



### บทที่ 3

#### วิธีดำเนินงานวิจัย

##### 3.1 ขั้นตอนการดำเนินงานและแผนการดำเนินการทดลอง

3.1.1 การเตรียมงานวิจัย

3.1.2 ศึกษาค้นคว้าทฤษฎี และสืบค้นรวบรวมข้อมูลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

3.1.3 วางแผนงานของการวิจัย กำหนดขั้นตอน และวิธีการทดลอง

3.1.4 จัดหาวัตถุดิบ สารเคมี และอุปกรณ์การทดลอง

##### 3.2 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 พอลิแล็กติกแอซิด (Poly(lactic acid), PLA) เกรด PLA Polymer 4043D บริษัท Natureworks®

3.2.2 พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate), PBS) เกรด AZ91TN บริษัท Mitsubishi

3.2.3 ออร์แกโนคลย์ (Organoclay) Cloisite30B ชื่อจาก บริษัท Southern clay

3.2.4 ไกลซิโดกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน ((Glycidoxypropyl)trimethoxy silane, GPS) ชื่อจากบริษัท เอส.เอ็ม. เคมีคอล ซัพพลาย จำกัด (ประเทศไทย)

3.2.5 เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol) เกรด AR ชื่อจาก บริษัท ทีทีเค ซายเอนซ์ จำกัด (ประเทศไทย)

3.2.6 โพรพิลแอลกอฮอล์ (Propyl alcohol) เกรด AR ชื่อจาก บริษัท ทีทีเค ซายเอนซ์ จำกัด (ประเทศไทย)

### 3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.3.1 ตู้อบ (Hopper dryers) ของ SHINI<sup>®</sup> plastics technologies รุ่น SHD-100T

3.3.2 เครื่องชั่งทศนิยมสี่ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น AB204-S/FACT

3.3.3 เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (twin screw extruder) ของ Labtech engineering company รุ่น LTE-26-44

3.3.4 เครื่องตัดเม็ดพลาสติก (pelletizer cutting machine) ของ Labtech engineering company รุ่น LZ-120/vs

3.3.5 เครื่องอัดรีดร่วม (co-extruder) ของ Labtech engineering company

3.3.6 เครื่องรีดหล่อฟิล์ม (chill roll casting) ของ Labtech engineering company รุ่น LCR-300HDCO-EX

3.3.7 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริก (thermogravimetric analysis, TGA) ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851<sup>e</sup>

3.3.8 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (differential scanning calorimetry, DSC) ของ Netzsch รุ่น 204 F1

3.3.9 เครื่องทดสอบดรรชนีการหลอมไหล (melt flow index) ของ A dynisco company รุ่น 7053

3.3.10 เครื่องทดสอบแรงกด (universal testing machine) ของ LLOYD รุ่น LR100K

3.3.11 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) ของ Jeol รุ่น JSM 648

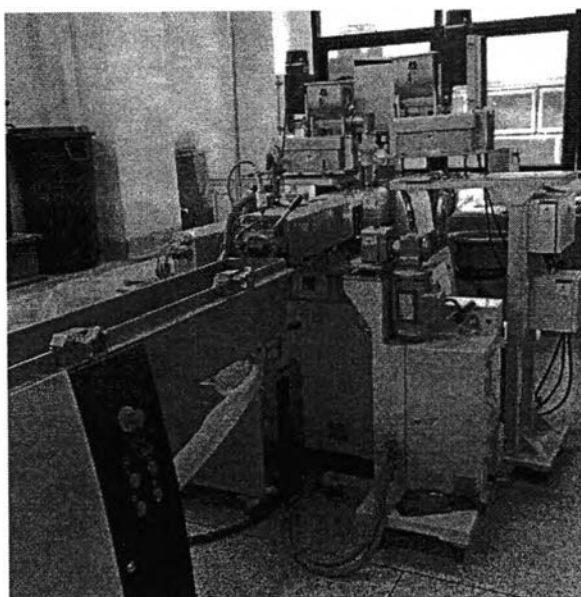
3.3.12 เครื่องวัดความหนาของฟิล์ม (thickness gage) ของ Mitsutoyo corporation รุ่น 4D-12

### 3.4 ขั้นตอนการทดลอง

3.4.1 เตรียมออร์แกนอเคลย์ดัดแปร (twice functionalized organoclay, TFC) โดยการนำไกลซิโดกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน ((glycidoxypropyl)trimethoxysilane, GPS) มาไฮโดรไลซ์ด้วยสารละลายกรดอะซิติกในเอทานอล (90%wt)/น้ำปราศจากไอออน (10%wt) pH 4.0 เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เตรียมออร์แกนอเคลย์และให้ความร้อนด้วยการรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากนั้นล้างด้วยโพรพานอล กรองและล้างอีกครั้งด้วยเอทานอล แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง [26]

3.4.2 เตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้ออร์แกนอเคลย์และออร์แกนอเคลย์ดัดแปรเป็นตัวเติม

3.4.2.1 เตรียมพอลิเมอร์ที่ทำหน้าที่เป็นชั้นกลาง (middle layer) โดยผสมพอลิแล็กติกแอซิด (PLA) และพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต โดยใช้ออร์แกนอเคลย์และออร์แกนอเคลย์ดัดแปรเป็นสารเสริมแรงในเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (twin screw extruder) ของ Labtech engineering company รุ่น LTE-26-44 ดังรูปที่ 3.1 ในอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 3.1-3.2 ทำการผสมขึ้นรูปภายใต้ภาวะอุณหภูมิ ดังแสดงในตารางที่ 3.3 จากนั้นนำพอลิเมอร์ผสมที่ได้มาตัดโดยใช้เครื่องตัดเม็ดพลาสติก (pelletizer cutting machine) ของ Labtech engineering company รุ่น LZ-120/vs



รูปที่ 3.1 เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (twin screw extruder) ของ Labtech engineering company  
รุ่น LTE-26-44

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนการผสมขึ้นรูปพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

รหัส	PLA (wt%)	PBS (wt%)
PLA100	100	0
PLA75/PBS25	75	25
PLA50/PBS50	50	50
PLA25/PBS75	25	75
PBS100	0	100

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนการผสมขึ้นรูปพอลิแลกติกแอซิดและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้อร์แกนโนเคลย์เป็นตัวเติมเสริมแรง

รหัส	PLA (wt%)	PBS (wt%)	Organoclay (phr)
PLA100/MMT0.5	100	0	0.5
PLA75/PBS25/MMT0.5	75	25	0.5
PLA50/PBS50/MMT0.5	50	50	0.5
PLA25/PBS75/MMT0.5	25	75	0.5
PBS100/MMT0.5	0	100	0.5
PLA100/MMT1	100	0	1
PLA75/PBS25/MMT1	75	25	1
PLA50/PBS50/MMT1	50	50	1
PLA25/PBS75/MMT1	25	75	1
PBS100/MMT1	0	100	1

ตารางที่ 3.3 ภาวะอุณหภูมิในการผสมขึ้นรูปพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้  
ออร์แกนอเคลย์เป็นสารเสริมแรง

โซน (Zone)	อุณหภูมิ (temperature °C)
1	175
2	175
3	180
4	180
5	190
6	190
7	190
8	190
9	190
10	195
die	195
ความเร็วรอบสกรู (รอบต่อนาที)	60

3.4.2.2 นำพอลิเมอร์ผสมที่เตรียมได้มาตัดด้วยเครื่องตัดเม็ดพลาสติก (pelletizer cutting machine) ของ Labtech engineering company รุ่น LZ-120/vs ดังแสดงในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 เครื่องตัดเม็ดพลาสติก (pelletizer cutting machine) ของ Labtech engineering company รุ่น LZ-120/vs

### 3.4.3 เตรียมฟิล์มพลาสติกชีวภาพ

ทำการขึ้นรูปฟิล์มโคเอ็กซ์ทรูชันจากพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้อร์แกนโอเคลย์เป็นสารตัวเติมเพื่อเสริมแรงผ่านเครื่องอัดรีดร่วม (co-extruder) โดยวิธีการใช้เครื่องรีดหล่อฟิล์ม (chill roll casting) ของ Labtech engineering company รุ่น LCR-300HDCO-EX ดังแสดงในรูปที่ 3.3 โดยมีส่วนประกอบของฟิล์มต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.4 ซึ่งมีการควบคุมความหนาของฟิล์มต่างๆ อยู่ในช่วงความหนาประมาณ 0.20-0.25 มิลลิเมตร

ตารางที่ 3.4 ส่วนประกอบของฟิล์ม

รหัส	ชั้นที่ 1	ชั้นที่ 2	ชั้นที่ 3
PLA	PLA	-	-
PLA/PBS	PLA/PBS	-	-
PBS	PBS	-	-
PLA/MMT	PLA/MMT	-	-
PLA/PBS/MMT	PLA/PBS/MMT	-	-
PBS/MMT	PBS/MMT	-	-
P/75-25/P	PLA	PLA75/PBS25	PLA
P/50-50/P	PLA	PLA50/PBS50	PLA
P/25-75/P	PLA	PLA25/PBS75	PLA
P/PBS/P	PLA	PBS100	PLA
P/75-25-0.5/P	PLA	PLA75/PBS25/MMT0.5	PLA
P/50-50-0.5/P	PLA	PLA50/PBS50/MMT0.5	PLA
P/25-75-0.5/P	PLA	PLA25/PBS75/MMT0.5	PLA
P/PBS-0.5/P	PLA	PBS100/MMT0.5	PLA
P/75-25-1/P	PLA	PLA75/PBS25/MMT1	PLA



รหัส	ชั้นที่ 1	ชั้นที่ 2	ชั้นที่ 3
P/50-50-1/P	PLA	PLA50/PBS50/MMT1	PLA
P/25-75-1/P	PLA	PLA25/PBS75/MMT1	PLA
P/PBS-1/P	PLA	PBS100/MMT1	PLA



รูปที่ 3.3 เครื่องรีดหล่อฟิล์ม (chill roll casting) ของ Labtech engineering company รุ่น LCR-300HDCO-EX

โดยภาวะอุณหภูมิในการขึ้นรูปฟิล์มพอลิเมอร์ผสมชั้นเดียว และฟิล์มโคเอ็กซ์ทรูชัน ด้วยเครื่องรีดหล่อฟิล์ม (chill roll casting) แสดงในตารางที่ 3.5 ตาราง ที่ 3.6 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.5 ภาวะอุณหภูมิในการขึ้นรูปฟิล์มชั้นเดียวด้วยเครื่องรีดหล่อฟิล์ม

โซน	ฟิล์มชั้นเดียว
	อุณหภูมิ (temperature °C)
	PLA/PBS
1	150
2	160
3	170
4	175
5	180
die	190
ความเร็วรอบสกรู (รอบต่อนาที)	50

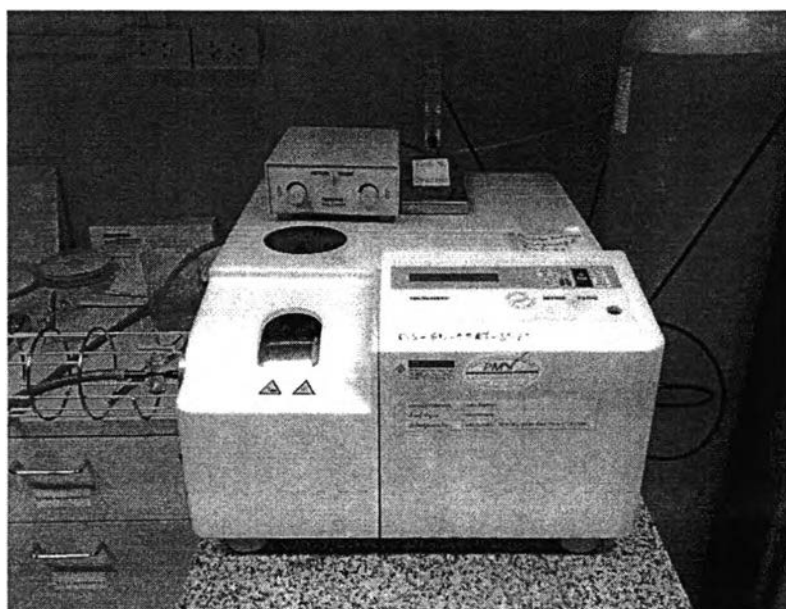
ตารางที่ 3.6 ภาวะอุณหภูมิในการขึ้นรูปฟิล์มโคเอ็กซ์ทราชั้นที่ประกอบด้วยชั้นของ PLA ด้วยเครื่องรีดหล่อฟิล์ม

โซน	ฟิล์มโคเอ็กซ์ทราชั้น 3 ชั้น	
	อุณหภูมิ (temperature °C)	
	Extruder A	Extruder B
	PLA	PLA/PBS/MMT
1	160	150
2	165	155
3	170	160
4	175	165
5	180	170
die	190	170
ความเร็วรอบสกรู (รอบต่อนาที)	50	50

### 3.4.3 การทดสอบสมบัติของพอลิเมอร์ผสม

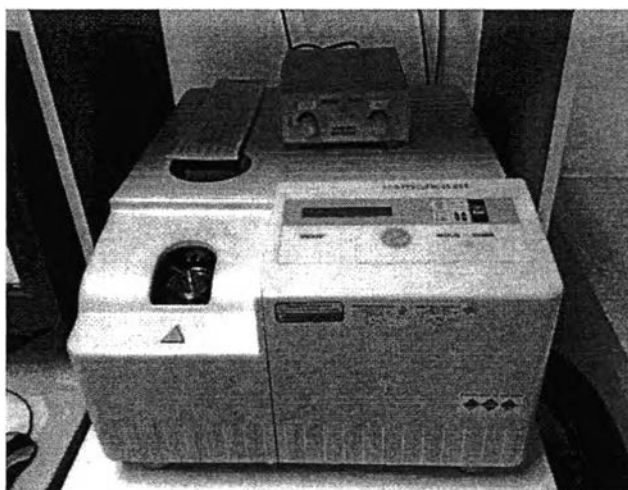
#### 3.4.3.1 การทดสอบสมบัติทางความร้อน

3.4.3.1.1 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริก (thermogravimetric analysis, TGA) ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851<sup>e</sup> ของภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ดังแสดงในรูปที่ 3.4 โดยศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิการสลายตัว (degradation temperature,  $T_d$ ) ของพอลิเมอร์ผสมด้วยการวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน ซึ่งนำพอลิเมอร์ผสมน้ำหนักประมาณ 8 -10 มิลลิกรัม มาทำการวิเคราะห์ในช่วงอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ถึง 1000 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการความร้อน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนด้วยอัตราการไหล 20 มิลลิเมตรต่อนาที



รูปที่ 3.4 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริก (thermogravimetric analysis, TGA) ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851<sup>e</sup>

3.4.3.1.2 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (differential scanning calorimetry, DSC) ของ Netzsch รุ่น 204 F1 ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ดังแสดงในรูปที่ 3.5 โดยศึกษาการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ กลาสทรานซิชัน (glass transition temperature,  $T_g$ ) อุณหภูมิหลอมเหลว (melting temperature,  $T_m$ ) และอุณหภูมิเกิดผลึก (crystallization temperature,  $T_c$ ) ซึ่งนำพอลิเมอร์ผสม น้ำหนักประมาณ 7-10 มิลลิกรัม มาทำการวิเคราะห์ในช่วงอุณหภูมิ -50 องศาเซลเซียส ถึง 250 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการความร้อน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศของก๊าซ ไนโตรเจนด้วยอัตราการไหล 20 มิลลิเมตรต่อนาที



รูปที่ 3.5 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (differential scanning calorimetry, DSC) ของ Netzsch รุ่น 204 F1

และทำการคำนวณปริมาณผลึกของพอลิเมอร์ โดยสามารถคำนวณได้จาก สมการดังนี้

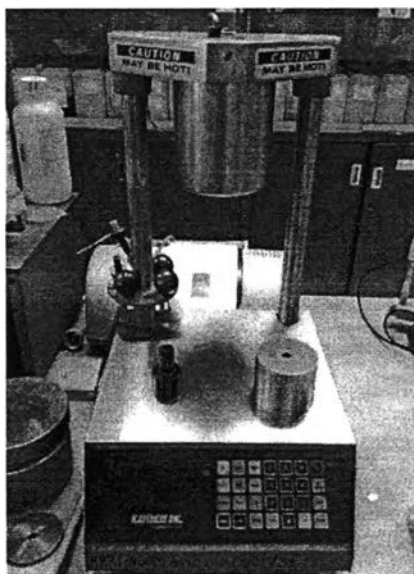
$$\text{ปริมาณผลึก (\%crystalline)} = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_m^0} \times 100$$

