

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 สารเคมี อุปกรณ์ และ เครื่องมือ

3.1.1 สารเคมี

- 3.1.1.1 แป้งมันสำปะหลัง จากบริษัท ไทยวา จำกัด
- 3.1.1.2 พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE) เกรดชนิด 1450 J จากบริษัท ไทยโพลีเอทิลีน จำกัด (สมบัติเชิงกลของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำแสดงในตารางที่ 3.1)
- 3.1.1.3 เอทิลีนบิสสเตียราไมด์ หรืออีบีเอสแว็กซ์ (ARMOWAX EBS SF) จากบริษัท เคมีมิน จำกัด (สมบัติของอีบีเอสแว็กซ์แสดงในตารางที่ 3.2)

ตารางที่ 3.1 สมบัติทั่วไปของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ เกรด 1450 J

สมบัติทั่วไป	หน่วย	วิธีทดสอบ	ค่าที่ระบุ
ดัชนีการไหล	กรัม/10นาที	ASTM D 1238	50
ความหนาแน่น	กรัม/ซม ³	ASTM D 1505	0.914
ความต้านแรงดึง ณ จุดยืดตัว	กิโลกรัม/ซม ³	ASTM D 638	95
ความต้านแรงดึง ณ จุดขาด	กิโลกรัม/ซม ³	ASTM D 638	100
การยืดที่จุดขาด	%	ASTM D 638	100
ความฝืด	%	ASTM D 1003	16
ความเงา	%	ASTM D 2457	74
ค่ามอดุลัสตัดโค้ง	กิโลกรัม/ซม ³	ASTM D 790	1,200
ความแข็ง (shore D)	-	ASTM D 2240	45
จุดอ่อนตัวไวแคท	°C	ASTM D 1525	85
จุดหลอมเหลว	°C	ASTM D 2117	103
อุณหภูมิที่ทำให้เกิดความเปราะ (brittleness temperature)	°C	ASTM D 746	< -70

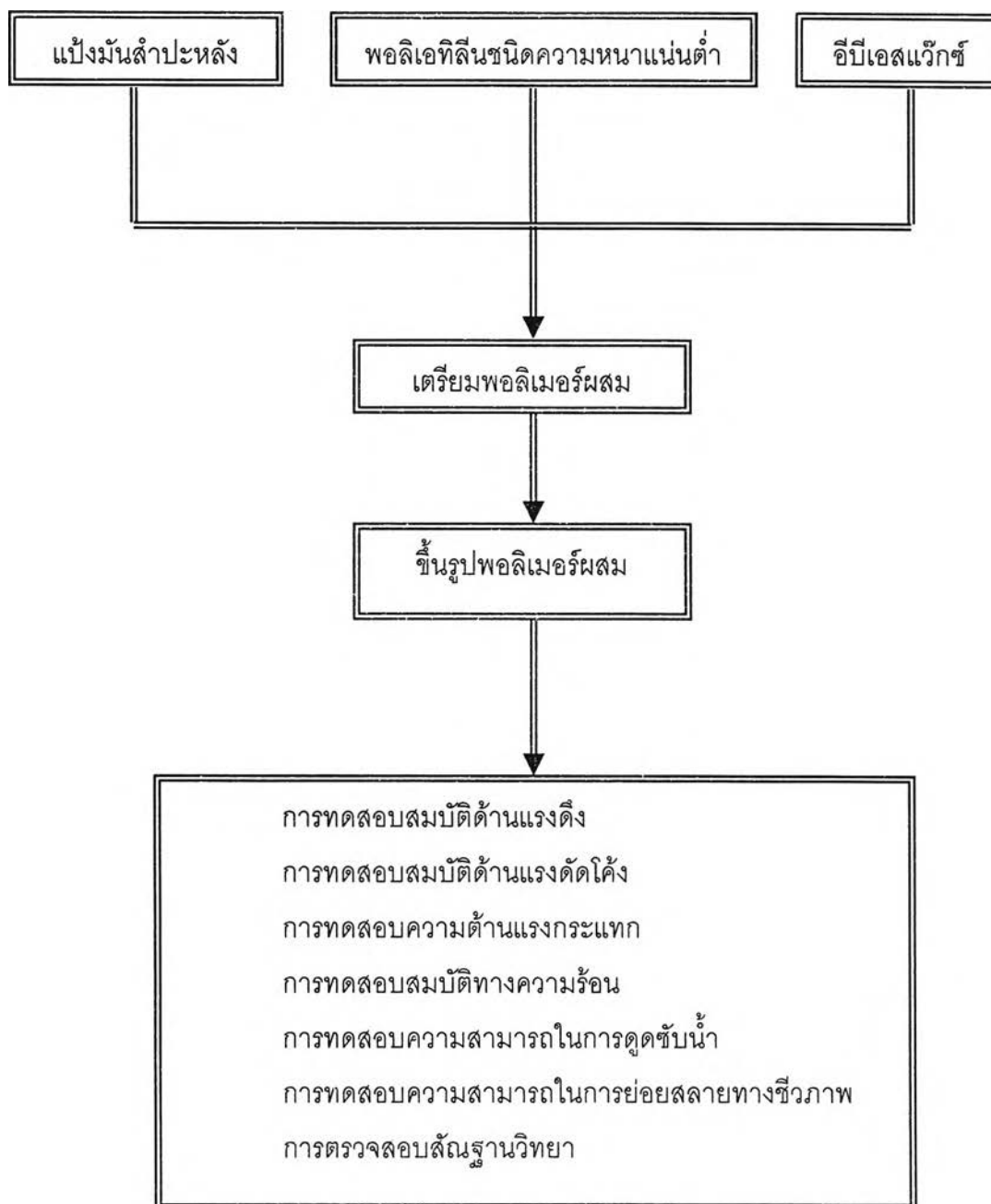
ตารางที่ 3.2 สมบัติทั่วไปของเอทิลีนบิสสเตียราไมด์ (ARMOWAX EBS SF)

สมบัติทั่วไป	ค่าที่ระบุ
ค่าของกรด	มากที่สุด 6.0
ค่าของเอมีน	มากที่สุด 3.0
Color gardner	มากที่สุด 3
ปริมาณน้ำ (%)	มากที่สุด 0.20
เถ้า (%)	มากที่สุด 0.10
จุดหลอมเหลว (°C)	141.5-145.0 °C
การระเหย (%)	มากที่สุด 0.5
ขนาดอนุภาค (ผ่านตะแกรงขนาด 200 เมช)	85 นาที
ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (ไมโครเมตร)	45
กลิ่น	มีกลิ่นไขมันเล็กน้อย
ลักษณะภายนอก	ผงละเอียด

3.1.2 อุปกรณ์ และ เครื่องมือ

- 3.1.2.1 เครื่องอัดรีดแบบเกลียวทวนคู่ (twin-screw extruder) รุ่น Thermo prism
- 3.1.2.2 เครื่องฉีด (injection molding) ของ Battenfield Austria รุ่น BA 250/50CDC
- 3.1.2.3 เครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น LR100K
- 3.1.2.4 เครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น 500
- 3.1.2.5 เครื่องทดสอบความต้านแรงกระแทก (impact tester) ของ Gotech รุ่น GT-7045MD
- 3.1.2.6 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (differential scanning calorimeter, DSC) ของ Mettler Toledo รุ่น DSC822e
- 3.1.2.7 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (thermo gravimetric analyzer, TGA) ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851
- 3.1.2.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope) ของ JEOL รุ่น JSM-5900LV

3.2 แผนภาพขั้นตอนการทดลอง



รูปที่ 3.1 แผนภาพขั้นตอนการทดลอง

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 การเตรียมพอลิเมอร์ผสม

นำพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ แบ่งมันสำปะหลัง และอีบีเอสแว็กซ์ที่ผสมกันแล้วตามอัตราส่วนในตารางที่ 3.3 ไปอบไล่ความชื้นในตู้อบสูญญากาศ ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำของผสมที่ผ่านการอบไล่ความชื้นแล้วนี้มาหลอมให้เข้ากันโดยใช้เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ รุ่น Thermo prism ดังรูปที่ 3.2 โดยใช้อุณหภูมิช่วงต่างๆ ดังนี้

