บทที่ 4

วัตถุดิบ และ วิธีดำเนินการวิจัย

ในการวิจัยครั้งนี้ ผู้วิจัยต้องการที่จะศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อค่า VOLUME RESISTIVITY เช่น ปริมาณยางไนไตรล์, ปริมาณสารเพิ่มเนื้อ (KAOLIN CLAY) และ ปริมาณสารเพิ่มความเสถียร (LEAD STABILIZER) เพื่อที่จะหาสูตรในการทำ PVC COMPOUND ที่เหมาะสมเพื่อให้ได้สมบัติทางไฟฟ้า สมบัติทางกล และ สมบัติอื่นๆ ที่จำเป็นในการเป็นฉนวนสายไฟฟ้า โดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

4.1 การเลือกวัตถุดิบ

วัตถุดิบที่ใช้ในงานวิจัย จะประกอบไปด้วย พีวีซีเรซิน, สารเพิ่มความเสถียร, สารเพิ่มเนื้อ, ยางไนไตรล์ และ สารเพิ่มความนุ่ม โดยวัตถุดิบดังกล่าว ผู้วิจัยมีเกณฑ์ในการคัดเลือกโดยคำนึงถึงสมบัติต่าง ๆ ดังนี้

- สมบัติทางไฟฟ้า (ELECTRICAL PROPERTIES)
- สมบัติเชิงกล (MECHANICAL PROPERTIES)
- สมบัติการใช้งานที่อุณหภูมิต่ำ (LOW TEMPERATURE PROPERTIES)
- สมบัติความเสถียรทางความร้อน (HEAT STABILITY)
- ค่าการระเหย (VOLATILITY)
- ราคา (COST)

4.1.1 พีวีซีเรซิน

ในงานวิจัยนี้ ผู้ทำวิจัยได้เลือกพีวีซีเรซินของบริษัทไทยพลาสติกและเคมีภัณฑ์ จำกัด โดยพีวีซีเรซินของบริษัทดังกล่าวมีชื่อทางการค้าว่า SG.660 มีน้ำหนักโมเลกุลปานกลาง ซึ่งเป็นเกรดใช้งานทั่วไป โดยมีค่า K-VALUE 66 มีค่า BULK DENSITY ปานกลาง มีสมบัติเชิงกลที่ดี ทั้งนี้ ถ้าค่า K-VALUE มากขึ้นจะทำให้ยากในการผลิตและการขึ้นรูป BULK DENSITY มีค่าปานกลาง (0.5 g / ml.) ทั้งนี้เพื่อให้การดูดซับสารเพิ่มความนุ่มเป็นไปได้ด้วยดี ตัวอย่างข้อกำหนดสินค้าประเภทพีวีซีเรซิน แสดงในภาคผนวก

4.1.2 สารเพิ่มความนุ่ม

สารเพิ่มความนุ่ม ผู้ทำวิจัยได้เลือก DIOCTYL PHTHALATE (DOP) ของบริษัทเช้าท์ชิตี้ ดาฮิน ปิโตรเคม จำกัด ทั้งนี้เนื่องจากมีค่าการระเหยไม่มากจนเกินไป สามารถเข้ากันได้ดีกับพีวีซีและสารประกอบอื่น ๆ ความสามารถใช้งานที่อุณหภูมิต่ำได้พอสมควร มีค่า VOLUME RESISTIVITY เหมาะสมที่จะเป็นฉนวนไฟฟ้า มีค่าความคงทนต่อความร้อนได้ดี ตัวอย่างข้อกำหนดสินค้าประเภท DOP แสดงในภาคผนวก

