

**Thesis Title** Effects of Processing Conditions on the Morphology and Properties of Microcellular and Fine-celled Polypropylene Foams

**Author** Miss Wanrudee Kaewmesri

**Degree** Doctor of Philosophy (Materials Science)

<b>Thesis Advisory Committee</b>	Dr. Jantrawan Pumchusak	Chairperson
	Dr. Robert Molloy	Member
	Asst. Prof. Dr. Teerapol Wongchanapiboon	Member
	Dr. Pornchai Rachtanapun	Member

## ABSTRACT

The production of rigid polypropylene (PP) foams is very challenge due to the limitation of its regular ordered structure that so called “crystalline regions” to the foaming. This interior structure influences many properties of the polymer and the processability. Most frequently, in the foam manufacturing, the crystalline regions are a relatively effective barrier to diffusion of gases, especially in a solid-state batch foaming process. Moreover, using of PP material in the continuous foaming process is related to the weak melt strength during the process as results in the difficulty to maintain the volume expansion ratio and the shape of final PP foams. Therefore, this research was motivated to solve the problem in the processability with different PP materials (i.e., Moplen EP 380T, SW-844 and Honam SMS-514). Moplen EP 380T, SW-844 PP was used in the solid-state batch foaming process in order to produce the microcellular PP foams and the Honam SMS-514 PP was used in the continuous foaming process (a tandem foaming extrusion system) in order to fabricate low-density, fine-celled PP foams. For the solid-state batch foaming process, the

advantage of solvent plasticization was utilized to lower the crystallinity in the PP matrix with different sample thicknesses (i.e., 0.5, 1.0, and 1.5 mm) by including a solvent-swelling step into the process. The effects of solvent plasticization and processing conditions on the foam characteristics either a physical appearance (density and cellular morphology) and mechanical properties (tensile properties and impact strength) of the final microcellular PP foams were investigated compared to un-foamed PP sheet and non-solvent PP foams. As the experimental results, the crystallinity reduction of PP evidenced the significant performance of solvent to allow a high content of gas to be absorbed into the polymer matrix during the process as resulted in a high density of nuclei. Whereas to achieve the same amount of cell density, non-solvent samples required a high foaming temperature (100 °C to 165 °C) but including the solvent-swelling step could generate the microcellular morphology in PP at low temperatures (i.e., 25 °C or 50 °C). However, the sample thickness slightly affected on the foamability and cellular structure as the cell nucleation behavior of thin sheet (0.5 mm) was more easily generated than that of a thicker one due to the different heat transfer through the different thickness of PP sheet as clearly seen in the chloroform-swollen foams at low temperatures (25 °C and 50 °C). Furthermore, including the swelling step in the foaming process the foamed samples possessed a superior impact strength compared to those of un-foamed samples and non-solvent foams. Although, the tensile properties of the foams seemed to be less than those of the un-foamed samples but more flexible PP products could be accomplished with the microcellular structure (3 to 8  $\mu\text{m}$  in cell size and  $10^8$ - $10^{10}$  cells/cm<sup>3</sup> in cell density). On the other hand, in the continuous foaming process, utilizing different amounts of fine talc particles (i.e., 0.8, 1.6, and 2.4 wt%) and CO<sub>2</sub>

gas (1, 3, and 5 wt%) could nucleate the fine-celled morphology in the foams and the required volume expansion ratio could be successfully achieved with the suppression of cell collapse using high-melt-strength (HMS) branched PP material, an optimum die temperature, and an optimum pressure drop rate of the filament die (0.86"/0.037" of length/diameter ratio). The results showed that the expansion behavior of the foams was governed by two mechanisms; the gas loss phenomenon at high temperatures and the crystallization of polymer at low temperatures. These were clearly observed at high CO<sub>2</sub> contents (3 or 5 wt%). The optimum foaming temperature tended to shifted to lower temperatures because of the plasticization effect with the increased CO<sub>2</sub> content. However, the maximum expansion ratio up to 12-14 folds with the maximum number of cells up to 10<sup>7</sup>-10<sup>9</sup> cells/cm<sup>3</sup> and small cells (less than 0.02 mm) of the final PP foam was successfully obtained at 0.8 wt% of talc with 5 wt% of CO<sub>2</sub>.

**ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์** ผลของสภาวะกระบวนการผลิตต่อสัณฐานวิทยาและสมบัติของ  
โพลีพรอพิลีนชนิดไมโครเซลลูลาร์และเซลล์ละเอียด

**ผู้เขียน** นางสาววรรณฤดี แก้วมีศรี

**ปริญญา** วิทยาศาสตร์ดุสิตบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)

<b>คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์</b>	อ.ดร.จันทราวรรณ พุ่มชูศักดิ์	ประธานกรรมการ
	อ.ดร.โรเบิร์ต มอลลอย	กรรมการ
	ผศ.ดร.ธีระพล วงศ์ชนะพิบูลย์	กรรมการ
	อ.ดร.พรชัย ราชตะนະพันธ์	กรรมการ

#### บทคัดย่อ

การผลิตโพลีพรอพิลีน (พีพี) นับเป็นงานที่ทำหาย เนื่องจากข้อจำกัดต่อการโม่เนื่องจากการจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบของโครงสร้างที่เรียกว่า “บริเวณที่มีความเป็นผลึก” ซึ่งโครงสร้างภายในดังกล่าวนี้ มีอิทธิพลต่อสมบัติต่างๆ ของพอลิเมอร์ และความสามารถในกระบวนการผลิต ซึ่งบ่อยครั้งพบว่าบริเวณที่มีความเป็นผลึกของพอลิเมอร์จะทำให้เกิดอุปสรรคต่อการแพร่ของแก๊ส โดยเฉพาะอย่างยิ่งในการผลิตโม่ด้วยกระบวนการโม่แบบซูด ยิ่งไปกว่านั้น เมื่อผลิตโม่พอลิพรอพิลีนด้วยกระบวนการโม่แบบต่อเนื่อง จะมีปัญหาในเรื่องความแข็งแรงที่ต่ำของพอลิเมอร์หลอมเหลว จึงทำให้ยากต่อการคงสัดส่วนของการขยายตัวเชิงปริมาตรและรูปร่างของโม่พอลิพรอพิลีนที่ผลิตได้ ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงนำไปสู่การแก้ปัญหาในเรื่องความสามารถในกระบวนการผลิตกับพอลิพรอพิลีนพอลิเมอร์ที่แตกต่างกัน (ได้แก่ Moplen EP 380T, SW-844 และ Honam SMS-514) พอลิพรอพิลีนชนิด Moplen EP 380T, SW-844 ถูกนำมาใช้ในการผลิตโม่พอลิพรอพิลีนที่มีรูพรุนระดับไมครอน ด้วยกระบวนการโม่แบบซูด ส่วนพอลิพรอพิลีนชนิด Honam SMS-514 ถูกนำมาใช้ในการผลิตโม่พอลิพรอพิลีนความหนาแน่นต่ำ และมีรูพรุนละเอียดด้วยกระบวนการโม่แบบต่อเนื่อง ด้วยระบบการโม่แบบอัดรีดชนิดแทนเดม สำหรับกระบวนการโม่แบบซูดจะอาศัยการพลาสติกไซเซชันด้วยตัวทำละลาย ในขั้นตอนการทำให้บวมตัวด้วยตัวทำละลายที่ถูกรวมเข้าไปในกระบวนการโม่ เพื่อทำให้ความเป็น