$\Delta H_m$  = measured melt enthalpy for PLA of blends

$\Delta H_m^0$  = melt enthalpy for 100% crystallized PLA

### 3.4.3.2 ทดสอบดรรชนีการหลอมไหล (melt flow index)

ทำการทดสอบด้วยเครื่องทดสอบดรรชนีการหลอมไหล (melt flow index) ของ A dynisco company รุ่น 7053 ตามมาตรฐาน ASTM D1238 ของภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ดังแสดงในรูปที่ 3.6



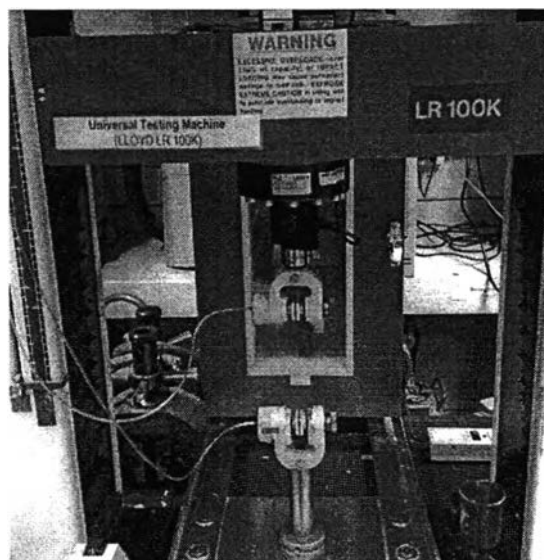
รูปที่ 3.6 เครื่องทดสอบดรรชนีการหลอมไหล (melt flow index) ของ A dynisco company รุ่น 7053

## 3.4.4 การทดสอบสมบัติของฟิล์มโคเอ็กซ์ทรูชัน

### 3.4.4.1 การทดสอบสมบัติเชิงกล

3.4.4.1.1 ทดสอบสมบัติด้านแรงดึง (tensile properties) ของฟิล์มโคเอ็กซ์ทรูชัน ได้แก่ ความทนแรงดึง (tensile strength) ความยืดสูงสุด ณ จุดขาด (elongation at break) และ มอดุลัสดึง (tensile modulus) ตามมาตรฐาน ASTM D882 โดยชิ้นทดสอบมีขนาดความกว้าง 1.5 เซนติเมตร ความยาว 15 เซนติเมตร ความหนาอยู่ในช่วง 0.20 – 0.25 มิลลิเมตร ทดสอบด้วยเครื่องทดสอบอเนกประสงค์ (universal testing machine) ของLLOYD รุ่น LR100K ของภาควิชา

วัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ดังแสดงในรูปที่ 3.7 ทำการทดลองโดยใช้ load cell 1 กิโลนิวตัน ด้วยอัตราเร็วในการดึง 50 มิลลิเมตรต่อนาที



รูปที่ 3.7 เครื่องทดสอบอเนกประสงค์ (universal testing machine) ของ LLOYD รุ่น LR100K

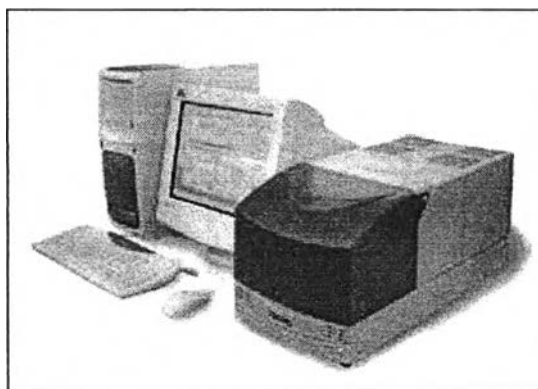
3.4.4.2 ทดสอบความต้านแรงฉีกขาด (tear strength) ของฟิล์มโคเอ็กซ์ทรูชัน ตามมาตรฐาน ASTM D1938 โดยชิ้นงานมีขนาดความกว้าง 1 นิ้ว ความยาว 3 นิ้ว ความหนา ระหว่าง 0.20 – 0.25 มิลลิเมตร ทดสอบด้วยเครื่องทดสอบอเนกประสงค์ (universal testing machine) ของ LLOYD รุ่น LF plus ของภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ดังแสดงในรูปที่ 3.8 ทำการทดลองโดยใช้ load cell 50 นิวตัน ด้วยอัตราเร็วในการดึง 250 มิลลิเมตรต่อนาที