4.1.3 สารเพิ่มความเสถียร

สารเพิ่มความเสถียรที่ใช้ในงานวิจัยนี้ จะเป็นประเภท ONE-PACKED STABILIZER ของบริษัทสยามสเตบิไลเซอร์สแอนด์เคมิคอลส์ จำกัด โดยสารเพิ่มความเสถียรของบริษัทนี้มีชื่อทางการค้าว่า STABINEX OGW5 เป็นชนิด MONOHYDROUS TRIBASIC LEAD SULPHATE เนื่องจากมีค่า VOLUME RESISTIVITY ที่ค่อนข้างสูง มีความเสถียรทางความร้อน (สังเกตจากปริมาณ LEAD CONTENT, PbO หรือ LITHARGE) ที่ดี และเนื่องจากเป็น ONE-PACKED จึงมีพวกสารหล่อลื่นผสมอยู่ทำให้มีความง่ายในการผลิตและการขึ้นรูป ตัวอย่างข้อกำหนดสินค้า แสดงในภาคผนวก

4.1.4 สารเพิ่มเนื้อ

สารเพิ่มเนื้อที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ใช้ KAOLIN CLAY โดยเป็นชนิด CALCINED KAOLIN ของบริษัทสยามสเตบิไลเซอร์สแอนด์เคมิคอลส์ จำกัด สารเพิ่มเนื้อของบริษัทนี้ มีชื่อทางการค้าว่า SATINIONEP SP-33 ทั้งนี้เนื่องจากให้ค่า VOLUME RESISTIVITY สูงมาก ช่วยปรับปรุงสมบัติทางกล ตัวอย่างข้อกำหนดสินค้า แสดงในภาคผนวก

4.1.5 ยางไนไตรล์

ยางไนไตรล์ที่ใช้ในงานวิจัย เป็นของบริษัท GOODYEAR CHEMICALS EUROPE ยางไนไตรล์ของบริษัทนี้ มีชื่อทางการค้าว่า CHEMIGUM P 7400 มีลักษณะเป็นผงยางไนไตรล์ ซึ่งมีปริมาณ ACRYLONITRILE 30-34% และ ค่า MOONEY VISCOSITY (ML 1+4 AT 100°C) 40-70 ทั้งนี้เพราะเนื่องจากมีลักษณะเป็นผงจึงทำให้ง่ายในการเข้าเป็นเนื้อเดียวกันกับส่วนประกอบใน PVC COMPOUND ช่วยปรับปรุงในเรื่อง IMPACT STRENGTH จัดเป็น POLYMERIC PLASTICIZER มีค่าการระเหยต่ำ ทนต่อการสกัดด้วยน้ำมันและตัวทำละลายไม่มีขั้ว สามารถใช้งานได้ดีที่อุณหภูมิต่ำ แต่มีค่า DIELECTRIC LOSS มาก จึงทำให้สมบัติความเป็นฉนวนลดลง ตัวอย่างข้อกำหนดสินค้า แสดงในภาคผนวก

4.2 การกำหนดสูตรผสม

ในงานวิจัยนี้ต้องการทราบตัวแปรที่มีผลต่อค่า VOLUME RESISTIVITY ดังนั้นจึงจำเป็นต้องกำหนดตัวแปรและปริมาณที่ใช้เพื่อจะได้ทราบถึงความสัมพันธ์ระหว่างค่า VOLUME RESISTIVITY กับปริมาณของสารเพิ่มความเสถียร, สารเพิ่มเนื้อ และ ยางไนไตรล์ หลังจากทราบความสัมพันธ์แล้วจะได้กำหนดสูตรผสมเพื่อให้ได้ PVC COMPOUND ที่มีสมบัติตามต้องการ และ คำนึงถึงต้นทุนในการผลิตด้วย

ในงานวิจัยนี้ได้กำหนดความสัมพันธ์ของปริมาณการใช้ สารเพิ่มความเสถียรทางความร้อน (ในที่นี้ใช้ OGW-5), สารเพิ่มเนื้อ (ในที่นี้ใช้ CLAY) และ ยางไนไตรล์ (NBR) ออกเป็น 4 กลุ่มใหญ่ ๆ คือ