ผลึกในเมทริกซ์ของพอลิพรอพิลีนที่มีความหนาต่างกัน (ได้แก่ 0.5 1.0 และ 1.5 มิลลิเมตร) ลดลง จากนั้นทำการศึกษาผลของการพลาสติกไซเซชันด้วยตัวทำละลาย และสภาวะที่ใช้ในการผลิต ที่มีต่อลักษณะเฉพาะของโฟมทั้งลักษณะทางกายภาพ (ความหนาแน่น และ ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของรูพรุน) และสมบัติทางกล (สมบัติความทนแรงดึง และ ความทนต่อแรงกระแทก) ของโฟมพอลิพรอพิลีนที่มีรูพรุนระดับไมครอน โดยเปรียบเทียบกับผลการทดลองของแผ่นพอลิพรอพิลีนที่ไม่ผ่านการโฟม และโฟมที่ไม่มีการใช้ตัวทำละลาย จากผลการทดลองทำให้ทราบว่าตัวทำละลายสามารถลดความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ และทำให้พอลิเมอร์เมทริกซ์สามารถดูดซับแก๊สได้มากขึ้น ส่งผลให้เกิดนิวคลีโอในเมทริกซ์เพิ่มขึ้น เพื่อให้ได้ความหนาแน่นของรูพรุนในปริมาณที่เท่ากัน ตัวอย่างที่ไม่ได้ใช้ตัวทำละลายจะต้องทำการผลิตที่อุณหภูมิสูง (100 องศาเซลเซียส ถึง 165 องศาเซลเซียส) แต่กระบวนการโฟมที่มีการใช้ตัวทำละลาย สามารถทำให้เกิดรูพรุนที่มีลักษณะทางสัณฐานวิทยาระดับไมครอนในพอลิพรอพิลีนได้ที่อุณหภูมิต่ำ (เช่น 25 องศาเซลเซียส หรือ 50 องศาเซลเซียส) อย่างไรก็ตามพบว่าความหนาของตัวอย่างมีอิทธิพลต่อความสามารถในการโฟม และโครงสร้างของรูพรุน ดังเช่นกรณีของตัวอย่างที่บาง (0.5 มิลลิเมตร) จะเกิดพฤติกรรมการก่อเกิดรูพรุนได้ง่ายกว่าเมื่อเทียบกับตัวอย่างที่หนา ทั้งนี้เพราะการส่งผ่านความร้อนที่แตกต่างกัน ผลกระทบดังกล่าวจะสังเกตได้อย่างชัดเจนในโฟมที่ผ่านการทำให้บวมตัวด้วยคลอโรฟอร์ม และทำให้เกิดโฟมที่อุณหภูมิต่ำ (25 องศาเซลเซียส และ 50 องศาเซลเซียส) นอกจากนี้ยังพบว่าโฟมที่ผ่านกระบวนการที่มีขั้นตอนการทำให้บวมตัว ยังมีความทนต่อแรงกระแทกที่ดีกว่าเมื่อเทียบกับตัวอย่างที่ไม่ได้โฟม และโฟมที่ไม่ใช้ตัวทำละลาย ถึงแม้ว่าสมบัติความทนแรงดึงของโฟมดังกล่าวจะด้อยกว่าตัวอย่างทั้งสองชนิดเล็กน้อย แต่โฟมดังกล่าวมีความยืดหยุ่นมากกว่า และประกอบด้วยโครงสร้างรูพรุนระดับไมครอน (ขนาดรูพรุนระหว่าง 3 ถึง 8 ไมครอน และ ความหนาแน่นของรูพรุนระหว่าง  $10^8$  ถึง  $10^{10}$  รูต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) ในขณะที่กระบวนการโฟมแบบต่อเนื่อง พบว่าหากมีการใช้ทาลค์ที่มีอนุภาคเล็กในปริมาณแตกต่างกัน (ได้แก่ ร้อยละ 0.8 1.6 และ 2.4 โดยน้ำหนัก) และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ในปริมาณต่างๆ (ร้อยละ 1 3 และ 5 โดยน้ำหนัก) สามารถทำให้ได้รูพรุนที่มีขนาดละเอียด และโฟมที่ได้จะมีสัดส่วนของการขยายตัวเชิงปริมาตรตามที่ต้องการ เมื่อมีการใช้วัตถุดิบพอลิพรอพิลีนแบบโซ่กิ่ง ที่มีความแข็งแรงของพอลิเมอร์หลอมเหลวสูง และการใช้คาบอัดรีดที่มีอัตราการลดความดันที่เหมาะสม (สัดส่วนของความยาวต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 0.86 นิ้วต่อ 0.037 นิ้ว) จากการผลทดลองทำให้ทราบว่าพฤติกรรมกรขยายตัวของโฟมถูกควบคุมด้วย 2 กลไก นั่นคือ ปรากฏการณ์การสูญเสียแก๊สซึ่งจะเกิดที่อุณหภูมิสูง และกระบวนการตกผลึกของพอลิเมอร์ซึ่งจะเกิดที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งกลไกดังกล่าวนี้สามารถสังเกตได้อย่างชัดเจนเมื่อมีการใช้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ในปริมาณสูง (ร้อยละ 3 หรือ 5

โดยน้ำหนัก) และพบว่าอุณหภูมิการโม่ที่เหมาะสมยังมีแนวโน้มที่จะลดลง เมื่อมีการเพิ่มปริมาณ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เนื่องจากผลของการพลาสติกไซเซชัน อย่างไรก็ตามพบว่าเมื่อทำการผลิต โดยการใช้ทลคัมในปริมาณร้อยละ 0.8 โดยน้ำหนัก และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ในปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ทำให้ได้โม่พอลิพรอพิลีนที่มีสัดส่วนการขยายตัวเชิงปริมาตร 12 ถึง 14 เท่า ที่ประกอบด้วยรูพรุนขนาดเล็ก (น้อยกว่า 0.02 มิลลิเมตร) และความหนาแน่นของรูพรุนระหว่าง  $10^7$  ถึง  $10^9$  รูต่อลูกบาศก์เซนติเมตร



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved