

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

1. แกลเซียม ซัลเฟต (Plaster , commercial grade จากบริษัท สยามโมลดีง พลาสติก จำกัด)
2. เมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์ (MMA monomer, จากบริษัทไทย เอ็ม เอ็ม เอ จำกัด)
3. พอลิเมทิล เมทาคริเลต (BR 106 PMMA ชนิดเกล็ด น้ำหนักโมเลกุล 60000, จากบริษัท Mitsubishi Rayon จำกัด)
4. พอลิเมทิล เมทาคริเลต (PMMA ชนิดผง , จากบริษัท Dental serve จำกัด)
5. โคพอลิเมอร์ระหว่างเมทิลเมทาคริเลต กับ พอลิสไตรีน (Mowilith LDM 7760 , จากบริษัท Clariant จำกัด)
6. น้ำกลั่น
7. เรซิน โมลด์ (Porous plastic TT 88 mixed, จากบริษัท Tool and technologies Gmbh จำกัด)
8. เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (Benzoyl peroxide (BPO), A.R. grade จากบริษัท BDH Limited Poole England จำกัด)
9. พอลิโพรพิลีน ไกลคอล (Polypropylene glycol, จากบริษัท เมอร์ค จำกัด)

สารเคมีต่างๆ ที่นำมาใช้นั้น นำมาใช้โดยไม่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์อีก

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.1 อุปกรณ์ในการขึ้นรูป

1. อุปกรณ์เครื่องแก้ว
2. ชุดเครื่องปั่นกวน พร้อมแท่งกวนโลหะ (mechanical stirrer)
3. เครื่องชั่งน้ำหนัก (balance)
4. นาฬิกาจับเวลา
5. แบบหล่อ (mold) ขึ้นทดสอบความต้านทานแรงหัก (bending strength)
6. แบบหล่อขึ้นทดสอบความต้านแรงกด (compressive strength)
7. เดซิเคเตอร์ (desiccator)

8. แผ่นอะคริลิก ใช้สำหรับรองในการทดสอบการไหลตัว เพื่อให้สารสามารถแผ่
ออกไปได้ โดยไม่มีความฝืดของพื้นผิวมาเกี่ยวข้อง
9. ท่อลม ใช้สำหรับการทดสอบความทนแรงอัดอากาศ และเป็นช่องทางผ่านของ
แรงอัดอากาศในชั้นทดสอบ
10. จุกลม ใช้เป็นที่ต่อเชื่อมระหว่างที่จ่ายแรงลมกับชั้นทดสอบ
11. ตู้อบ
12. เกรียง ใช้สำหรับปาดสารที่เกินขณะที่หล่อชั้นทดสอบ

3.2.2 อุปกรณ์ในการทดสอบ

1. เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer)
2. เครื่องให้ความร้อน (hot plate and heating mantle)
3. ครอบทองเหลืองทดสอบการไหลตัว
4. ครอบกวีซีซีใช้ในการหล่อชั้นทดสอบก่อนทดสอบเวลาในการเซตตัว
5. เครื่องทดสอบเวลาในการก่อตัว (vicat apparatus ของ matest)
6. เวอร์เนียคาลิปเปอร์

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. พูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier transform infrared
spectrophotometer (FT-IR)) ของ Perkin Elmer รุ่น 2000 R ผลิตในประเทศสหรัฐอเมริกา
2. แก๊สโครมาโทกราฟี/แมสสเปกโตรเมตรี (Gas chromatography / mass spectrometry
(GC/MS)) ของ Varian รุ่น Saturn 2000 ผลิตในประเทศสหรัฐอเมริกา
3. เครื่องเจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography (GPC)) ของ Waters
รุ่น 600 Controller ผลิตในประเทศสหรัฐอเมริกา
4. เครื่องทดสอบขนาดของอนุภาค (Laser Diffraction Particle Size Analyzer) ของ Horiba
รุ่น Partica LA-950 ผลิตในประเทศญี่ปุ่น
5. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope (SEM)) ของ
JEOL รุ่น JSM-6480LV ผลิตในประเทศญี่ปุ่น
6. เครื่องยูนิเวอร์แซลเทสติง (Universal Testing Machine) ของ LLOYD รุ่น model 500 ผลิต
ในประเทศสหรัฐอเมริกา
7. เครื่องทดสอบการสึกกร่อน (Abrasive resistance) ของ Gotech รุ่น GT-7045MD ผลิตใน
ประเทศสหรัฐอเมริกา