4.2.1 กำหนดปริมาณสารเพิ่มความเสถียรที่ระดับ 3,4 และ 5 phr โดยไม่มีส่วนผสมของยางไนไตรล์ และ สารเพิ่มเนื้อ ดังนั้นสูตรที่ได้จะเป็น

ชื่อสาร	PVC RESIN (K 66)	DOP	Stabilizer	CLAY	NBR
ปริมาณ (phr)	100	60	3-5	-	-

การกำหนดปริมาณ DOP = 60 phr จะได้ค่าความแข็งประมาณ SHORE A 73 ซึ่งเป็นค่าที่เหมาะที่จะใช้ผลิตฉนวนไฟฟ้า ทั้งนี้ที่ไม่กำหนดปริมาณ DOP ให้มากกว่าที่ระบุ เนื่องจากต้องการให้สูตรนี้เป็นเกณฑ์เปรียบเทียบกับสูตรผสมอื่น ๆ สำหรับปริมาณสารเพิ่มความเสถียรกำหนดไว้ 3-5 phr ก็เนื่องจากบริษัทผู้ผลิตได้มีการทำวิจัยแล้วมีข้อแนะนำว่าปริมาณที่เหมาะที่จะใช้อยู่ในระดับ 3-5 phr ซึ่งจะเพียงพอต่อความเสถียรทางความร้อน และ ข้อจำกัดในเรื่องต้นทุนในการผลิต

4.2.2 กำหนดปริมาณสารเพิ่มความเสถียรที่ระดับ 3, 4 และ 5 phr โดยใช้สารเพิ่มเนื้อที่ปริมาณ 10, 20 และ 30 phr โดยไม่มียางไนไตรล์ ดังนั้นสูตรที่ได้จะเป็น

ชื่อสาร	PVC RESIN (K 66)	DOP	Stabilizer	CLAY	NBR
ปริมาณ (phr)	100	60	3-5	10-30	-

การที่กำหนดปริมาณ CLAY 10, 20 และ 30 phr เนื่องจากในเอกสารอ้างอิงได้กำหนดปริมาณที่เหมาะสมไว้ควรอยู่ในช่วง 5-15 phr (MATHUR AND VANDERHEIDEN,CITED IN NASS AND HEIBERGER,1988:510) ทั้งนี้เพราะถ้าใช้มากขึ้นจะทำให้ PVC COMPOUND มีค่า STIFFNESS มากขึ้น

4.2.3 กำหนดปริมาณสารเพิ่มความเสถียรที่ระดับ 3, 4 และ 5 phr โดยใช้ NBR ที่ปริมาณ 15, 30 และ 50 phr การที่กำหนดปริมาณยางไนไตรล์ที่กล่าวไว้ข้างต้น ก็เนื่องจากถ้ามีการใช้ยางไนไตรล์ที่มากเกินไปจะทำให้สมบัติเชิงกลเปลี่ยนไป และ เนื่องจากในสูตรผสมมีการใช้สารเพิ่มความนุ่มด้วย ก็อาจจะเกิดปรากฏการณ์ที่เรียกว่า BLEEDING

ชื่อสาร	PVC RESIN K 66	DOP	Stabilizer	CLAY	NBR
ปริมาณ (phr)	100	60	3-5	-	15-50

4.2.4 กำหนดปริมาณสารเพิ่มความเสถียรที่ระดับ 3, 4 และ 5 phr NBR ที่ระดับ 15, 30 และ 50 phr และใช้สารเพิ่มเนื้อที่ปริมาณ 10, 20 และ 30 phr โดยอัตราส่วนผสมของสารต่าง ๆ ดังกล่าว เป็นดังนี้

ชื่อสาร	PVC RESIN K 66	DOP	Stabilizer	CLAY	NBR
ปริมาณ (phr)	100	60	3-5	10-30	15-50

4.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

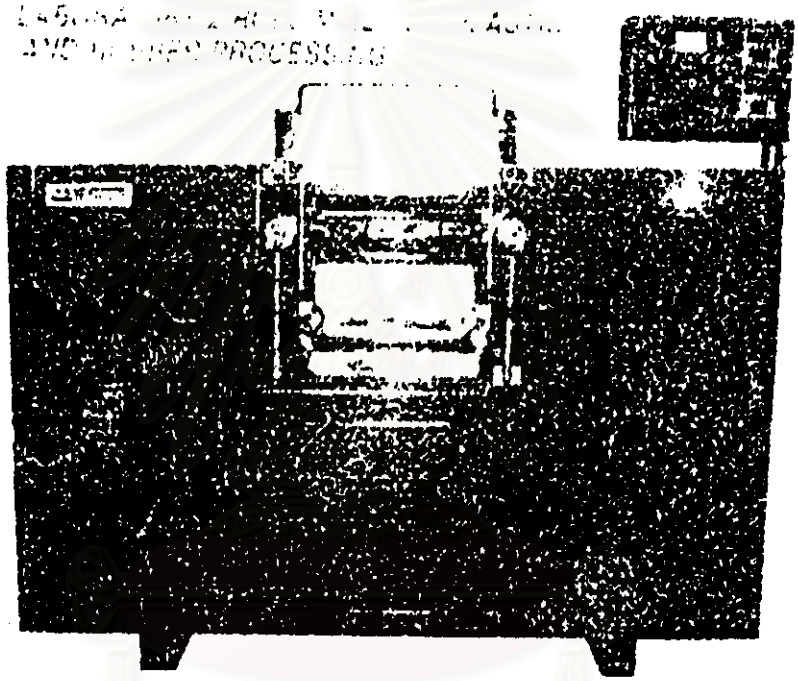
ในงานวิจัยนี้จำเป็นต้องใช้เครื่องมือและอุปกรณ์ต่าง ๆ ดังนี

4.3.1 TWO-ROLLS MILL

เครื่องมือนี้ใช้เพื่อทำให้ DRY-BLEND COMPOUND ละลายผสมเป็นเนื้อเดียวกันแล้วรีดชิ้นงานเป็นแผ่น SHEET โดยสามารถปรับระยะห่างของลูกกลิ้ง, อุณหภูมิ และ ความเร็วรอบของลูกกลิ้งได้ ดังแสดงในภาพที่ 4.1

4.3.2 เครื่องอัดแผ่น SHEET

เครื่องนี้ทำหน้าที่อัดแผ่น SHEET มากกว่า 1 แผ่น (ความหนาของ SHEET 1 แผ่น ประมาณ 0.7-1 mm.) ให้มีลักษณะเป็นแผ่นเดียวกัน โดยสามารถปรับอุณหภูมิและแรงกดได้ ทั้งนี้เพื่อให้ผิวหน้าของแผ่น SHEET เรียบ เพื่อประโยชน์ในการทดสอบต่อไป ดังแสดงในภาพที่ 4.2



ภาพที่ 4.1 ภาพแสดงเครื่อง TWO-ROLLS MILL

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาพที่ 4.2 ภาพแสดงเครื่องอัดแผ่น SHEET

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดลำแสง (SEM)

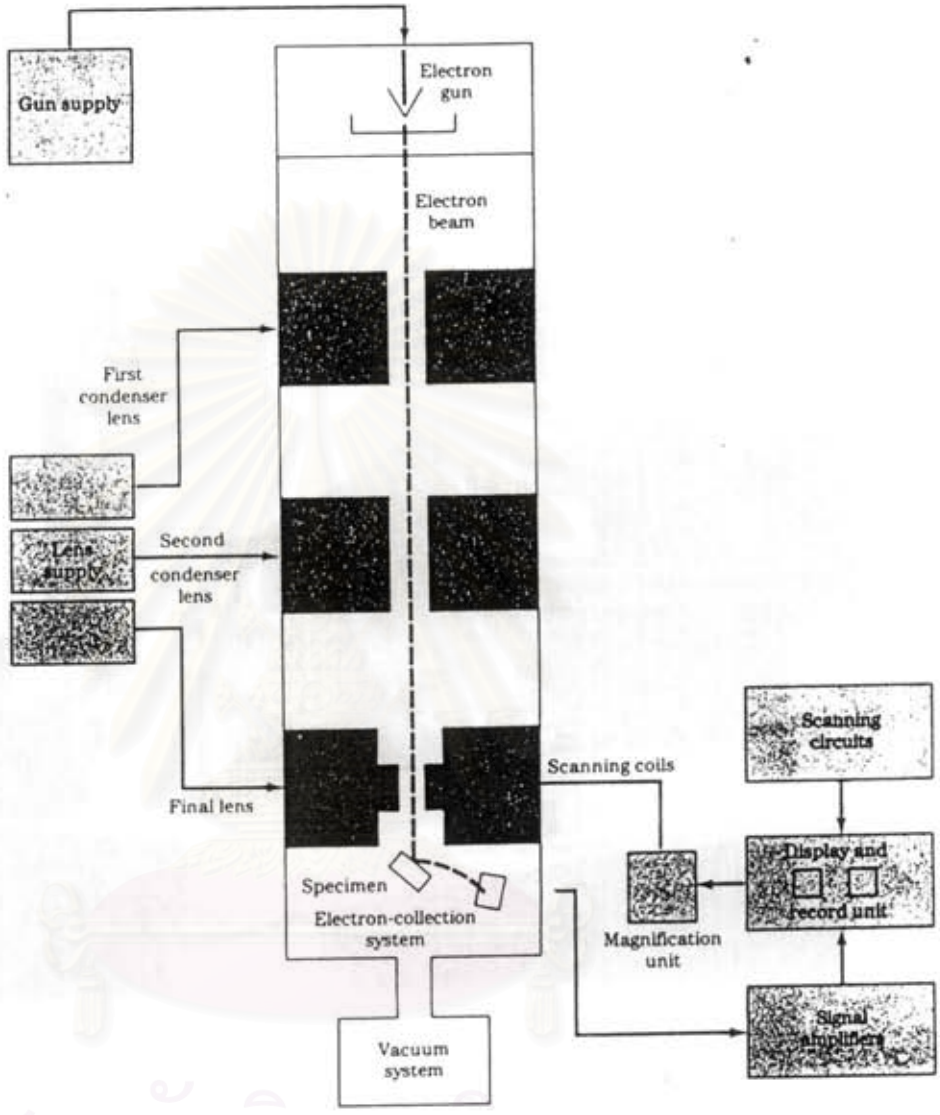
SCANNING ELECTRON MICROSCOPE หรือ SEM มีหลักการทำงาน ดังแสดงในภาพที่ 4.3 โดยระบบการทำงานจะเริ่มจากอิเล็กตรอนกำเนิดลำแสงอิเล็กตรอนในท่อสูญญากาศ และ ถูกโฟกัสส่องตรงไปกระทบบนจุดเล็ก ๆ บนวัสดุเป้าหมาย ชุดลวดสแกนจะทำให้ลำแสงสแกนพื้นที่เล็ก ๆ บนชิ้นงาน อิเล็กตรอนที่ถูกกระจายกลับเป็นมุมเล็ก ๆ จะทำกิริยากับพื้นผิวหน้าของวัสดุ ทำให้เกิดอิเล็กตรอนสะท้อนกลับแบบทุติยภูมิ (อิเล็กตรอนตัวที่สองซึ่งเป็นอิเล็กตรอนที่ถูกปล่อยออกมาจากโลหะที่เป็นเป้าหลังจากถูกกระแทกด้วยอิเล็กตรอนตัวแรกที่ได้จากลำแสงอิเล็กตรอน) และ ให้สัญญาณไฟฟ้าออกมาเพื่อมาสร้างภาพให้เกิดภาพที่มีความลึกของภาพมากกว่าภาพจากกล้องจุลทรรศน์ธรรมดาถึง 300 เท่า ค่าความละเอียด (RESOLUTION) ของเครื่อง SEM ทั่วไปจะเท่ากับ 5 nm. เครื่อง SEM แสดงได้ดังภาพที่ 4.4