รูปที่ 3.8 เครื่องทดสอบแรงกด (universal testing machine) ของ LLOYD รุ่น LF plus

#### 3.4.4.2 อัตราการซึมผ่านของไอน้ำ

ทดสอบอัตราการซึมผ่านของไอน้ำตามมาตรฐาน ASTM F 1249-06 โดยวัดที่ อุณหภูมิ 38°C ความชื้นสัมพัทธ์ 90% ด้วยเครื่อง Water vapor permeation tester ด้วยเครื่อง ของ MOCON รุ่น PERMATRAN-W © 3/33 ของศูนย์การบรรจุน้ำดื่มไทย สถาบันวิจัย วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ดังรูปที่ 3.9

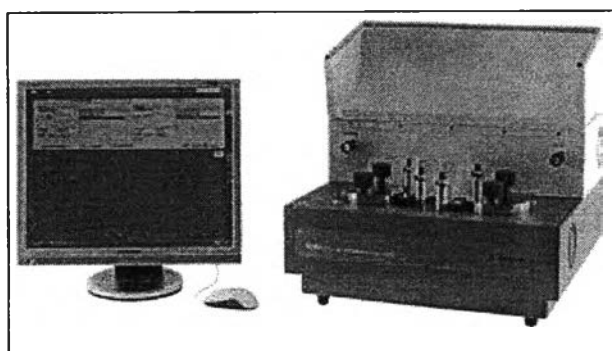


รูปที่ 3.9 เครื่องวัดอัตราการซึมผ่านของไอน้ำของ MOCON รุ่น PERMATRAN-W © 3/33



### 3.4.4.3 อัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจน

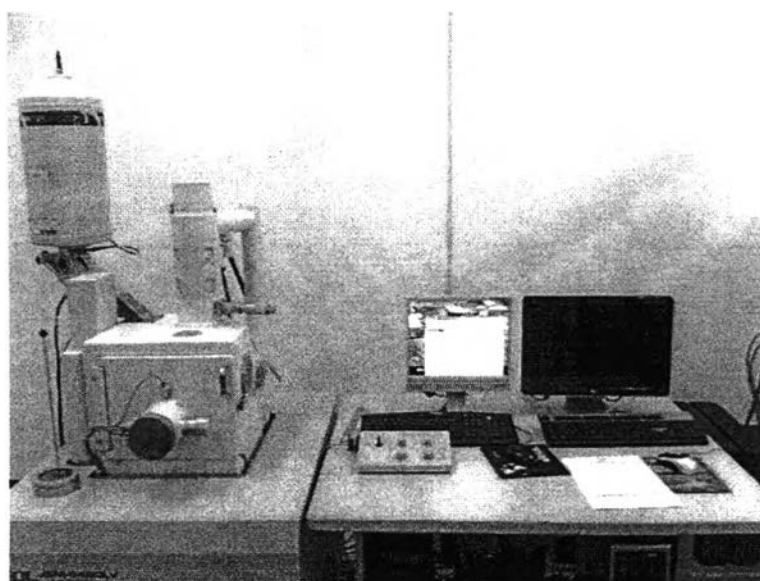
วัดอัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนตาม ASTM D3985-05 วัดที่อุณหภูมิ 23 °C ความชื้นสัมพัทธ์ 0% ด้วยเครื่อง Oxygen permeation tester ของ SYSTECH Illinois รุ่น 8000 ของศูนย์การบรรจุก๊าซห่อไทย สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 เครื่องวัดอัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนของ SYSTECH Illinois รุ่น 8000

### 3.4.4.4 ศึกษาสัณฐานวิทยาของฟิล์มโคเอ็กซ์ทรูชัน

โดยการสังเกตด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ของ Jeol รุ่น JSM 6480 ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ดังรูปที่ 3.11 เพื่อศึกษาสัณฐานวิทยาของฟิล์มพอลิเมอร์ผสม เตรียมตัวอย่างโดยการนำชิ้นงานไปจุ่มในไนโตรเจนเหลวแล้วนำมาหัก เคลือบด้วยทอง แล้วนำไปทดสอบโดยใช้ความต่างศักย์ 1.5 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 4,300 เท่า



รูปที่ 3.11 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)  
ของ Jeol รุ่น JSM 6480