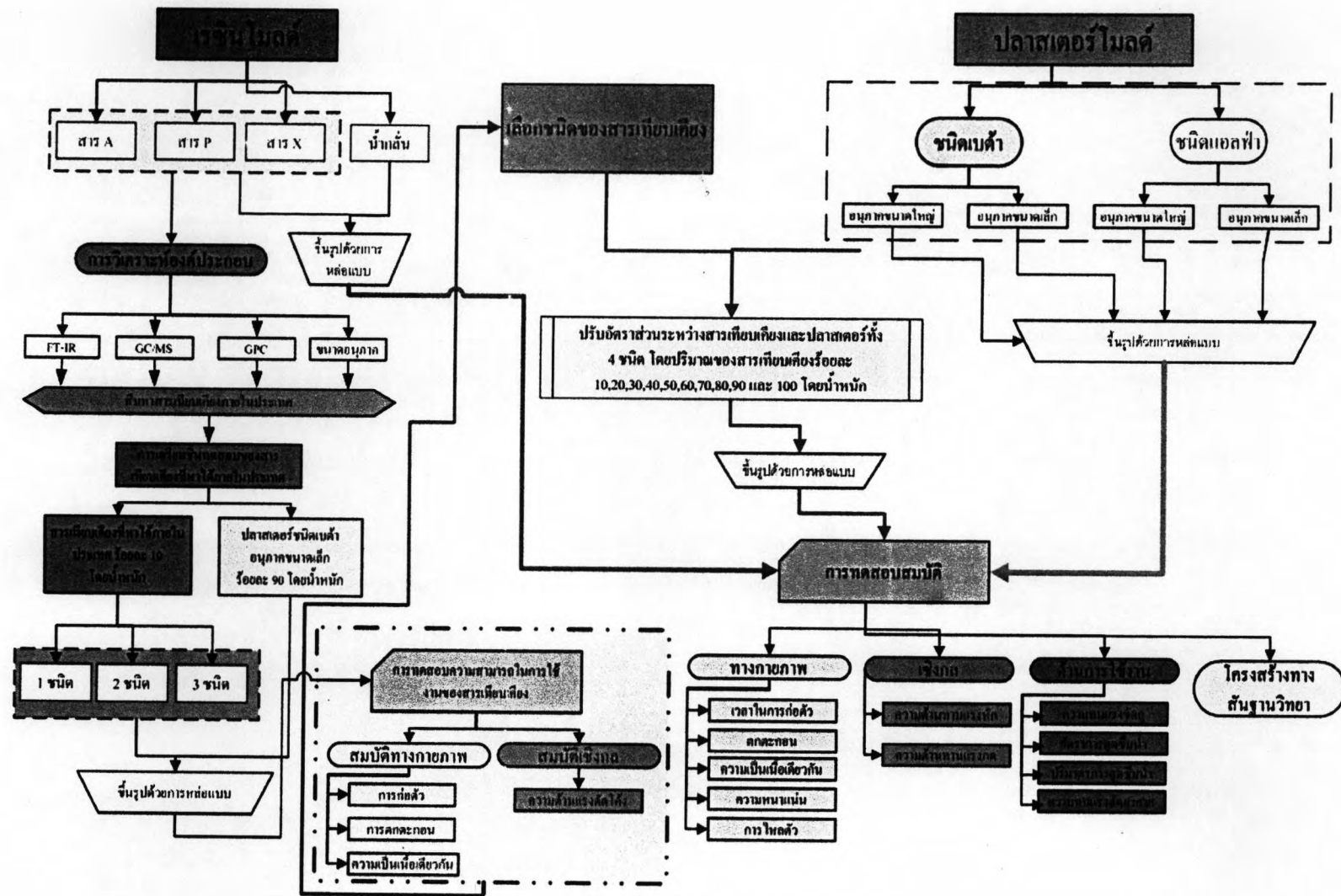
3.4 ขอบเขตการทดลอง

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นที่จะสร้างวัสดุชนิดใหม่เพื่อใช้ในการหล่อแบบเครื่องสุญญากาศจากการเตรียมวัสดุเชิงประกอบระหว่างพอลิเมอร์และพลาสติก เพื่อให้มีสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น งานวิจัยนี้ประกอบด้วยการดำเนินการ 4 ส่วน ดังแสดงในรูปที่ 3.1 กล่าวคือส่วนที่ 1 เป็นการวิเคราะห์องค์ประกอบ และทดสอบสมบัติของเรซินโมลด์ โดยการวิเคราะห์องค์ประกอบของเรซินโมลด์ ด้วยเทคนิคต่างๆ ได้แก่ FT-IR GC/MS GPC การทดสอบขนาดของอนุภาค เพื่อเป็นแนวทางในการหาวัสดุเทียบเคียง ในส่วนของการทดสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และ โครงสร้างทางสัณฐานวิทยาของเรซินโมลด์จะขึ้นรูปขึ้นทดสอบโดยการหล่อแบบ การทดสอบสมบัติทางกายภาพนั้นประกอบไปด้วย การสังเกตด้วยตาเปล่าเพื่อพิจารณาการตกตะกอน (sediment) และความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogenous) การทดสอบความหนาแน่น (density) การทดสอบการไหลตัว (flow ability) การทดสอบเวลาในการก่อตัว (setting time) การทดสอบความทนแรงขัดถู (abrasive resistance) การทดสอบอัตราการดูดซึมน้ำ (absorption rate) และการทดสอบปริมาตรการดูดซึมน้ำ (absorption volume) ในส่วนของการทดสอบสมบัติเชิงกลนั้นได้ทำการทดสอบความต้านแรงคดโค้ง (bending strength) และการทดสอบความต้านแรงกด (compressive strength)

ในส่วนที่ 2 เป็นการสืบหาสารเทียบเคียงที่ใช้เป็นองค์ประกอบต่างๆของเรซินโมลด์ โดยเลือกใช้วัสดุที่สามารถผลิตได้ภายในประเทศหรือสามารถสังเคราะห์ได้ภายในห้องปฏิบัติการ

ส่วนที่ 3 การทดสอบสมบัติของสารเทียบเคียงที่สืบหามาได้แต่ละชนิด โดยการผสมกับพลาสติกชนิดบีต้า ที่มีอนุภาคขนาดเล็ก ในอัตราส่วนระหว่างสารเทียบเคียงต่อพลาสติก เป็น 10:90 ทั้งนี้ทำการทดสอบทั้งสมบัติของสารเทียบเคียงแต่ละชนิดจนถึงการใช้สารเทียบเคียงพร้อมกัน โดยขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยการหล่อแบบ ทดสอบสมบัติทางกายภาพ และสมบัติเชิงกล จากผลการทดสอบที่ได้จะนำมาเลือกจำนวนและชนิดของสารเทียบเคียงที่จะนำมาใช้ในการเตรียมเป็นวัสดุเชิงประกอบต่อไป

ส่วนสุดท้ายเป็นการเตรียมวัสดุเชิงประกอบระหว่างสารเทียบเคียงและพลาสติกทั้งชนิดบีต้า และแอลฟา ที่มีอนุภาคขนาดต่างๆกัน พร้อมทั้งปรับเปลี่ยนอัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์และพลาสติกดังที่แสดงในตารางที่ 3.1 และทำการขึ้นรูปขึ้นงานด้วยการหล่อแบบ เพื่อทดสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และสัณฐานวิทยา โดยทำการทดสอบเช่นเดียวกับเรซินโมลด์ จากผลการทดลองที่ได้จะนำมาเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์และผลการทดสอบสมบัติของเรซินโมลด์และพลาสติกโมลด์ เพื่อพิจารณาหาอัตราส่วนที่เหมาะสมเพื่อนำไปใช้ในกระบวนการผลิตต่อไป



รูปที่ 3.1 แผนผังขั้นตอนการวิจัย

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์/พลาสติกอร์โดยน้ำหนัก

สูตรที่	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
สารเทียบเคียง	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
พลาสติกอร์	100	90	80	70	60	50	40	30	20	10	0

3.5 การทดสอบและวิเคราะห์สมบัติของเรซินโมลด์

เรซิน โมลด์ที่นำมาใช้เป็นแม่แบบในงานวิจัยนี้ มีชื่อทางการค้าว่า Porous plastic TT 88 mixed ของ บริษัท Tool and technologies Gmbh จำกัด สารตัวอย่างที่ได้รับมา มีส่วนประกอบทั้งหมด 3 ชนิด คือ สาร A สาร P และสาร X โดยสาร A และ สาร X อยู่ในสถานะของเหลว ส่วน สาร P อยู่ในสถานะของแข็ง ทั้งนี้ในการขึ้นรูปเป็นเรซิน โมลด์ จะมีการใช้น้ำกลั่นเป็นส่วนประกอบเพิ่มเติม ในการเก็บรักษาสาร A และ สาร X ต้องอยู่ที่อุณหภูมิระหว่าง 15-25 องศาเซลเซียส เพื่อป้องกันการเสื่อมสภาพของสาร ทั้งนี้ชื่อของแต่ละองค์ประกอบเป็นชื่อที่ทางผู้ค้าจัดตั้งขึ้น

3.5.1 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของเรซินโมลด์

วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของเรซิน โมลด์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เพื่อหาชนิดของสารที่ใช้เป็นองค์ประกอบ ซึ่งมีอยู่ 4 ชนิดด้วยกัน คือ สาร A สาร P สาร X และน้ำกลั่น โดยมีลักษณะทางกายภาพ และปริมาณ ดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงองค์ประกอบ ลักษณะทางกายภาพ และปริมาณของเรซินโมลด์

องค์ประกอบ	ลักษณะทางกายภาพ	ร้อยละ
สาร A	ของเหลวใส มีกลิ่นแรง	16
สาร P	ของแข็งสีขาว โดยมีลักษณะเป็นเม็ดกลมขนาดเล็ก	60.5
สาร X	ของเหลวสีขาวขุ่น มีกลิ่น	0.23
น้ำกลั่น	ของเหลวใส	23.27

จากตารางจะเห็นได้ว่า สาร A และ สาร X มีลักษณะเป็นของเหลวจึงสามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีได้โดยตรง โดยนำสารตัวอย่างบรรจุลงในฐานที่ใช้สำหรับของเหลวแล้วทำการวิเคราะห์ ทางด้านสาร P ซึ่งเป็นของแข็งและมีลักษณะเป็นเม็ดกลมขนาดเล็กนั้นต้องนำไปผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ก่อนแล้วจึงนำไปอัดให้

เป็นแผ่นฟิล์มวงกลมบาง จากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ของ PerkinElmer รุ่น Spectrum One (รูปที่ 3.2) ในช่วงเลขคลื่นระหว่าง 4,000-800 เซนติเมตร⁻¹