Feed zone	อุณหภูมิ	80	องศาเซลเซียส
Compression zone	อุณหภูมิ	120	องศาเซลเซียส
Metering zone	อุณหภูมิ	120	องศาเซลเซียส
Die zone	อุณหภูมิ	110	องศาเซลเซียส

ทำการอัดรีดผ่านหัวตายรูปวงกลมโดยใช้ความเร็วรอบสกรู 20-25 รอบต่อนาที แล้วตัดเป็นเม็ดเพื่อเป็นวัตถุดิบในการขึ้นรูปต่อไป



รูปที่ 3.2 เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่รุ่น Thermo prism

ตารางที่ 3.3 อัตราส่วนของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ อีบีเอสแว็กซ์ และแป้งมันสำปะหลัง

พอลิเอทิลีนชนิด ความหนาแน่นต่ำ (%)	อีบีเอสแว็กซ์ (%)	แป้งมันสำปะหลัง	
		อัตราส่วนของแป้ง/LDPE	phr
100	0	0:1	0
		1:3	33
		1:2	50
		1:1	100
90	10	0:1	0
		1:3	33
		1:2	50
		1:1	100
80	20	0:1	0
		1:3	33
		1:2	50
		1:1	100
70	30	0:1	0
		1:3	33
		1:2	50
		1:1	100
60	40	0:1	0
		1:3	33
		1:2	50
		1:1	100
50	50	0:1	0
		1:3	33
		1:2	50
		1:1	100

หมายเหตุ : จำนวนสูตรทั้งหมด 24 สูตร และปริมาณ phr ของแป้งมันสำปะหลังเทียบกับพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ

3.3.2 การขึ้นรูปพอลิเมอร์ผสม

นำเม็ดพอลิเมอร์ผสมที่ได้จากการอัดรีดไปฉีดขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดของ Battenfield Austria รุ่น BA 250/50CDC ดังแสดงในรูปที่ 3.3 ให้เป็นชิ้นทดสอบโดยใช้อุณหภูมิช่วงต่างๆ ดังนี้

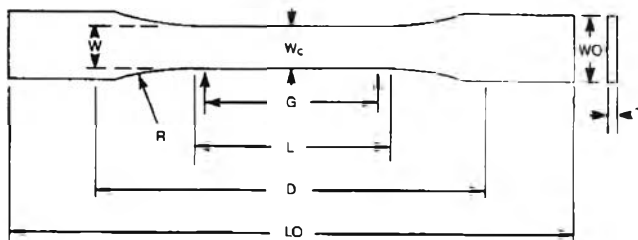
Feed zone	อุณหภูมิ	160	องศาเซลเซียส
Compression zone	อุณหภูมิ	180	องศาเซลเซียส
Metering zone	อุณหภูมิ	180	องศาเซลเซียส
Die zone	อุณหภูมิ	150	องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.3 เครื่องฉีดของ Battenfield Austria รุ่น BA 250/50CDC

3.3.3 การทดสอบสมบัติด้านแรงดึง

ทำการทดสอบสมบัติด้านแรงดึงตามขั้นตอนในมาตรฐาน ASTM D 638- 03 โดยใช้ชิ้นทดสอบที่ได้จากการขึ้นรูปโดยการฉีด (type I) ดังแสดงในรูปที่ 3.4



W: 13 มม.	L: 57 มม.	G: 50 มม.	R: 76 มม.
W ₀ : 19 มม.	L ₀ : 165 มม.	D: 115 มม.	