4.3.4 เครื่องวัดค่า VOLUME RESISTIVITY

เป็นเครื่องที่ใช้วัดค่า VR ทั้งนี้เพื่อที่จะทดสอบว่าวัสดุประเภทใดมีค่าความเป็นฉนวนมากกว่า โดยค่าความเป็นฉนวนมาก ค่า VR จะมีค่าสูง ๆ โดยมีหลักการทำงานดังแสดงในภาพที่ 3.4 ซึ่งเครื่องวัดค่า VR โดยมากประกอบด้วย ELECTRODE CELLS 2 ชั้ว อยู่ภายในตู้อบที่ทำหน้าที่ควบคุมอุณหภูมิและความชื้น โดยแผ่นฉนวนที่จะวัดค่า VR จะประกบด้วยแผ่น TIN FOIL สี่เหลี่ยมด้านหนึ่งและอีกด้านหนึ่งของแผ่นฉนวนประกบด้วยแผ่น TIN FOIL วงกลมซึ่งได้ทา SILICONE GREASE บนแผ่น FOIL ทั้งสองบริเวณด้านที่ติดกับแผ่นฉนวน แผ่นฉนวนที่ประกบ TIN FOIL จะอยู่ระหว่าง ELECTRODE CELLS และ สัมผัสกับ ELECTRODE CELLS เมื่อมีการปล่อยไฟฟ้ากระแสสลับ 220 V ผ่าน ELECTRODE CELLS (ซึ่งมีลักษณะเป็นขดลวดวงกลม) ELECTRODE CELLS จะปล่อยกระแสอิเล็คตรอนวิ่งผ่านแผ่นฉนวนเพื่อไปยัง ELECTRODE CELLS อีกด้านหนึ่งของแผ่นฉนวน ซึ่งจะเปลี่ยนกระแสอิเล็คตรอนที่วัดได้เป็นค่าความต้านทานทางไฟฟ้า แล้วทำการคำนวณโดยค่าที่ได้จะมีหน่วยเป็น โอห์ม-เซ็นติเมตร (Ω.cm.)

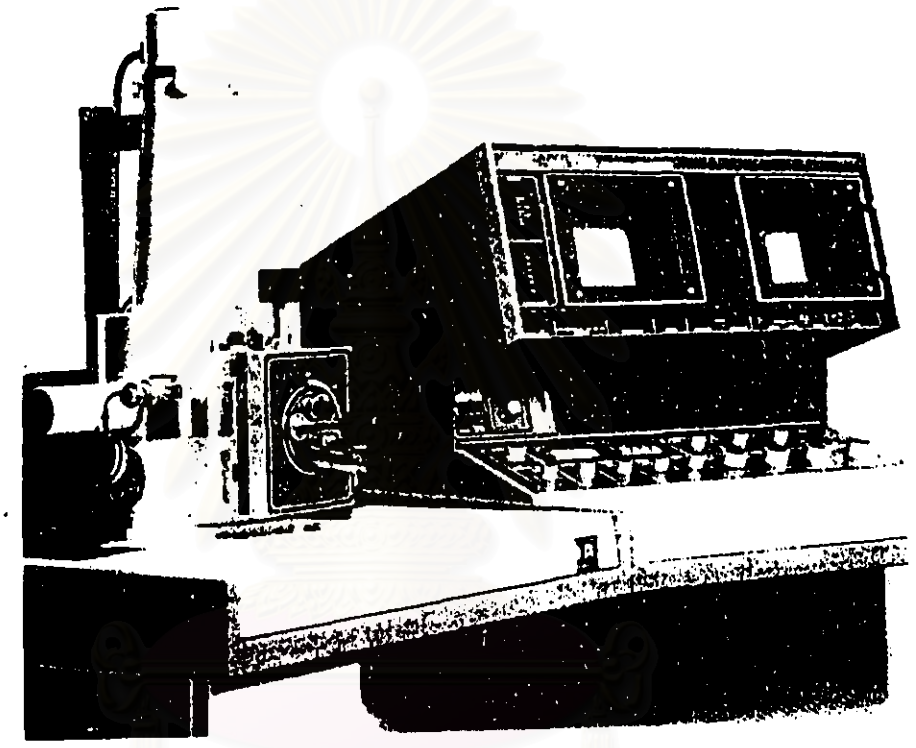
4.4 การเตรียมชิ้นงาน

หลังจากที่ได้กำหนดสูตรแล้วจะได้นำสูตรผสมต่าง ๆ เหล่านั้น มาทำการผสมเพื่อที่จะทำเป็นชิ้นงานตัวอย่างมาทำการทดสอบค่า VOLUME RESISTIVITY (VR) ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้



ภาพที่ 4.3 ภาพแสดงหลักการทำงานของเครื่อง SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 4.4 ภาพแสดงเครื่อง SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.4.1 การผสมวัตถุดิบ

ผสมวัตถุดิบตามสูตรที่กล่าวถึงข้างต้นเพื่อให้ได้ปริมาณ DRY BLEND COMPOUND 50 g. โดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

- ชั่ง PVC RESIN ตามปริมาณที่ระบุลงในบีคเกอร์ขนาด 100 ml. โดยใช้เครื่องชั่งที่มีความละเอียด 200 mg.
- ชั่ง สารเพิ่มความเสถียร และ CLAY ตามปริมาณที่ระบุ
- ผสมส่วนประกอบต่าง ๆ ในบีคเกอร์ที่กวนด้วยช้อน STAINLESS ให้เข้ากัน
- เติม DOP ในปริมาณที่กำหนดแล้วคนให้เข้ากัน
- เทส่วนผสมทั้งหมดลงบนลูกกลิ้ง (TWO ROLL MILL) ที่มีอุณหภูมิ 150°C และช่องว่างระหว่างลูกกลิ้ง 0.8 mm.
- ทำการผสมบนลูกกลิ้ง เมื่อผสมได้ 2 นาที แล้วเติม NBR ในปริมาณที่กำหนด จากนั้นผสมบนลูกกลิ้งต่อไปอีก 4 นาที ก่อนครบเวลา 6 นาที ให้ปรับช่องว่างความหนาของแผ่น SHEET เป็น 1 mm. จากนั้นให้ดึงแผ่น SHEET ออกจากตัวเครื่อง

4.4.2 การอัดแผ่น SHEET

- แบ่งแผ่น SHEET ที่ได้จากข้อ 4.3.1 ที่มีความหนา 0.7-1.0 mm. 2 ชิ้น มาใส่ในแม่พิมพ์แผ่นเหล็ก (MOULD SHEET) ซึ่งถูกหุ้มด้วย FILTER CLOTH
- นำมาวางบนแผ่นให้ความร้อน แล้วควบคุมอุณหภูมิการอัดที่ 160°C โดยเริ่มอัดเป็นเวลา 2 นาที ที่ 150 kg/cm^2 โดยไม่ให้ความร้อน
- ให้ความร้อนที่ 160°C และ แรงดัน 150 kg/cm^2 ต่ออีก 3 นาที
- นำแผ่นที่คลุมออกมา และ วางบน COOLING PRESS และให้แรงอัดอีก 5 นาที ที่ 150 kg/cm^2
- หลังจากหล่อเย็น นำแม่พิมพ์แผ่นเหล็กที่ประกบทั้งชุดออก นำแผ่น SHEET ออกจากแผ่น STAINLESS เพื่อที่จะเตรียมวัดค่า VR ต่อไป

4.5 การวัดค่า VOLUME RESISTIVITY

1. นำแผ่น SHEET ดังกล่าว มาเช็ดด้วยกระดาษชำระให้สะอาดทั้งสองด้านแล้วทา SILICONE GREASE ลงบนแผ่น TIN FOIL ขนาด 19.6 cm^2 (แผ่นกลม) และ ขนาด 36 cm^2 (แผ่นสี่เหลี่ยม) ให้ทั่วทั้ง 2 แผ่น โดยทาบาง ๆ