รูปที่ 3.2 ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ของ PerkinElmer รุ่น Spectrum One

3.5.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี/แมสสเปกโตรเมตรี

วิเคราะห์องค์ประกอบของเรซิน โมลด์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี/แมสสเปกโตรเมตรี เพื่อหาองค์ประกอบและปริมาณของสารที่อยู่ในองค์ประกอบของเรซิน โมลด์ โดยเทคนิคนี้จะวิเคราะห์ได้เฉพาะสารในสถานะของเหลวที่ไม่ตกตะกอน ทำให้สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบของเรซิน โมลด์ในสถานะของเหลวเท่านั้น ซึ่งในที่นี้คือสาร A และ สาร X เพื่อหาชนิดและปริมาณของสารที่เป็นองค์ประกอบภายในของสารทั้ง 2 ชนิด ซึ่งสารทั้ง 2 อยู่ในสถานะของสารละลายเนื้อเดียว ทำให้สามารถวิเคราะห์ได้โดยตรง โดยในการวิเคราะห์จะทำโดยการฉีดเข้าทาง injector ของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography: GC) จากนั้นสารก็จะถูกแยกออกเป็นองค์ประกอบต่าง ๆ องค์ประกอบใดออกมาจากคอลัมน์ก่อนก็จะผ่านเข้าไปในส่วนเครื่องแมสสเปกโตรเมตรี (Mass spectrometry: MS) ซึ่งมีสถานะเป็นสุญญากาศก่อน แล้วเข้าไปเจอกับแหล่งกำเนิดไอออน (ion source) ซึ่งจะทำหน้าที่ไอออนไนท์ (ionize) โมเลกุลที่ผ่านเข้ามาให้กลายเป็นประจุจากนั้นประจุเหล่านี้ก็จะเดินทางผ่านเครื่องคัดเลือกและแยกแยะขนาดของประจุ (mass analyzer) คว้าประจุเหล่านั้นประกอบไปด้วยขนาดมวลและน้ำหนักของมวล หรือการหาเลขมวล (mass number) นั้นเอง แล้วสารต่าง ๆ จะเดินทางเข้าสู่เครื่องตรวจวัดปริมาณประจุ (detector) เพื่อตรวจหาปริมาณของประจุแล้วแปลผลออกมาเป็นปริมาณขององค์ประกอบแต่ละตัวที่มีอยู่ใน

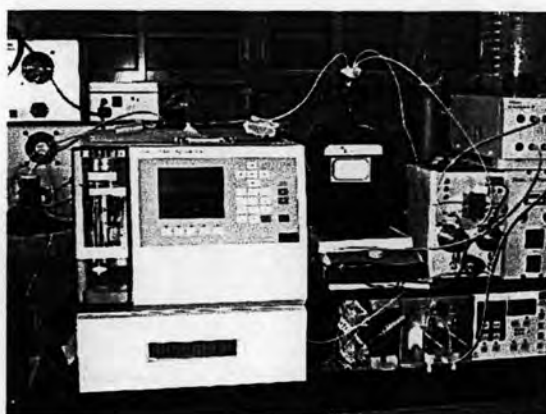
สารตัวอย่าง ซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องทดสอบของ Varain รุ่น Saturn 2000 โดยผลการทดสอบจะแสดงองค์ประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และปริมาณของสารแต่ละตัวที่เป็นองค์ประกอบ



รูปที่ 3.3 แก๊สโครมาโทกราฟฟีแมสสเปก (GS/MS) ของ Varain รุ่น Saturn 2000

3.5.3 การวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุล

วิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลของสาร P โดยใช้เครื่อง GPC ของ Waters รุ่น 600 Controller (รูปที่ 3.4) โดยการละลายสาร P ด้วยเตตระไฮโดรฟูแรน (THF) ก่อนที่จะทำการวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ด้วยวิธีการวัดค่าดัชนีหักเห (refractive index) ซึ่งตัววัด (detector) จะแสดงผลการวิเคราะห์ที่ได้ออกมาในรูปของกราฟที่เรียกว่า โครมาโทแกรม (chromatogram) ซึ่งเป็นกราฟระหว่าง $dW/d \log M$ กับ $\log M$ และคำนวณหาน้ำหนักโมเลกุลพร้อมทั้งการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลของสาร P เปรียบเทียบกับ โครมาโทแกรมอ้างอิง (reference chromatogram) ที่ได้จากพอลิสไตรีนมาตรฐานที่มีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง 745-395,980



รูปที่ 3.4 เจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟของ Waters รุ่น 600 Controller

3.5.4 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

วัดขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคของสาร P รวมถึงขนาดอนุภาคของพลาสติกทั้ง 4 ชนิดที่นำมาใช้ในการทดลอง โดยการทดสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค Laser Diffraction Particle Size Analyzer เพื่อเป็นตัวบอกขนาดและปริมาณของพลาสติกแต่ละชนิดที่นำมาใช้ในการทดลอง โดยในการทดสอบจะใช้ตัวอย่างแห้งปริมาณ 10 กรัม ด้วยเครื่องทดสอบแสดงในรูปแบบที่ 3.5



รูปที่ 3.5 เครื่อง Laser Diffraction Particle Size Analyzer ของ Horiba รุ่น Partica LA-950

3.5.5 การขึ้นรูปเรซินโมลด์

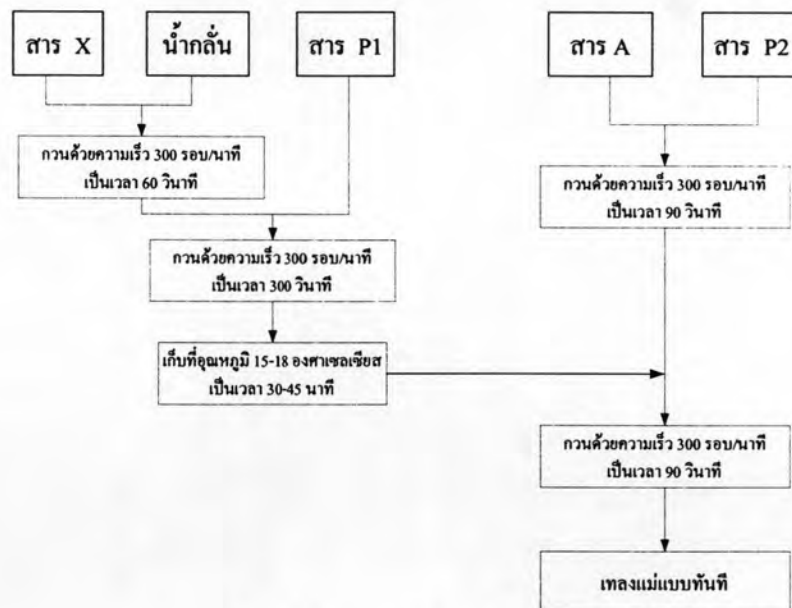
การขึ้นรูปเรซิน โมลด์นั้นจะเตรียมในปริมาณ 100 กรัม โดยเตรียมส่วนประกอบต่างๆ ตามตารางที่ 3.3 ยกเว้น ส่วนประกอบ P ที่จะทำการแบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม คือ P1 ชั่งสาร 42.35 กรัม และ P2 ชั่งสาร 18.15 กรัม และทำการขึ้นรูปตามขั้นตอนต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 3.6 ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. นำน้ำกลั่น และ สาร X มาผสมกัน ด้วยเครื่องกวนความเร็วสูง โดยใช้ความเร็วรอบ 300 รอบ/นาที เป็นเวลา 1 นาที จากนั้นค่อยๆ เติมสาร P1 ลงไปจนหมดแล้วผสมต่อจนครบ 5 นาที แล้วพักไว้ที่อุณหภูมิ 15-18 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30-45 นาที
2. นำสาร A และ P2 มาผสมกันโดยเครื่องกวนความเร็วสูง โดยใช้ความเร็วรอบ 300รอบ/นาที เป็นเวลา 1.30 นาที
3. นำสารที่เตรียมไว้ในข้อ 1 มาผสม แล้วกวนด้วยเครื่องกวนความเร็วสูง โดยใช้ความเร็วรอบ 300รอบ/นาที เป็นเวลา 1-1.30 นาที
4. เทของผสมที่เตรียมไว้ลงในกระบอกทดสอบการไหลตัว และกระบอกทดสอบเวลาในการก่อตัว และเริ่มทำการทดสอบ (รายละเอียดอยู่ในหัวข้อ 3.9.2 และ 3.9.3) รวมทั้งสังเกตลักษณะทางกายภาพได้แก่ การตกตะกอนและความเป็นเนื้อเดียวกันของของผสม

5. นำของผสมที่เหลือมาหล่อขึ้นทดสอบทางกายภาพ ได้แก่ ความหนาแน่น ความทนแรงอัด ฤ อัตราการดูดซึมน้ำ และปริมาตรการดูดซึมน้ำ อย่างละ 3 ชิ้น และสมบัติเชิงกล ได้แก่ ความต้านแรงค้ำโค้ง และความต้านแรงกด อย่างละ 5 ชิ้น แล้วทิ้งไว้ในแบบนาน 45-60 นาที
6. แกะขึ้นทดสอบออกจากแม่แบบ วางทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้ว ก่อนจะนำไปเก็บไว้ในเคซิเตอร์เป็นเวลา 1 คืน แล้วจึงนำมาทดสอบสมบัติต่างๆ

ตารางที่ 3.3 ปริมาณของแต่ละองค์ประกอบในการขึ้นรูปเรซินโมลด์ 100 กรัม

องค์ประกอบ	ปริมาณของสาร (กรัม)
สาร A	16
สาร P แบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม	60.5
- P1	42.35
- P2	18.15
สาร X	0.23
น้ำกลั่น	23.27



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการขึ้นรูปเรซินโมลด์

3.6 การสืบหาและทดสอบสมบัติของสารเทียบเคียงองค์ประกอบของเรซินโมลด์

นำผลการวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของเรซิน โมลด์ ได้แก่โครงสร้างทางเคมี องค์ประกอบ และ น้ำหนัก โมเลกุลมาพิจารณาและสืบหาสารเทียบเคียงที่จะนำมาใช้ทดแทนในแต่ละองค์ประกอบของ เรซิน โมลด์ ซึ่งจะแบ่งออกเป็น 3 กลุ่ม ดังแสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 กลุ่มของสารเทียบเคียง

กลุ่ม	องค์ประกอบของเรซิน โมลด์ที่จะนำมาใช้ทดแทน
A	สาร A
P	สาร P
X	สาร X

หลังจากจัดหาสารเทียบเคียงทั้ง 3 กลุ่มได้แล้ว จึงนำมาทำการทดสอบความสามารถในการใช้งานของสารเทียบเคียง โดยการพิจารณาสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบระหว่างสารเทียบเคียงที่สืบหามากับพลาสติกโมลด์ ในอัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์ (สารเทียบเคียง)ต่อพลาสติกโมลด์ เท่ากับ 10:90 ทั้งนี้สารเทียบเคียงและปริมาณที่ใช้เป็นไปตามที่แสดงในตารางที่ 3.5 ซึ่งเป็นการทดสอบสมบัติของสารเทียบเคียงแต่ละชนิดและการใช้สารเทียบเคียงพร้อมกัน โดยคำนวณจากของผสมทั้งหมด 1000 กรัม คิดเป็นส่วนของพลาสติก 900 กรัม และส่วนของพอลิเมอร์ 100 กรัม ทั้งนี้การคำนวณอัตราส่วนของพอลิเมอร์จะคำนวณจากอัตราส่วนของเรซินโมลด์ (หัวข้อ 3.5.4 ตารางที่ 3.3) ซึ่งขั้นตอนการเตรียมขึ้นทดสอบนั้น รายละเอียดดังแสดงด้านล่าง

ตารางที่ 3.5 สูตรในการทดสอบสารเทียบเคียง

สูตร	องค์ประกอบของเรจินโมลด์ (กรัม)			สารเทียบเคียงของเรจินโมลด์(กรัม)			น้ำ	จำนวนคัมเปอร์
	สาร A	สาร P	สาร X	กลุ่ม A	กลุ่ม P	กลุ่ม X		
1	100							1
2		100						1
3			100					1
4				100				1
5					100			1
6						100		1
7							100	1
8	21	79						2
9	98.5		1.5					2
10	21				79			2
11	98.5					1.5		2
12		99.4	0.6					2
13		79		21				2
14		99.4				0.6		2
15			1.5	98.5				2
16			0.6		99.4			2
17				21	79			2
18				98.5		1.5		2
19					99.4	0.6		2
20	41						59	2
21		72					28	2
22			1				99	2
23				41			59	2
24					72		28	2
25						1	99	2
26	20.85	78.85	0.3					3
27	20.85		0.3		78.85			3
28	20.85	78.85				0.3		3
29		78.85	0.3	20.85				3
30		78.85		20.85		0.3		3
31			0.3	20.85	78.85			3
32				20.85	78.85	0.3		3
33	20.85				78.85	0.3		3
34	16	61					23	3
35	41		1				59	3
36	16				61		23	3
37	41					1	59	3
38		72.0	0.3				27.7	3
39		61		16			23	3
40		72				0.3	27.7	3
41			1	41			59	3
42			0.3		72		27.7	3
43				16	61		23	3
44				41		1	59	3
45					72	0.3	27.7	3

ขั้นตอนการเตรียมชั้นทดสอบ

1. เตรียมน้ำ 386 กรัม ใส่ในกระป๋องสแตนเลส โดยน้ำที่ใช้ต้องมีอุณหภูมิระหว่าง 20-25 องศาเซลเซียส
2. ค่อยๆเติมพลาสติกอร์ชนิดบีดำ ที่มีอนุภาคขนาดเล็ก จำนวน 514 กรัม ลงไปในน้ำที่เตรียมไว้ ภายในเวลา 30 วินาที เพื่อเป็นการเตรียมส่วนของพลาสติกอร์ 900 กรัม จากนั้นเติมสารเทียบเคียงที่มีปริมาณรวม 100 กรัม ดังแสดงในตารางที่ 3.5 ลงไป ภายในเวลา 30 วินาที แล้วจึงนำเข้าเครื่องกวนและกวนด้วยความเร็ว 300 รอบ/นาที จนครบ 3 นาที
3. นำของผสมที่เตรียมได้เทลงในกระบอกทดสอบการไหลตัว และกระบอกทดสอบเวลาในการก่อตัว และเริ่มทำการทดสอบ พร้อมทั้งสังเกตลักษณะทางกายภาพ ได้แก่ ความเป็นเนื้อเดียวกัน และการตกตะกอนของของผสม
4. นำของผสมที่เหลือมาหล่อชั้นทดสอบสมบัติเชิงกล ได้แก่ ชั้นทดสอบความต้านแรงคัด โค้ง และชั้นทดสอบความต้านแรงกด อย่างละ 5 ชั้น แล้วทิ้งไว้ในแบบนาน 45-60 นาที
5. แกะชั้นทดสอบออกจากแม่แบบ วางทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำชั้นทดสอบเข้าไปอบที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้ว นำออกจากตู้อบ เก็บไว้ในเดซิเคเตอร์จนเย็นตัว เป็นเวลาประมาณ 2 ชั่วโมง ก่อนจะนำไปทดสอบสมบัติต่าง ๆ เพื่อเป็นแนวทางในการเลือกสารเทียบเคียงในการเตรียมวัสดุเชิงประกอบระหว่างพอลิเมอร์ และพลาสติกอร์ต่อไป

3.7 การขึ้นรูปพลาสติกอร์โมลด์

พลาสติกอร์โมลด์ที่นำไปใช้ในการทดสอบมี 4 ชนิด ดังแสดงในตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 สมบัติของพลาสติกอร์ที่นำมาใช้ในการขึ้นรูปพลาสติกอร์โมลด์

ชื่อ	ชนิดของผลึก	ขนาดอนุภาค	อัตราส่วนน้ำต่อพลาสติกอร์ 1000 กรัม
B 1	บีตา	ใหญ่	750
B 2	บีตา	เล็ก	750
A 1	แอลฟา	ใหญ่	400
A 2	แอลฟา	เล็ก	550

ขั้นตอนขึ้นรูปพลาสติกโพลีเอทิลีน

1. เตรียมน้ำ ตามปริมาณของน้ำในตารางที่ 3.6 ใส่ในกระป๋องสแตนเลส โดยน้ำที่ใช้ต้องมีอุณหภูมิระหว่าง 20-25 องศาเซลเซียส
2. ค่อยๆเติมพลาสติก 1000 กรัม ลงไปในน้ำที่เตรียมไว้ ภายในเวลา 30 วินาที จากนั้นพักไว้ 30 วินาที แล้วจึงนำเข้าเครื่องกวนและกวนด้วยความเร็ว 300 รอบ/นาที จนครบ 3 นาที
3. เทพลาสติกที่ผสมได้ลงในกระบอบอกทดสอบการไหลตัว และกระบอบอกทดสอบเวลาในการก่อตัว และเริ่มทำการทดสอบ พร้อมทั้งสังเกตลักษณะทางกายภาพ ได้แก่ ความเป็นเนื้อเดียวกันและการตกตะกอน
4. นำพลาสติกที่เหลือมาหล่อขึ้นทดสอบทางกายภาพ ได้แก่ ความหนาแน่น ความทนแรงขีดถู อัตราการดูดซึมน้ำ และปริมาตรการดูดซึมน้ำ อย่างละ 3 ชิ้น และสมบัติเชิงกล ได้แก่ ความต้านแรงคดโค้ง และความต้านแรงกด อย่างละ 5 ชิ้น แล้วทิ้งไว้ในแบบนาน 45-60 นาที
5. แกะชิ้นทดสอบออกจากแม่แบบ วางทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นทดสอบเข้าไปอบที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้ว นำออกจากตู้อบเก็บไว้ในเคซิเคเตอร์จนเย็นตัว เป็นเวลาประมาณ 2 ชั่วโมง ก่อนจะนำไปทดสอบสมบัติต่างๆ

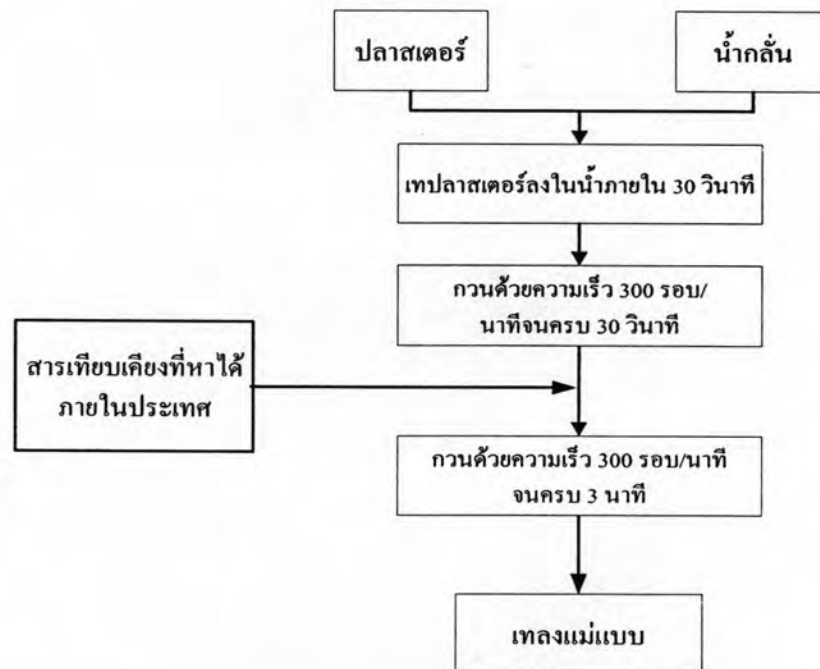
3.8 การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบระหว่างพอลิเมอร์และพลาสติก

การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบระหว่างพอลิเมอร์และพลาสติกนั้น ทำตามขั้นตอนต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 3.7 ซึ่งอัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์ (สารเทียบเคียง) ต่อพลาสติกเป็นดังตารางที่ 3.1 (11 สูตร) โดยพลาสติกที่นำมาเตรียมเป็นชิ้นทดสอบนั้นใช้ตามตารางที่ 3.6 ซึ่งมีทั้งหมด 4 ชนิด ส่วนพอลิเมอร์นั้นจะใช้จากผลการทดลองในหัวข้อที่ 3.6 โดยขั้นตอนการเตรียมชิ้นทดสอบนั้นมีรายละเอียดดังแสดงต่อไปนี้

ขั้นตอนขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบระหว่างพอลิเมอร์และพลาสติก

1. เตรียมน้ำ ตามปริมาณของน้ำในตารางที่ 3.6 ใส่ในกระป๋องสแตนเลส โดยน้ำที่ใช้ต้องมีอุณหภูมิระหว่าง 20-25 องศาเซลเซียส
2. ค่อยๆเติมพลาสติกลงไปในน้ำที่เตรียมไว้ ภายในเวลา 30 วินาทีเพื่อเป็นการเตรียมส่วนของพลาสติกตามอัตราส่วนต่างๆ พร้อมทั้งทำการกวนด้วยความเร็ว 300 รอบ/นาที จากนั้นเติมสารเทียบเคียงภายในเวลา 30 วินาที แล้วจึงนำเข้าเครื่องกวนและกวนด้วยความเร็ว 300 รอบ/นาที จนครบ 3 นาที

3. นำวัสดุเชิงประกอบที่เตรียมได้ลงในกระบอบทดสอบการไหลตัว และกระบอบทดสอบเวลาในการก่อตัว และเริ่มทำการทดสอบ พร้อมทั้งสังเกตลักษณะทางกายภาพ ได้แก่ ความเป็นเนื้อเดียวกันและการตกตะกอน
4. นำวัสดุเชิงประกอบที่เหลือมาหล่อขึ้นทดสอบทางกายภาพ ได้แก่ ความหนาแน่น ความทนแรงอัด อัตราการูดซึม น้ำ และปริมาตรการดูดซึม น้ำ อย่างละ 3 ชั้น และสมบัติเชิงกล ได้แก่ ความต้านแรงค้ำค้ำ และความต้านแรงกด อย่างละ 5 ชั้น แล้วทิ้งไว้ในแบบนาน 45-60 นาที
5. แกะขึ้นทดสอบออกจากแม่แบบ วางทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำขึ้นทดสอบเข้าไปอบที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้ว นำออกจากตู้อบเก็บไว้ในเคซิเคเตอร์จนเย็นตัว เป็นเวลาประมาณ 2 ชั่วโมง ก่อนจะนำไปทดสอบสมบัติต่างๆ

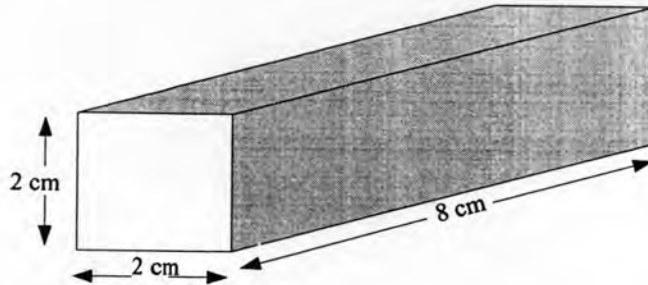


รูปที่ 3.7 ขั้นตอนการขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบระหว่างพอลิเมอร์/พลาสติก

3.9 การทดสอบสมบัติทางกายภาพ

3.9.1 การทดสอบความหนาแน่น (Density) [17]

ทดสอบความหนาแน่นของชิ้นทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C 472 โดยชิ้นรูปชิ้นทดสอบขนาดกว้าง 2 เซนติเมตร หนา 2 เซนติเมตร ยาว 8 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.8 โดยชั่งน้ำหนักของชิ้นทดสอบ จากนั้นคำนวณค่าความหนาแน่นของชิ้นทดสอบตามสมการที่ 3.1 ในงานวิจัยนี้ใช้ทั้งหมด 5 ชิ้นเพื่อเป็นตัวแทนของแต่ละอัตราส่วน

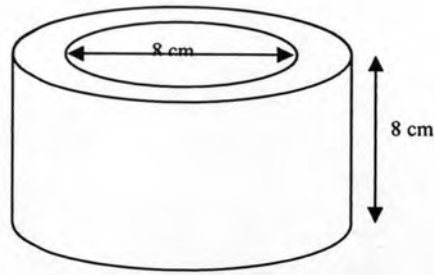


รูปที่ 3.8 ขนาดชิ้นทดสอบความหนาแน่น

$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{\text{น้ำหนักของชิ้นทดสอบ (กรัม)}}{\text{ปริมาตรของชิ้นทดสอบ (ลบ.ซม.)}} \dots\dots\dots (3.1)$$

3.9.2 การทดสอบการไหลตัว (Flow ability) [18]

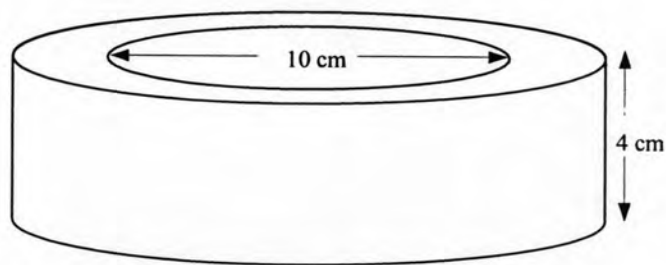
ทดสอบความสามารถในการไหลตัวของสารที่เตรียมได้ที่อยู่ในสถานะของสารแขวนลอย ซึ่งเป็นของไหลก่อนจะเกิดการก่อตัว ตามมาตรฐาน JIS R 9112 การทดสอบนี้จะต้องทำการทดสอบโดยทันทีหลังจากที่นำของผสมออกจากเครื่องผสม ในการทดสอบจะนำของผสมที่เตรียมได้มาเทลงในด้านบนของกระบอกทองเหลืองที่ปลายกลวงทั้ง 2 ข้าง และวางอยู่ด้านบนของแผ่นอะคริลิก ทั้งนี้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของกระบอกทองเหลืองเท่ากับ 8 เซนติเมตร และสูง 8 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.9 จากนั้นค่อยๆยกกระบอกขึ้นตรงๆ ในลักษณะตั้งฉาก ของผสมจะไหลออกมาทางด้านล่างของกระบอกโดยน้ำหนักที่กดทับด้านบนซึ่งเป็นน้ำหนักของของผสม จะทำให้ของผสมแผ่ออกในลักษณะเป็นวงกลม จากนั้นวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของของผสมที่แผ่ออกมาด้วยเวอร์เนียคาร์ลิปเปอร์ ซึ่งผลการทดสอบค่าการไหลตัวยังมีค่ามากแสดงว่าของผสมนั้นสามารถไหลตัวได้ดี



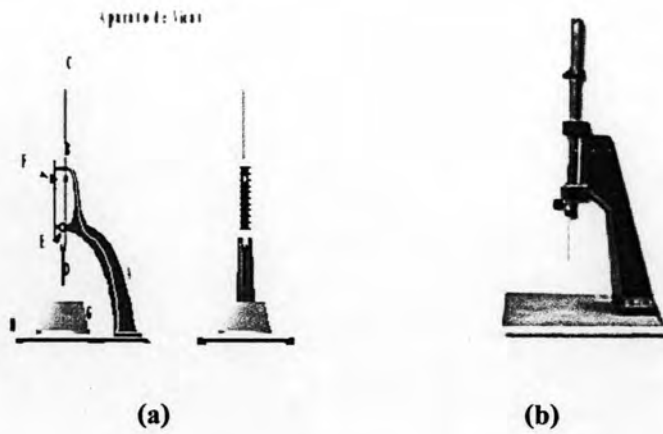
รูปที่ 3.9 ครอบทดสอบการไหลตัว

3.9.3 การทดสอบเวลาในการก่อตัว (Setting Time) [18]

ทดสอบเวลาในการก่อตัวของพลาสติกหลังจากผสมน้ำ และของวัสดุเชิงประกอบ โดยเริ่มจับเวลาตั้งแต่โรยผงพลาสติกลงไปในน้ำ หลังจากผสมเสร็จเทใส่ครอบพีวีซีที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 เซนติเมตร สูง 4 เซนติเมตร ดังแสดงในรูป 3.10 จากนั้นใช้เครื่อง Vicat needle apparatus (รูปที่ 3.11) ซึ่งตัวเครื่องประกอบด้วยแท่งกดน้ำหนัก 300 กรัม ทำจากโลหะขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 14 มิลลิเมตร ความยาว 250 มิลลิเมตร ที่ปลายล่างยึดกับเข็มเหล็กกล้าไร้สนิมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.2 มิลลิเมตร ความยาว 70 มิลลิเมตร กดลงไปบนผิวของพลาสติก ให้เข็มของแท่งกดตกทะลุผ่านพลาสติกที่เพิ่งผสมเสร็จ จับเวลาที่ใช้ไปตั้งแต่เริ่มผสมน้ำกับพลาสติกจนกระทั่งอ่านค่าที่เครื่อง Vicat apparatus ได้ 1 มิลลิเมตร แล้วบันทึกเวลา



รูปที่ 3.10 ครอบพีวีซีที่ใช้ทดสอบเวลาการก่อตัว

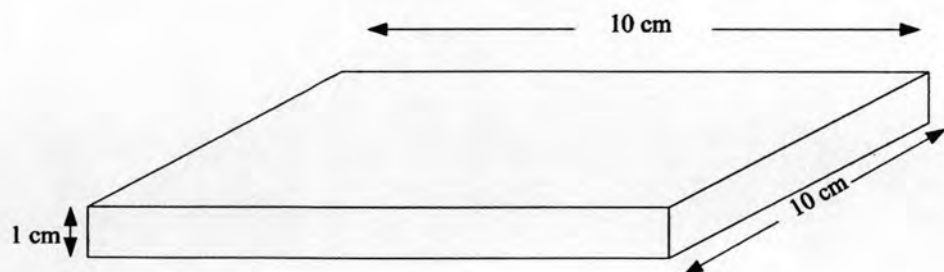


รูปที่ 3.11 เครื่อง Vicat needle apparatus (a) ภาพจำลอง (b) ภาพเครื่องทดสอบของบริษัท Matest

3.9.4 การทดสอบความทนแรงขัดถู (Abrasive Resistance)

ทดสอบความทนต่อแรงขัดถูตามวิธีการทดสอบของบริษัท คอตโต้ (ประเทศไทย) จำกัด โดยมีขั้นตอนดังนี้

1. หล่อชิ้นทดสอบขนาดกว้าง 10 เซนติเมตร ยาว 10 เซนติเมตร และสูง 1 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.12
2. อบชิ้นทดสอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วนำชิ้นทดสอบออกมาพักไว้ในเคซิเคเตอร์ จนเย็น ชั่งน้ำหนัก
3. นำชิ้นทดสอบเข้าเครื่อง Abrasive resistance tester (รูปที่ 3.13) โรยผงซิลิกาไดออกไซด์ 3 กรัม ลงบนผิวหน้าของชิ้นทดสอบ แล้วทำการขัดผิว 300 รอบ
4. นำชิ้นทดสอบออกจากเครื่อง แล้วใช้แปรงปัดทำความสะอาด แล้วชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบ จากนั้นคำนวณปริมาณการสึกตามสมการที่ 3.2



รูปที่ 3.12 ขนาดชิ้นทดสอบความทนแรงขัดถู



รูปที่ 3.13 เครื่อง Abrasive resistance tester

$$\% \text{ Abrasive} = \frac{(W1-W2)}{W2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3.2)$$

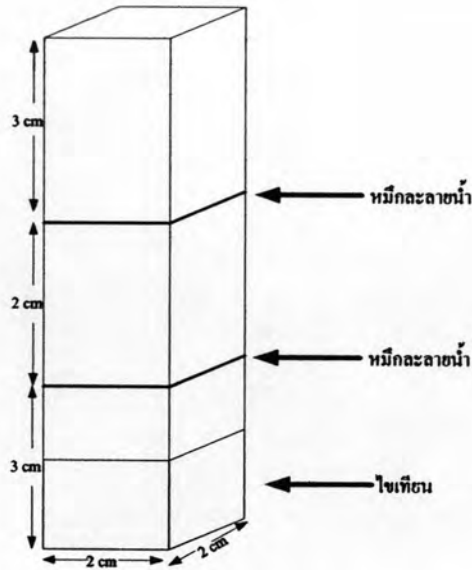
เมื่อ

W1 = น้ำหนักของชิ้นทดสอบก่อนทดสอบ (กรัม)

W2 = น้ำหนักของชิ้นทดสอบหลังทดสอบ (กรัม)

3.9.5 การทดสอบอัตราการดูดซึมน้ำ (Water absorption rate)

ทดสอบอัตราการดูดซึมน้ำตามมาตรฐานของบริษัท สยาม โมลด์ดีงพลาสติก โดยขึ้นรูปชิ้นทดสอบขนาดกว้าง 2 เซนติเมตร หนา 2 เซนติเมตร ยาว 8 เซนติเมตร (รูปที่ 3.14) ตามวิธีในข้อ 3.8 จากนั้นนำชิ้นทดสอบมาเขียนเส้นด้วยหมึกละลายน้ำที่ตำแหน่ง 3 เซนติเมตรและ 5 เซนติเมตร และที่ด้านข้างทั้ง 4 ด้านของปลายชิ้นทดสอบที่จะสัมผัสกับน้ำทำด้วยเทียนให้มีความสูงจากปลาย 2 เซนติเมตร หลังจากนั้นใช้ใบมีดขูดเทียนที่เลอะติดอยู่ทางปลายด้านที่ต้องสัมผัสกับน้ำของชิ้นทดสอบออก เพื่อไม่ให้เทียนที่ทาไปรบกวนความสามารถในการดูดซึมน้ำ และเป็นการดูดซึมขึ้นมาจากทางด้านล่างของชิ้นทดสอบเท่านั้น จากนั้นนำมาวางบนตระแกรงขนาด 40 ไมครอนที่อยู่บนภาชนะที่มีน้ำอยู่สูงกว่าตระแกรง 1.5 เซนติเมตร จากนั้นจับเวลาตั้งแต่น้ำเคลื่อนที่ผ่านเส้น 3 เซนติเมตร และจดบันทึกเวลาที่น้ำเคลื่อนที่ผ่านเส้น 5 เซนติเมตร จากนั้นนำมาคำนวณหาอัตราการดูดซึมน้ำตามสมการที่ 3.3



รูปที่ 3.14 ขนาดของชั้นทดสอบอัตราการดูดซึมน้ำ

$$\text{อัตราการดูดซึมน้ำ} = \frac{S}{T} \dots\dots\dots (3.3)$$

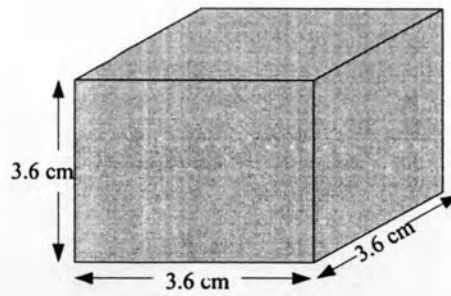
เมื่อ

S = ระยะทางที่ของเหลวเคลื่อนที่ (เซนติเมตร)

T = ระยะเวลาระหว่างที่ของเหลวเคลื่อนผ่านเส้น 3 เซนติเมตร และเส้น 5 เซนติเมตร (วินาที)

3.9.6 การทดสอบปริมาตรการดูดซึมน้ำ (Water absorption volume)

ทดสอบปริมาตรการดูดซึมน้ำตามมาตรฐานของบริษัท สยาม โมลด์คิงพลาสติก จำกัด โดยขึ้นรูปชั้นทดสอบขนาดกว้าง 3.6 เซนติเมตร หนา 3.6 เซนติเมตร ยาว 3.6 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.15 ตามวิธีในข้อ 3.8 จากนั้นชั่งน้ำหนักหลังจากที่อบชั้นทดสอบ W_1 หลังจากนั้นนำชั้นทดสอบแช่ลงในน้ำกลั่นให้ระดับน้ำท่วมชั้นทดสอบ ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จึงนำออกมาชั่งด้วยผ้าสะอาด แล้วนำมาชั่งน้ำหนัก W_2 อีกครั้ง จากนั้นจึงนำค่าที่ได้มาคำนวณหาปริมาตรการดูดซึมน้ำตามสมการที่ 3.4



รูปที่ 3.15 ชิ้นทดสอบปริมาตรการดูดซึมน้ำ

$$\text{ปริมาตรการดูดซึมน้ำ} = \frac{W_2 - W_1}{V} \dots\dots\dots(3.4)$$

เมื่อ

W_1 = น้ำหนักก่อนแช่น้ำ (กรัม)

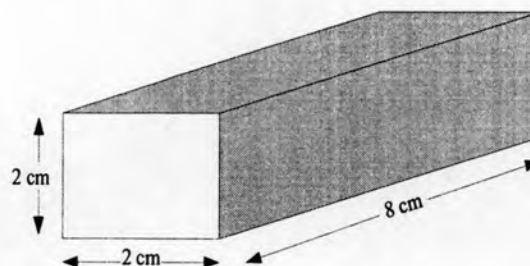
W_2 = น้ำหนักหลังแช่น้ำ (กรัม)

V = ปริมาตรของชิ้นทดสอบ (กว้าง x ยาว x สูง) (ลูกบาศก์เซนติเมตร)

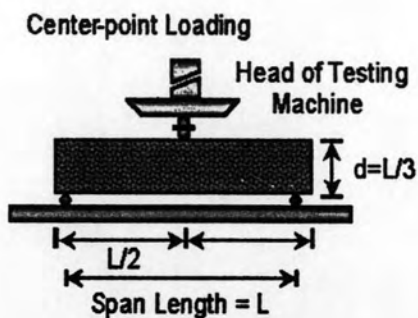
3.10 การทดสอบสมบัติเชิงกล

3.10.1 การทดสอบความต้านแรงดัดโค้ง (Bending Strength) [18]

ทดสอบความต้านแรงดัดโค้งตามมาตรฐาน JIS R 9112 โดยขึ้นรูปชิ้นทดสอบขนาด กว้าง 2 เซนติเมตร หนา 2 เซนติเมตร ยาว 8 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.16 แล้วนำมาทดสอบด้วยเครื่อง Universal testing machine ด้วยระบบ Three point loading ดังรูปที่ 3.17 โดยมีระยะห่างระหว่างจุดยึดทั้ง 2 ข้าง (Span length : L) เท่ากับ 4 เซนติเมตร



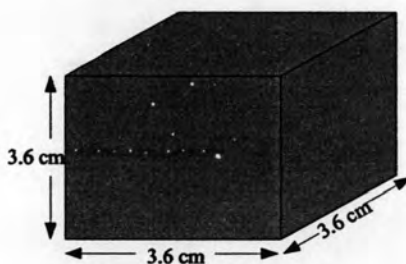
รูปที่ 3.16 ขนาดของชิ้นทดสอบความต้านแรงดัดโค้ง



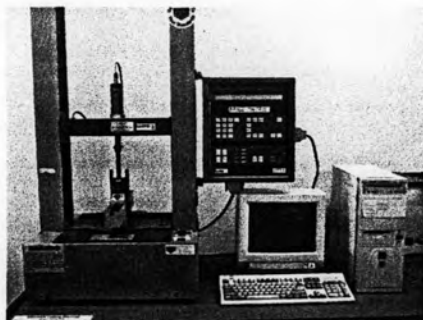
รูปที่ 3.17 รูปจำลองแสดงการทดสอบ Three point loading

3.10.2 การทดสอบความต้านแรงกด (Compressive Strength) [18]

ทดสอบความต้านแรงกดตามมาตรฐาน JIS R 9112 โดยขึ้นรูปชิ้นทดสอบขนาด กว้าง 3.6 เซนติเมตร หนา 3.6 เซนติเมตร ยาว 3.6 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.18 แล้วนำมาทดสอบด้วย เครื่อง Universal testing machine ดังรูปที่ 3.19



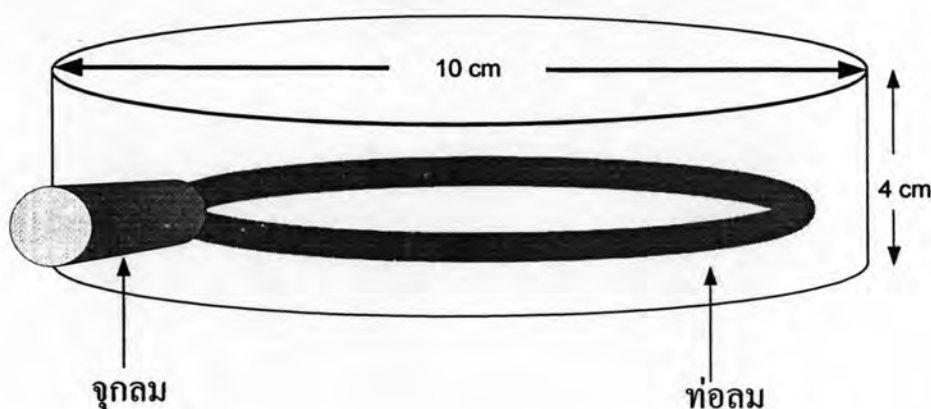
รูปที่ 3.18 ชิ้นทดสอบความต้านแรงกด



รูปที่ 3.19 LLOYD Universal Testing Machine model 500

3.10.3 การทดสอบความทนแรงอัดอากาศ

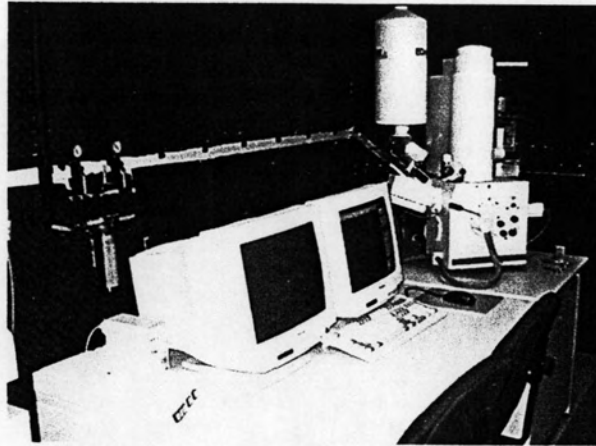
ทดสอบความทนแรงอัดอากาศตามมาตรฐานของบริษัท สยามโมลด์ดีงพลาสติก จำกัด โดยขึ้นรูปขึ้นทดสอบทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 10 เซนติเมตร หนา 4 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.20 ตามวิธีในข้อ 3.8 โดยในขณะที่เตรียมได้มีการวางท่อลมไว้ตรงกลางโดยที่ปลายด้านนอกของท่อลมเชื่อมกับจุกลม จากนั้นนำขึ้นทดสอบแช่ลงในน้ำกลั่นให้ระดับน้ำท่วมขึ้นทดสอบ ทิ้งไว้เป็นเวลา 15 นาที จึงนำออกมาซับด้วยผ้าสะอาด จากนั้นจึงนำขึ้นทดสอบมาให้ความดันลม โดยเพิ่มขึ้นทีละ 1 บาร์ ทุกๆ 2 นาที บันทึกค่าแรงดันลมสูงที่สุดที่ขึ้นทดสอบสามารถทนได้ ก่อนเกิดการเสียรูป



รูปที่ 3.20 ภาพจำลองขึ้นทดสอบความทนแรงอัดอากาศ

3.11 การศึกษาลักษณะทางโครงสร้างและองค์ประกอบภายในโมเลกุล

ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเรซิน โมลด์ พลาสติกเตอร์ โมลด์ และวัสดุเชิงประกอบระหว่างพอลิเมอร์และพลาสติก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) ด้วยเครื่อง JEOL รุ่น JSM-6480LV 30 ดังรูปที่ 3.20 ในการทดสอบจะยึดขึ้นทดสอบติดกับฐาน (stub) ด้วยเทปกาว จากนั้นนำไปเคลือบด้วยฟิล์มบางของทองคำ เพื่อเพิ่มการนำไฟฟ้าให้แก่ขึ้นทดสอบ และเป็นการป้องกันการเกิดประจุอิเล็กตรอนบนพื้นผิวของตัวอย่าง ในการถ่ายภาพจะทำที่กำลังขยาย 500 เท่า โดยใช้กำลังไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ ทั้งนี้ยังทำการวิเคราะห์ธาตุใน โครงสร้างจุลภาคชนิดแจกแจงพลังงานรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectrometer :EDS) ซึ่งการวิเคราะห์ชนิดของธาตุชนิดนี้ โดยพิจารณาความแตกต่างระหว่างแคลเซียมซัลเฟต กับพอลิเมอร์



รูปที่ 3.21 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ธาตุในโครงสร้างจุลภาค
ชนิดแจกแจงพลังงานรังสีเอกซ์