รูปที่ 3.4 ขนาดชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D 638- 03 (type I)

ทดสอบโดยใช้เครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น LR100K ดังแสดงในรูปที่ 3.5 โดยใช้ภาวะในการทดสอบดังนี้

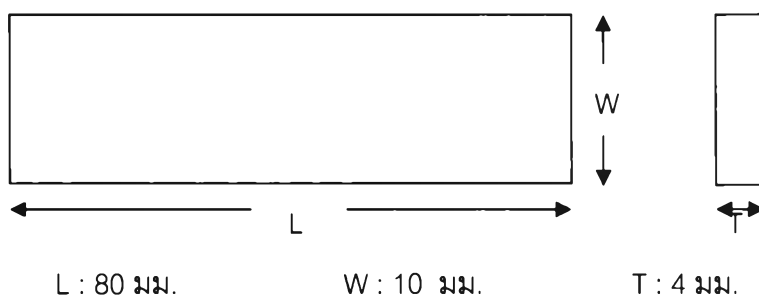
อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความชื้นสัมพัทธ์	50	เปอร์เซ็นต์
น้ำหนักที่ใช้ทดสอบ	1	กิโลนิวตัน
ความเร็วในการทดสอบ	50	มม./นาที



รูปที่ 3.5 เครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น LR100K

3.3.4 การทดสอบสมบัติด้านแรงดัดโค้ง

ทำการทดสอบความต้านแรงดัดโค้งตามขั้นตอนในมาตรฐาน ASTM D 790M-82 โดยตัดชิ้นทดสอบให้มีขนาดตามมาตรฐาน ดังแสดงในรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 ขนาดชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D 790M-82

ทดสอบโดยใช้เครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น 500 ดังแสดงในรูปที่ 3.7 โดยใช้ภาวะในการทดสอบดังนี้

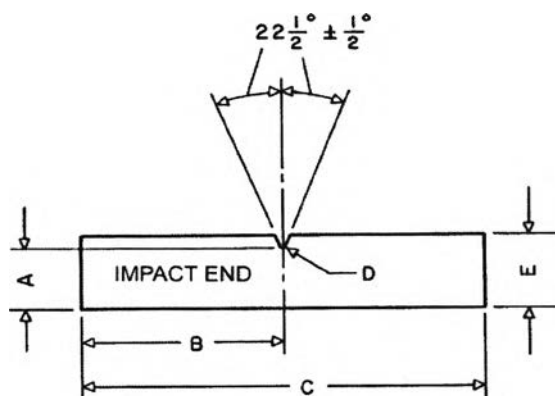
อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความชื้นสัมพัทธ์	50	เปอร์เซ็นต์
น้ำหนักที่ใช้ทดสอบ	2.5	กิโลนิวตัน
ความเร็วในการทดสอบ	50	มม./นาที
ระยะที่ใช้ทดสอบ	35	มม.



รูปที่ 3.7 เครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น 500

3.3.5 การทดสอบความต้านแรงกระแทก

ทำการทดสอบความต้านแรงกระแทกตามขั้นตอนในมาตรฐาน ASTM D 256-05 แบบ Izod โดยตัดชิ้นทดสอบให้มีขนาดตามมาตรฐานดังแสดงในรูปที่ 3.8



A : 10.16 ± 0.05 มม. B : ค่าสูงสุด 31.8 ± 1.0 มม.

C : ค่าสูงสุด 63.5 ± 2.0 มม. D : 0.25 ± 0.05 มม. E : 12.70 ± 0.15 มม.

รูปที่ 3.8 ขนาดชิ้นทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 256-05

ทดสอบโดยใช้เครื่องทดสอบความต้านแรงกระแทกของ Gotech รุ่น GT-7045MD ดังแสดงในรูปที่ 3.9 โดยใช้สภาวะในการทดสอบดังนี้

อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความชื้นสัมพัทธ์	50	เปอร์เซ็นต์

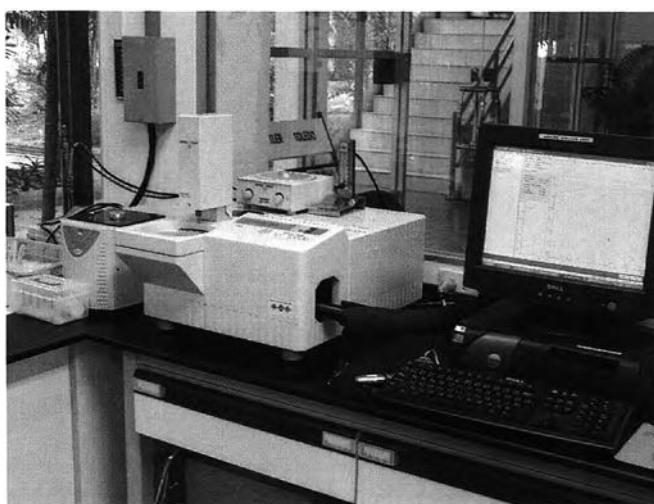


รูปที่ 3.9 เครื่องทดสอบความต้านแรงกระแทกของ Gotech รุ่น GT-7045MD

3.3.6 การทดสอบสมบัติทางความร้อน

3.3.6.1 การทดสอบสมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิค DSC

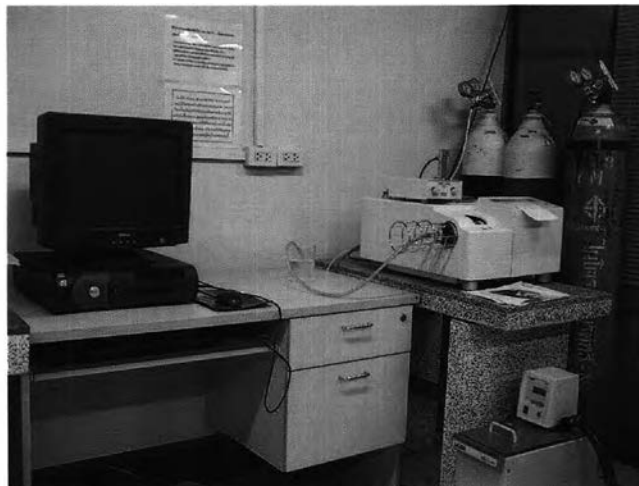
ทำการทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ของ Mettler Toledo รุ่น DSC822e ดังรูปที่ 3.10 นำชิ้นทดสอบมาทำการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาทดสอบโดยให้ความร้อนในอัตรา $20^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 25-200 องศาเซลเซียส โดยทำการให้ความร้อนถึง 200 องศาเซลเซียส แล้วทำให้เย็นตัวลงมาที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการทำให้เย็น $20^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ เช่นเดียวกัน หลังจากนั้นให้ความร้อนถึง 200 องศาเซลเซียส อีกครั้งหนึ่งในอัตราเท่าเดิมเพื่อกำจัดความเค้นที่หลงเหลืออยู่เนื่องจากการความร้อนในการขึ้นรูป



รูปที่ 3.10 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ของ Mettler Toledo รุ่น DSC822e

3.3.6.1 การทดสอบสมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิค TGA

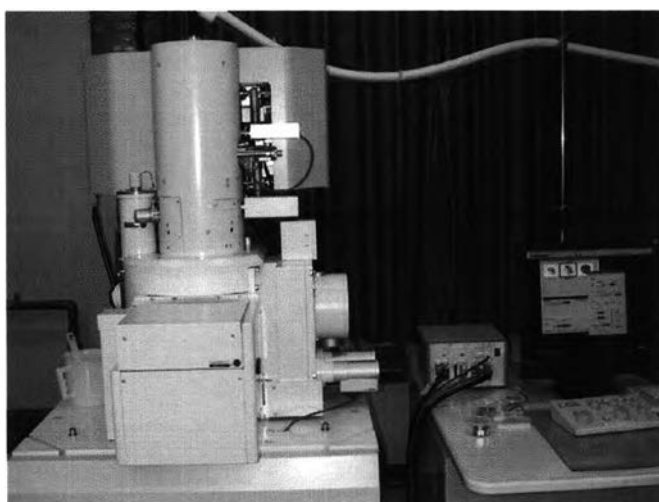
ทำการทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851 ดังรูปที่ 3.11 โดยเป็นการทดสอบเสถียรภาพทางความร้อน และอุณหภูมิในการสลายตัวของพอลิเมอร์ผสม นำชิ้นทดสอบมาทำการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาทดสอบโดยให้ความร้อนในอัตรา $20^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 50-1,000 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน



รูปที่ 3.11 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851

3.3.7 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา

ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสมด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ JEOL รุ่น JSM-5900LV ดังแสดงในรูปที่ 3.12 โดยใช้ศักย์ไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ การทดสอบแบ่งเป็น 2 ชุด โดยชุดที่ 1 ทำการทดสอบดูการกระจายตัวของแป้งมันสำปะหลัง ความเข้ากันได้ของอีพ็อกซีเรซิน และพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ และศึกษาอิทธิพลระหว่างกัน โดยศึกษาตรงรอยพื้นผิวตัดขวางที่แตกหลังจากผ่านการทดสอบความต้านแรงกระแทก ชุดที่ 2 ตรวจสอบพื้นผิวของชิ้นทดสอบเพื่อดูการย่อยสลายของพอลิเมอร์ผสมหลังผ่านการย่อยสลายทางชีวภาพแล้ว



รูปที่ 3.12 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ JEOL รุ่น JSM-5900LV

3.3.7 การทดสอบความสามารถในการดูดซึมน้ำ

ทำการทดสอบสมบัติการดูดซึมน้ำตามขั้นตอนในมาตรฐาน ASTM D 570-98 โดยทำการตัดชิ้นทดสอบขนาด 20 x 20 x 4 มิลลิเมตร ตัวอย่างละ 5 ชิ้น มาทำการอบไล่ความชื้นในตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นใน desiccator นำไปชั่งน้ำหนักที่แน่นอนโดยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง หลังจากนั้นนำชิ้นทดสอบมาแช่น้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง 1, 2, 3 และ 4 สัปดาห์ โดยทุกช่วงเวลาจะนำชิ้นงานขึ้นมาชั่งน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง ซึ่งการชั่งน้ำหนักทำโดยนำชิ้นทดสอบขึ้นจากน้ำเช็ดให้แห้งด้วยผ้าสะอาด ชั่งน้ำหนักทันทีแล้วใส่ชิ้นทดสอบกลับลงไปในน้ำหลังจากที่ทำการชั่งน้ำหนักเรียบร้อยแล้วเพื่อเตรียมชั่งน้ำหนักครั้งต่อไป โดยคำนวณค่าการดูดซึมน้ำจากสูตร

$$\% \text{ การดูดซึมน้ำ} = \frac{(W_1 - W_0)}{W_0} \times 100$$

เมื่อ W_1 คือ น้ำหนักชิ้นทดสอบหลังแช่น้ำตามระยะเวลาที่กำหนด
 W_0 คือ น้ำหนักชิ้นทดสอบก่อนแช่น้ำ

3.3.8 การทดสอบความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพ

นำชิ้นทดสอบความต้านแรงดึง ตัวอย่างละ 5 ชิ้น มาทำการอบไล่ความชื้นในตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นใน desiccator หลังจากนั้นนำชิ้นทดสอบฝังลงดินให้ลึกจากผิวดิน 5 เซนติเมตร โดยทำการทดสอบความสามารถในการย่อยสลายเป็นเวลา 3 และ 6 สัปดาห์ เมื่อครบกำหนดนำชิ้นงานขึ้นมาจากดินล้างด้วยน้ำกลั่น ทำให้แห้งโดยนำมาอบในตู้อบสูญญากาศ ทิ้งให้เย็นใน desiccator นำชิ้นทดสอบไปทดสอบสมบัติด้านความต้านแรงดึงที่เปลี่ยนไป