2. ประกบแผ่น TIN FOIL ลงบนแผ่น SHEET ทั้งสองด้าน โดยให้แผ่นสี่เหลี่ยมคลอบคลุมแผ่นวงกลมทั้งหมด แล้วใช้ผ้าก๊อซสะอาดรีดให้เรียบ ไม่ให้มีฟองอากาศหลงเหลืออยู่

3. นำแผ่น SHEET ที่ติด TIN FOIL เสร็จแล้ววางไว้ในตู้อบที่อุณหภูมิ 30°C เป็นเวลา 2 ชม. (ก่อนทำการวัดค่า VR ให้เปิดเครื่อง VR ก่อน 10 นาที)

4. นำแผ่น SHEET จากตู้อบมาวัดค่า VR ในเครื่องวัดค่า VR โดยทำการเปิดฝาเครื่องแล้วนำแผ่น SHEET ในด้านที่มีแผ่น TIN FOIL วงกลม ประกบลงบน CELL ของเครื่องวัดแล้วปิดฝาเครื่อง

5. เลื่อนสวิทช์ไปที่ตำแหน่ง CHARGE เป็นเวลา 1 นาที แล้วเลื่อนสวิทช์ไปที่ตำแหน่ง MEASURE แล้วอ่านค่า RV

6. เลื่อนสวิทช์ลงมาที่ตำแหน่ง DISCHARGE แล้วเปิดฝาเครื่องเพื่อนำแผ่น SHEET ออกมาลอก TIN FOIL เพื่อทำการวัดความหนาเฉลี่ย จากนั้นนำค่า RV ที่ได้ และความหนาของแผ่น SHEET ที่วัดได้ ไปคำนวณหาค่า VR

$$\text{VOLUME RESISTIVITY, VR } (\Omega.\text{cm}) = \frac{\text{RV} \times 19.6}{\text{ความหนาเฉลี่ยของแผ่น SHEET}}$$

4.6 การทำ SCANNING ELECTRON MICROSCOPE (SEM)

ผลที่ได้จากการทดสอบค่า VOLUME RESISTIVITY, VR สามารถที่จะเข้าใจได้มากขึ้นถึงปรากฏการณ์ดังกล่าว ได้ด้วยการมองภาพที่ได้จากเครื่องมือนี้ โดยภาพที่ได้จะเป็นภาคตัดขวางของเนื้อโพลิเมอร์ (ในที่นี้คือ โพลิเมอร์ผสมระหว่าง PVC และ NBR) โดยขั้นตอนในการใช้เครื่อง SEM มีดังนี้

1. นำแผ่น SHEET ที่ได้จากขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานมาตัดให้ได้ขนาด 2 × 2 cm.

2. นำแผ่น SHEET ที่ตัดแล้วใส่ลงใน LIQUID NITROGEN ทิ้งไว้จนแผ่น SHEET ดังกล่าว เปราะเหมือนแก้ว

3. ทำการหักชิ้นงานดังกล่าวให้เกิดรอยแตกบริเวณความหนาของชิ้นงาน (ชิ้นงานหนา 0.7-1 mm.)

4. นำชิ้นงานที่หักแล้วมาเคลือบผิวด้วยทองเพื่อให้เกิดความนำไฟฟ้าที่ดี ซึ่งแรงดันไฟฟ้าที่ใช้เท่ากับ 15 KV

5. ปรับความสว่างและความเข้มของแสงพร้อม ๆ กับปรับ FOCUS รวมถึงกำลังขยายที่ต้องการจนเกิดภาพที่ชัดเจนที่สุด จากนั้นก็ทำการถ่ายภาพที่ได้จากเครื่องลงบนแผ่นฟิล์ม PORALOID

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย