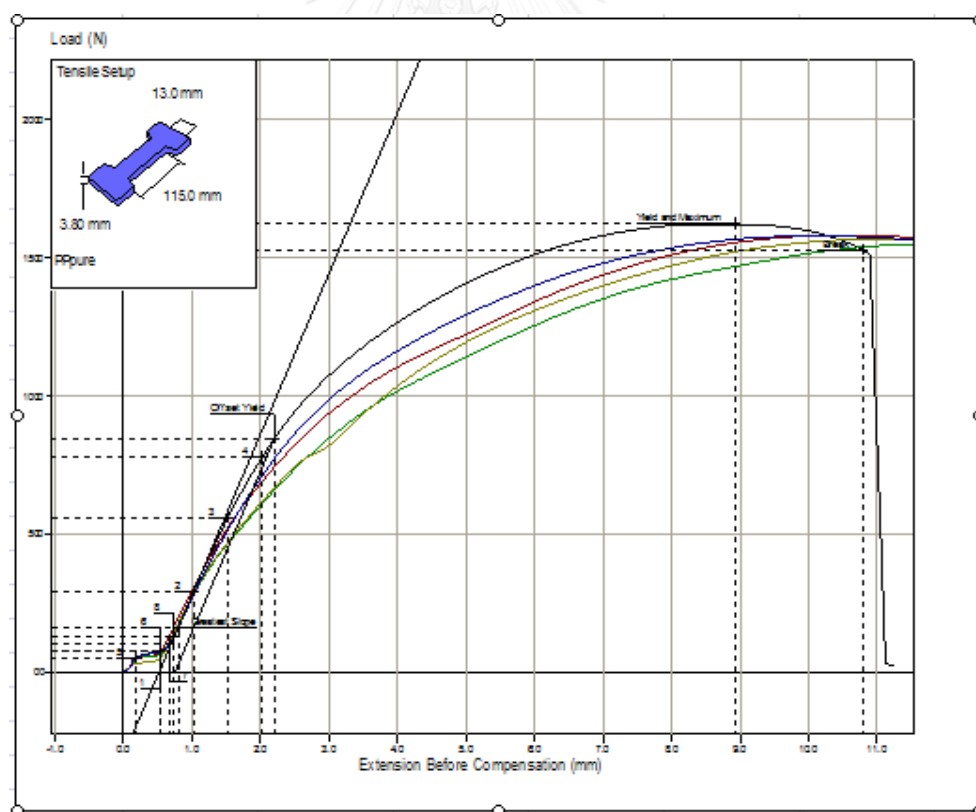


ภาคผนวก ฉ

ผลการทดสอบความทนแรงดึง ยิงส์มอดุลัส และการยืดตัว ณ จุดขาด

neat PP

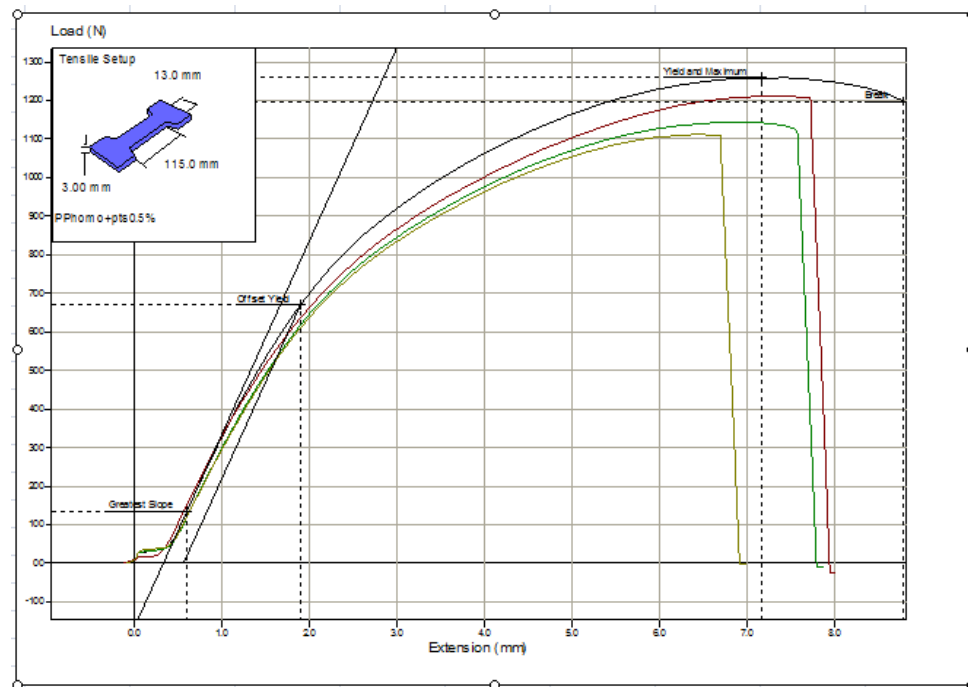
Sample	Width (mm)	Thickness (mm)	Area (mm ²)	Young's Modulus (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Extension at Break (mm)	% Strain at Break
1	13	3.70	48.10	1173.25	32.89	11.59	10.08
2	13	3.70	48.10	1145.83	32.30	18.02	15.67
3	13	3.80	49.40	1182.33	31.75	16.39	14.25
4	13	3.88	50.38	1216.34	31.35	14.17	12.32
5	13	3.80	49.40	1355.38	32.88	10.77	9.36



รูปที่ ฉ-1 พอลิโพรพิลีน

PP+ 0.5% analcime

Sample	Width (mm)	Thickness (mm)	Area (mm)	Young's Modulus (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Extension at Break (mm)	% Strain at Break
1	13	3.00	39.00	1408.13	31.07	7.65	6.65
2	13	3.12	40.56	1306.07	28.21	7.50	6.53
3	13	3.00	39.00	1326.01	28.53	6.63	5.76
4	13	3.00	39.00	1478.97	32.31	8.78	7.64

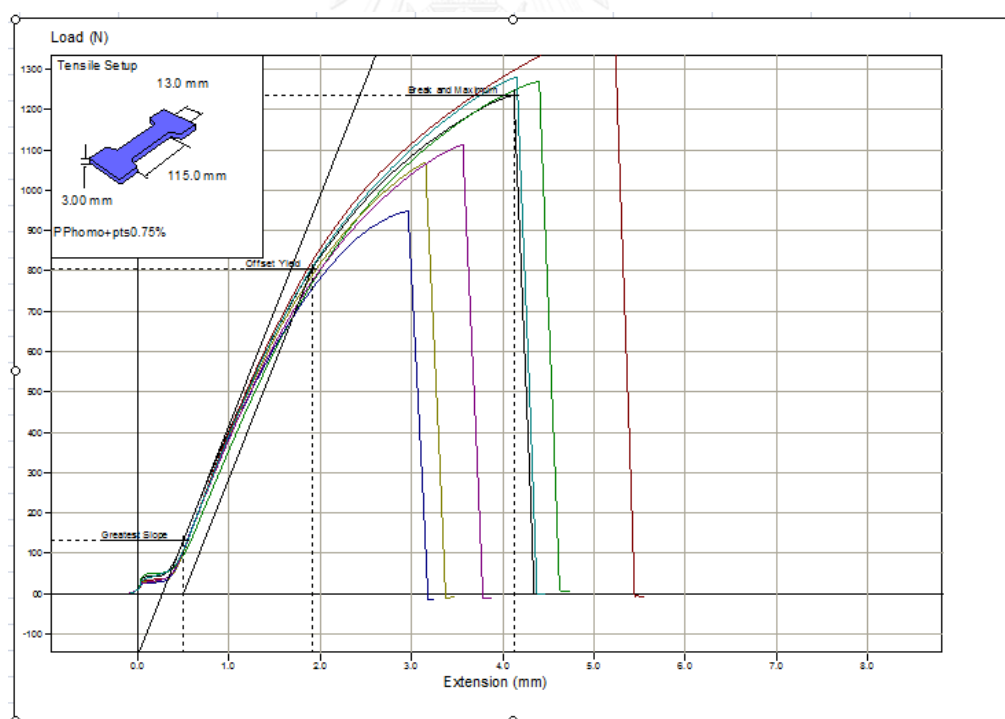


รูปที่ ฉ-2 พอลิโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 0.5

PP+0.75%

analcime

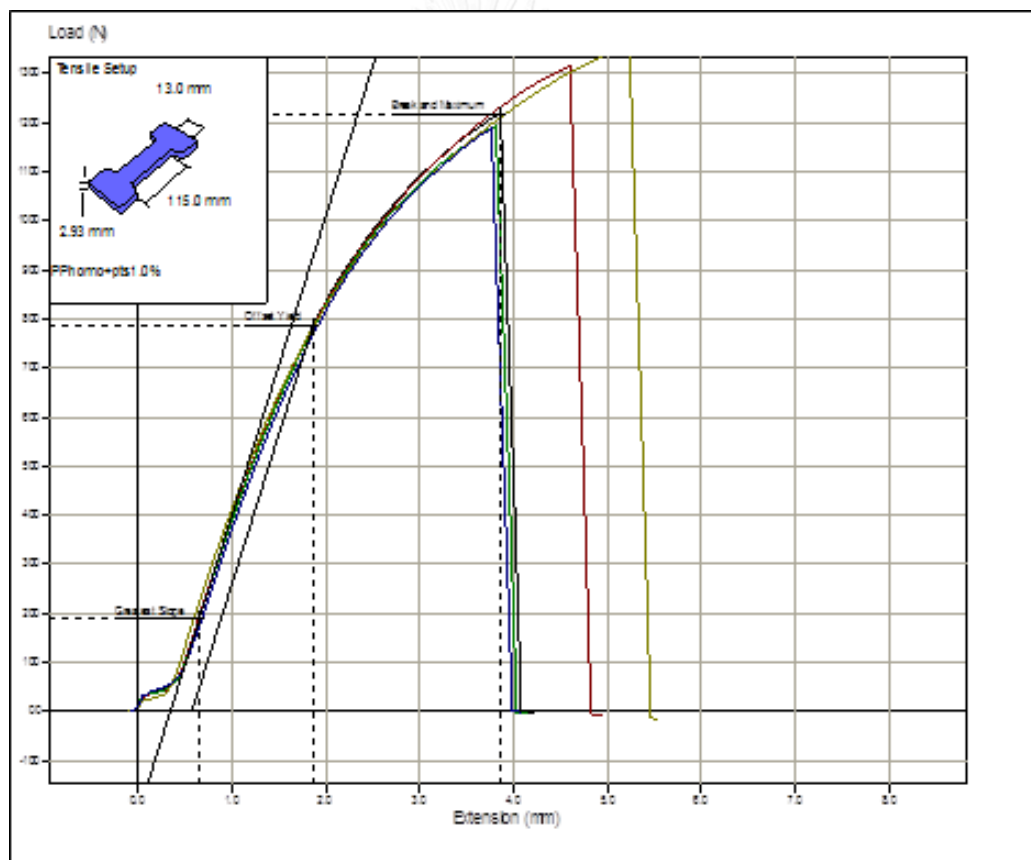
Sample	Width (mm)	Thickness (mm)	Area (mm)	Young's Modulus (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Extension at Break (mm)	% Strain at Break
1	13	3.00	39.00	1825.76	36.32	5.22	4.54
2	13	3.00	39.00	1601.76	32.57	4.39	3.82
3	13	3.00	39.00	1757.77	27.43	3.15	2.74
4	13	3.00	39.00	1701.75	24.31	2.96	2.58
5	13	3.00	39.00	1710.88	28.56	3.56	3.10
6	13	3.00	39.00	1755.39	32.83	4.15	3.61
7	13	3.00	39.00	1684.26	31.70	4.12	3.59



รูปที่ ๓-3 พอลิพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 0.75

PP+1.0% analcime

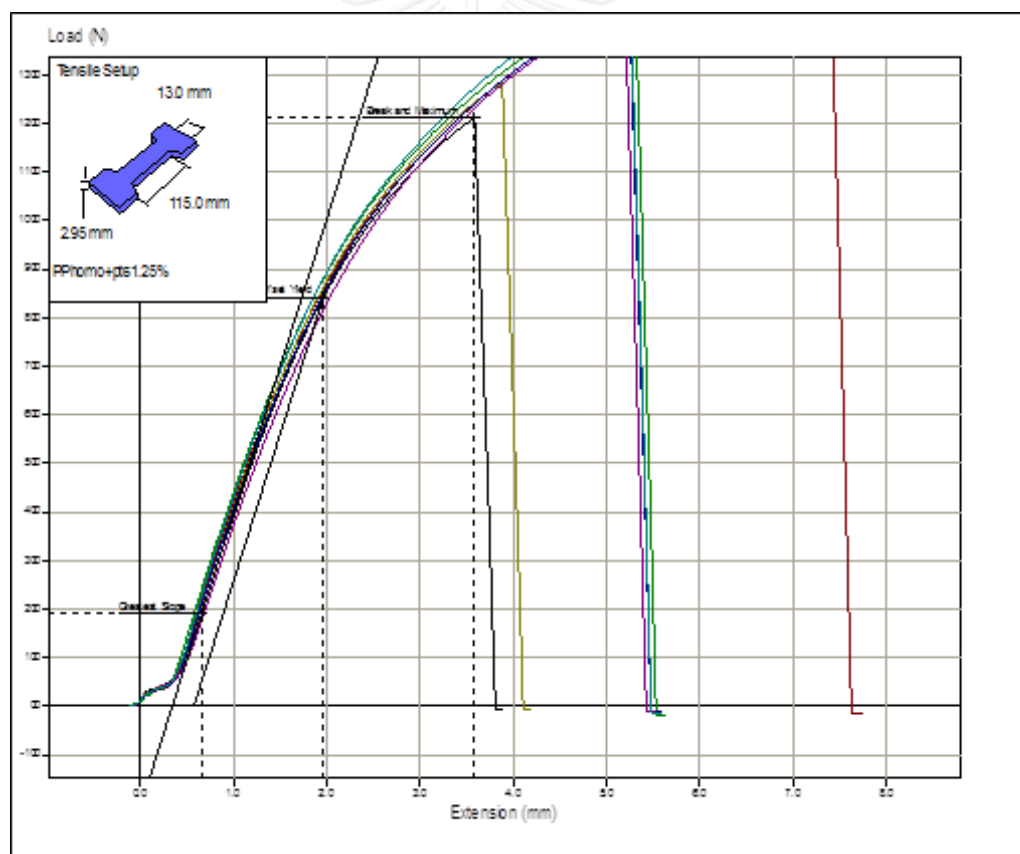
Sample	Width (mm)	Thickness (mm)	Area (mm)	Young's Modulus (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Extension at Break (mm)	% Strain at Break
1	13	2.97	38.61	1833.64	34.08	4.60	4.00
2	13	2.93	38.09	1822.75	31.34	3.81	3.31
3	13	2.93	38.09	1781.21	35.52	5.23	4.55
4	13	2.93	38.09	1737.40	31.20	3.76	3.27
5	13	2.93	38.09	1843.00	32.01	3.86	3.36



รูปที่ ๔-4 โพลีโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 1.0

PP+1.25% analcime

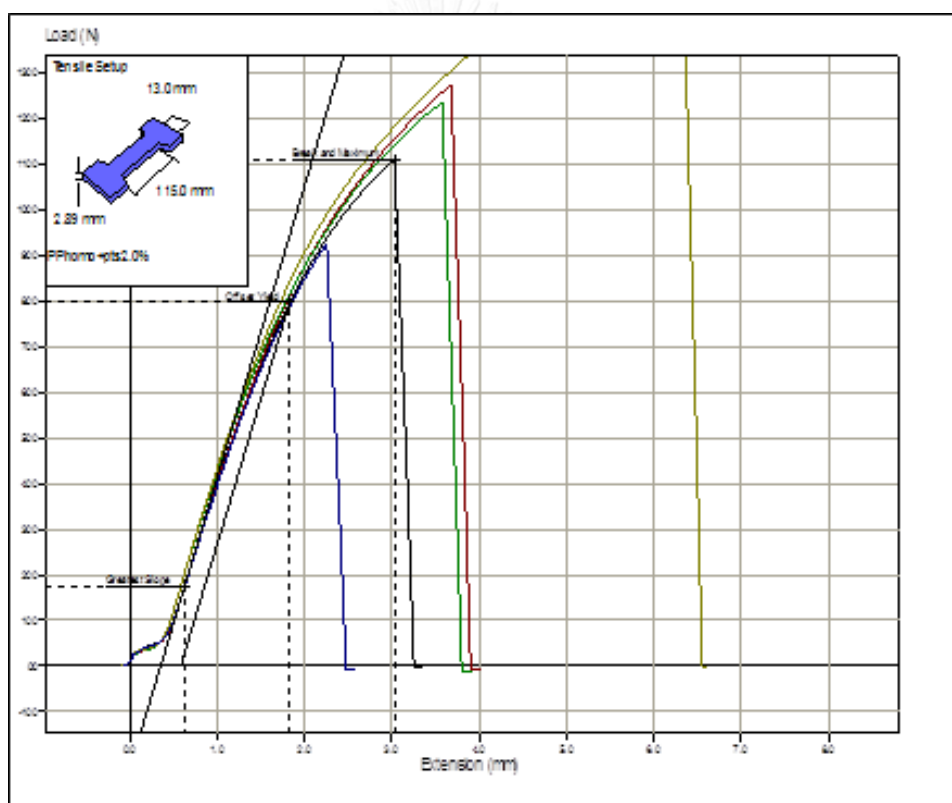
Sample	Width (mm)	Thickness (mm)	Area (mm)	Young's Modulus (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Extension at Break (mm)	% Strain at Break
1	13	2.93	38.09	1867.62	40.25	7.33	6.38
2	13	2.95	38.35	1859.24	38.01	5.29	4.60
3	13	2.95	38.35	1956.62	33.47	3.88	3.38
4	13	2.95	38.35	1877.18	37.50	5.24	4.56
5	13	2.95	38.35	1755.34	37.37	5.18	4.51
6	13	2.95	38.35	1953.26	38.50	5.25	4.57
7	13	2.95	38.35	1817.85	31.59	3.58	3.12



รูปที่ ๕-5 พอลิโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 1.25

PP+2.0% analcime

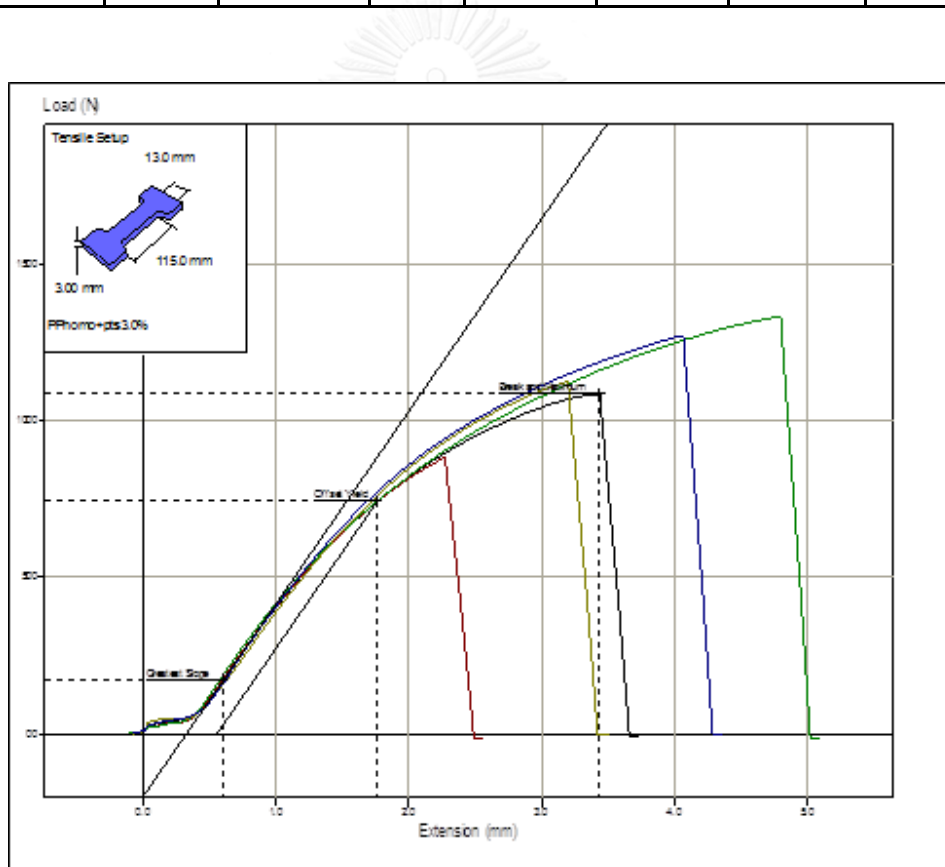
Sample	Width (mm)	Thickness (mm)	Area (mm)	Young's Modulus (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Extension at Break (mm)	% Strain at Break
1	13	2.89	37.57	1929.96	33.88	3.68	3.20
2	13	2.89	37.57	1986.82	32.86	3.58	3.11
3	13	2.89	37.57	1999.11	41.85	6.32	5.49
4	13	2.89	37.57	1883.55	24.64	2.25	1.96
5	13	2.89	37.57	1954.02	29.49	3.03	2.63



รูปที่ ๖-6 พอลิโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 2.0

PP+3.0% analcime

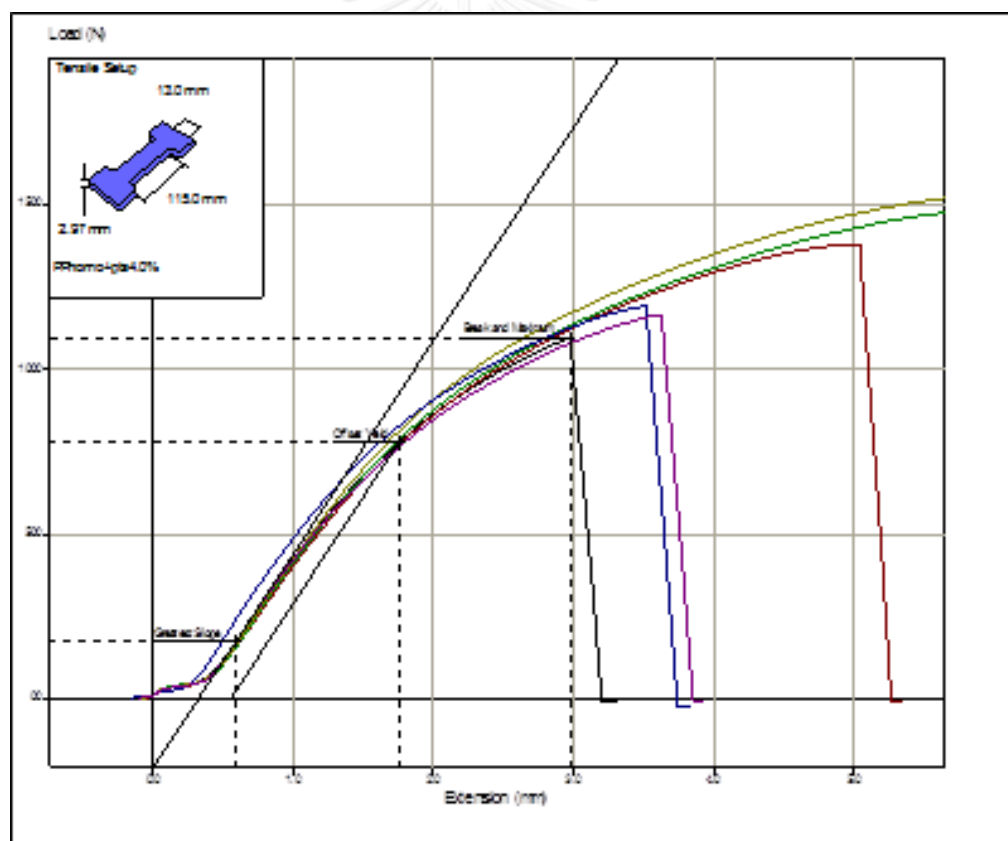
Sample	Width (mm)	Thickness (mm)	Area (mm)	Young's Modulus (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Extension at Break (mm)	% Strain at Break
1	13	3.00	39.00	1848.83	22.64	2.27	1.98
2	13	3.00	39.00	1860.99	34.21	4.80	4.17
3	13	3.00	39.00	1770.43	28.90	3.20	2.78
4	13	3.00	39.00	1883.49	32.63	4.07	3.54
5	13	3.00	39.00	1814.38	27.88	3.44	2.99



รูปที่ ๗-7 โพลีพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 3.0

PP+4.0% analcime

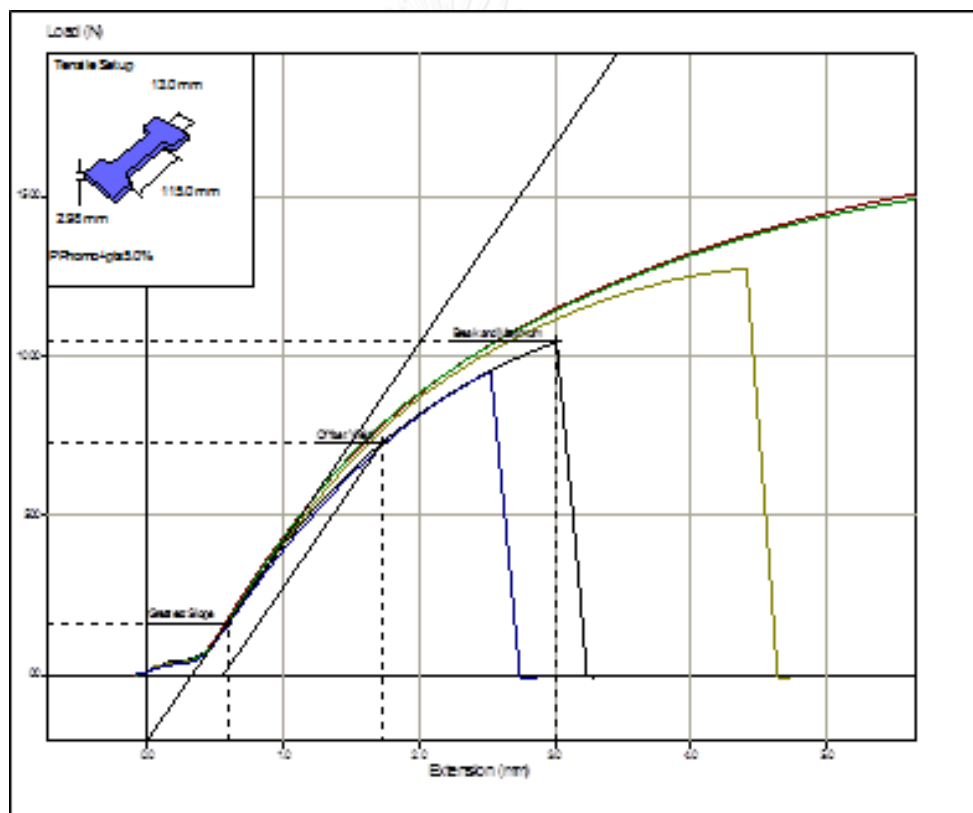
Sample	Width (mm)	Thickness (mm)	Area (mm ²)	Young's Modulus (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Extension at Break (mm)	% Strain At Break
1	13	2.97	38.61	1839.65	35.73	4.99	4.34
2	13	2.97	38.61	1925.39	38.58	6.04	5.26
3	13	2.97	38.61	2002.63	39.93	6.91	6.01
4	13	2.97	38.61	2024.67	30.87	3.51	3.05
5	13	2.97	38.61	1929.20	30.22	3.63	3.15
6	13	2.97	38.61	1931.09	28.41	2.98	2.59



รูปที่ ๘-8 พอลิโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 4.0

PP+5.0% analcime

Sample	Width (mm)	Thickness (mm)	Area (mm ²)	Young's Modulus (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Extension at Break (mm)	% Strain at Break
1	13	2.98	38.74	1985.85	40.13	6.68	5.81
2	13	2.98	38.74	1979.44	39.05	6.69	5.81
3	13	2.98	38.74	1933.16	32.86	4.41	3.83
4	13	2.98	38.74	1811.69	24.57	2.52	2.19
5	13	2.98	38.74	1847.12	26.94	3.01	2.62



รูปที่ ๙-๙ พอลิโพรพิลีนผสม analcime ร้อยละ 5.0

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายอำนาจ ลาภเกษมสุข เกิดเมื่อวันที่ 18 กันยายน พ.ศ. 2509 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาเทคโนโลยีพลาสติก ภาควิชาวิศวกรรมเคมีและสิ่งทอ คณะวิศวกรรมและเทคโนโลยี สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล วิทยาเขตเทเวศร์ ในปีการศึกษา 2534 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาโท วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2541 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต สาขาวัสดุศาสตร์ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำเร็จการศึกษาในภาคปลายปีการศึกษา 2557

นายอำนาจ ลาภเกษมสุข เกิดเมื่อวันที่ 18 กันยายน พ.ศ. 2509 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาเทคโนโลยีพลาสติก ภาควิชาวิศวกรรมเคมีและสิ่งทอ คณะวิศวกรรมและเทคโนโลยี สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล วิทยาเขตเทเวศร์ ในปีการศึกษา 2534 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาโท วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2541 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต สาขาวัสดุศาสตร์ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำเร็จการศึกษาในภาคปลายปีการศึกษา 2557

ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์ (ระดับปริญญาดุษฎีบัณฑิต)

1. A. Larpkasemsuk, S. Chuayjuljit, and D. Pongkao Kashima.(2013) "Phase Composition and Morphology of Potter Stone Microcrystalline Powders Synthesized by Hydrothermal Method", Advanced Materials Research, 664 : 620-624.
2. A. Larpkasemsuk, S. Chuayjuljit, W. Kornpanom, and D. Pongkao Kashima.(2013) "Hydrothermal Synthesis of Analcime from local Pottery Stone", Advanced Materials Research, 664: 810-805.