บทที่ 3
วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในการวิจัยเรื่องคุณสมบัติเชิงกลและปัจจัยการฉีดขึ้นรูปของโพลิเมอร์ผสมนี้ได้แบ่งการทดลองออกเป็น 2 ขั้นตอนคือ

การทดลองที่ 1 การทดสอบอัตราการไหลเพื่อศึกษาอุณหภูมิในการผสม

การทดลองที่ 2 การศึกษาอิทธิพลของสัดส่วนผสมของโพลิเมอร์ และตัวแปรการฉีดขึ้นรูปที่มีผลต่อคุณสมบัติเชิงกลและอัตราการฉีดขึ้นรูป โดยในขั้นตอนนี้ได้แบ่งขั้นตอนย่อยๆ ไว้ดังนี้

1. ศึกษาตัวแปรการฉีดขึ้นรูปที่มีผลต่อลักษณะทางกายภาพ น้ำหนักชิ้นงาน เปอร์เซ็นต์การหดตัวของชิ้นงาน คุณสมบัติเชิงกล และอัตราการฉีดขึ้นรูป

2. ศึกษาอิทธิพลของสัดส่วนผสมของโพลิเมอร์ และตัวแปรการฉีดขึ้นรูปที่มีผลต่อคุณสมบัติเชิงกายภาพและเชิงกล โดยในขั้นนี้ตัวแปรการฉีดขึ้นรูปที่ใช้จะเป็นตัวแปรที่ผ่านการ พิจารณามาจากขั้นตอนย่อยที่ 1 แล้ว

การดำเนินงานวิจัยนี้ได้แบ่งขั้นตอนได้ดังนี้

1. การเตรียมส่วนผสม
2. การทดสอบอัตรการไหลตัว
3. การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นทดสอบ
4. การทดสอบคุณสมบัติเชิงกายภาพและเชิงกล
5. การวิเคราะห์ผลการทดลองเชิงสถิติ

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.1 การเตรียมส่วนผสมและการขึ้นรูปชิ้นทดสอบ

3.1.1 วัสดุและอุปกรณ์

วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมส่วนผสมและขึ้นรูปชิ้นทดสอบมีดังนี้

1. PP เกรดฉีด มีความหนาแน่น 0.9 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
2. PA-6 มีความหนาแน่น 1.15 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
3. EPDM ที่มีจำนวนไอโอไดอีนเท่ากับ 12 (Iodine number)
4. เครื่องฉีดขึ้นรูปอัตโนมัติ (Automatic Injection Molding Machine)
5. แม่พิมพ์รูปดัมเบล ขนาดตามาตรฐาน ASTM D-368M Type III

3.1.2 การเตรียมส่วนผสมระหว่าง PP PA-6 และ EPDM

1. ชั่งส่วนผสมที่ได้ออกแบบไว้ในแผนการทดลองดังตารางที่ 3.1
2. นำส่วนผสมที่ชั่งแล้วมาผสมให้เข้ากัน แบ่งเป็น 2 ส่วน ส่วนที่ 1 นำไปทดสอบอัตรา การไหลตัว ส่วนที่ 2 นำไปฉีดขึ้นรูปในการทดลองที่ 2
3. ทำการทดลองซ้ำในขั้นตอนที่ 1 และ 2 รวมจำนวน 3 ครั้ง

3.1.3 การขึ้นรูปชิ้นทดสอบ

ในการศึกษาอิทธิพลของสัดส่วนผสมของโพลิเมอร์ และตัวแปรการฉีดขึ้นรูปที่มีผลต่อคุณสมบัติเชิงกล และอัตราการฉีดขึ้นรูปนั้น จะใช้เครื่องฉีดขึ้นรูปอัตโนมัติแบบสกรูเดี่ยวของบริษัท Spritzgiessautomaten Co.,Ltd รุ่น Boy 50 M โดยชิ้นทดสอบที่ได้เป็นรูปดัมเบล

ในการขึ้นรูปชิ้นทดสอบแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน คือ

1. ศึกษาตัวแปรการฉีดขึ้นรูปที่มีผลต่อลักษณะทางกายภาพ น้ำหนักชิ้นงาน เปอร์เซ็นต์การหดตัวของชิ้นงาน และคุณสมบัติเชิงกล ตัวแปรการฉีดขึ้นรูปที่ศึกษามีทั้งหมด 8 ตัว คือ
   1. อุณหภูมิที่หัวฉีด (Nozzle temperature)
   2. ความเร็วการฉีด (Injection speed)
   3. ความเร็วรอบการหมุนของสกรู (Screw speed)
   4. แรงดันที่รักษาให้ชิ้นงานอยู่ในแม่พิมพ์ (Holding pressure)
   5. แรงดันการฉีด (Injection pressure)

6. แรงดันด้นกลับ (Back pressure)

7. เวลาการเย็นตัว (Cooling time)

8. เวลาที่รักษาให้ชิ้นงานอยู่ในแม่พิมพ์ (Holding time)

โดยจะพิจารณาผลที่มีต่อลักษณะทางกายภาพของชิ้นงาน คือ ลักษณะผิวชิ้นงาน รอยขุ่น ขาวภายในชิ้นงาน และครีบที่เกิดขึ้น รวมทั้งด้านน้ำหนัก เปอร์เซ็นต์การหดตัวของชิ้นงาน คุณสมบัติเชิงกล และอัตราการฉีดขึ้นรูป ถ้าตัวแปรการฉีดขึ้นรูปใดมีผลต่อชิ้นงานในด้านดังกล่าว ก็จะนำไปศึกษาอย่างละเอียดในขั้นตอนที่ 2 ต่อไป ค่าของตัวแปรทั้ง 8 ตัวที่ใช้ในการศึกษาขั้นตอนนี้แสดงไว้ดังตารางที่ 3.2 โดยจะทำการศึกษาและเปลี่ยนแปลงค่าตัวแปรฉีดขึ้นรูปทีละตัวแปร เช่น ถ้าทำการศึกษาความเร็วฉีด ตัวแปรอื่นๆ จะใช้ ค่าที่ระดับที่ 1

2. ศึกษาอิทธิพลของสัดส่วนผสมของโพลิเมอร์ และตัวแปรการฉีดขึ้นรูปที่มีผลต่อคุณสมบัติเชิงกายภาพและเชิงกล โดยในขั้นนี้ตัวแปรการฉีดขึ้นรูปที่ใช้ศึกษาจะเป็นตัวแปรที่ผ่านการพิจารณามาจากขั้นตอนที่ 1 แล้ว และทำการฉีดขึ้นรูปตามค่าตัวแปรดังกล่าว และสัดส่วนผสมของโพลิเมอร์ตาม แผนการทดลองในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมสำหรับโพลิเมอร์ผสม PP/PA-6/EPDM

PP/PA-6	EPDM (%w)			
(%w/w)	0	5	10	15
100/0	100	95	90	85
90/10	100	95	90	85
70/30	100	95	90	85
50/50	100	95	90	85
30/70	100	95	90	85
10/90	100	95	90	85
0/100	100	95	90	85

ตารางที่ 3.2 ค่าของตัวแปรการฉีดขึ้นรูป

ตัวแปร		หน่วย	ระดับที่		
			1	2	3
แรงดันดันกลับ		บาร์	3	20	40
เวลาเย็นตัว		วินาที	12	25	40
แรงดันรักษาให้ชิ้นงานอยู่ในแม่พิมพ์		บาร์	12	25	50
เวลารักษาให้ชิ้นงานอยู่ในแม่พิมพ์		วินาที	1	10	20
แรงดันฉีด		บาร์	25	50	75
ความเร็วฉีด		เปอร์เซ็นต์	30	50	70
อุณหภูมิหัวฉีด	PP	องศาเซลเซียส	200	230	260
	PA-6		225	245	260
ความเร็วรอบสกรู		รอบ/นาที	25	45	65

3.2 การทดสอบอัตรการไหลตัว

ในการทดสอบอัตราการไหลตัวกระทำโดยใช้เครื่องทดสอบอัตรการไหลตัว (Melt Indexer) Series 4000 ของบริษัท A Dynisco Instrument Company โดยเลือกวิธีการทดสอบแบบ A (Method A) ทำการทดสอบทุกส่วนผสมตามตารางที่ 3.1 ที่อุณหภูมิ 225°C 235 °C และ 245°C วิธีการทดสอบปฏิบัติตาม มาตรฐาน ASTM D-1238 ดังนี้

1. เลือกอุณหภูมิ น้ำหนักที่ทำการทดสอบ เวลาอุ่นให้ความร้อน(Preheat) เวลาที่จะตัดโพลิเมอร์ในแต่ละครั้ง และจำนวนครั้งที่ตัด สำหรับการทดสอบนี้จะใช้ตุ้มน้ำหนักขนาด 0.325 กิโลกรัม เวลาอุ่นให้ ความร้อน 360 วินาที เวลาในการตัดโพลิเมอร์แต่ละครั้ง 30 วินาที และจำนวนครั้งที่ตัด 5 ครั้ง

2. ปรับกระบอกทดสอบให้อยู่ในแนวตั้งตรงโดยใช้ที่วัดระดับน้ำ

3. ทำความสะอาดเครื่องมือ ให้ความร้อนกับกระบอกสูบจนได้อุณหภูมิที่ต้องการ ใส่หัวฉีดและแท่งลูกสูบ(piston) ลงไปจนสุดความลึก ให้ความร้อนต่อไปอีก 15 นาที จึงเริ่มทำการทดสอบในการทดสอบครั้งต่อไปไม่จำเป็นต้องให้ความร้อนก่อนก็ได้

4. นำแท่งลูกสูบออก ใส่โพลิเมอร์ผสมที่เตรียมไว้ประมาณ 5-8 กรัมลงในกระบอกทดสอบโดยเทผ่านกรวย (funnel) เพื่อกันไม่ให้โพลิเมอร์เปื้อนหรือหกออกนอกกระบอกทดสอบ

5. ใช้แท่งกด (Charging Tool) กดโพลิเมอร์ที่ใส่ลงไปเพื่อไม่ให้มีฟองอากาศ จากนั้นใส่แท่งลูกสูบ และตุ้มน้ำหนักกดลงไป ให้ความร้อน 6 นาที (360 วินาที) การนำโพลิเมอร์ออกจากกระบอกทดสอบ ต้องทำภายใน 4 นาทีแรกเท่านั้น

6. หลังจากเวลาอุ่นให้ความร้อนครบแล้ว (6 นาที) ให้ใช้เกรียง (sample cut off tool) ตัดโพลิเมอร์ที่ไหลออกมาทิ้งพร้อมกับกดปุ่มเริ่มต้น โพลิเมอร์จะเริ่มไหลออกมาเมื่อถึงเวลาตัดตามที่กำหนดจะมีสัญญาณเตือนให้ตัดโพลิเมอร์ แล้วกดปุ่มเริ่มต้นใหม่ตามเดิมจนครบ 5 ครั้ง นำโพลิเมอร์ที่ตัดได้ไปชั่งน้ำหนัก ถ้าโพลิเมอร์ที่ไหลออกมามีฟองอากาศต้องทำการทดลองใหม่

7. นำน้ำหนักที่ได้ป้อนลงในเครื่องทดสอบเพื่อคำนวณอัตราการไหลตัว โดยใช้สมการที่ 3.1 ดังนี้

$$\text{อัตราการไหลตัว} = \frac{\text{น้ำหนักโพลิเมอร์ต่อการตัด 1 ครั้ง} \times 60 \text{ (กรัม / 10 นาที)}}{\text{เวลาในการตัด 1 ครั้ง}} \qquad (3.1)$$

8. กดน้ำหนักเพื่อไล่โพลิเมอร์ที่เหลือออกให้หมด นำน้ำหนักกด แท่งลูกสูบ และหัวฉีด ออกเพื่อทำความสะอาด รวมทั้งทำความสะอาดกระบอกทดสอบด้วย

3.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นทดสอบ

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคเป็นการศึกษาลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของโพลิเมอร์ที่ผ่าน การฉีดขึ้นรูปโดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ของบริษัท Jeol Co.,Ltd รุ่น ISM-5410 LV ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย วิธีการเตรียมชิ้นทดสอบ และตรวจสอบดังนี้

1. ตัดส่วนกลางของชิ้นทดสอบรูปดัมเบลยาว 2 เซนติเมตร บากตรงกลางชิ้นงานลึกประมาณ 0.5 มิลลิเมตร นำไปแช่ในไนโตรเจนเหลวจนกระทั่งฟองของไนโตรเจนเหลวหายไป จากนั้นใช้คีม จับปลาย 2 ข้างแล้วหัก

2. นำชิ้นทดสอบไปติดกับแท่นทองเหลืองสำหรับติดชิ้นงาน (stub) จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการฉาบทองเพื่อให้ชิ้นทดสอบมีคุณสมบัติในการนำไฟฟ้า

3. นำชิ้นทดสอบไปส่องดูโครงสร้างระดับจุลภาคโดยเครื่อง SEM โดยเลือกความต่างศักย์และกำลังขยายที่เหมาะสม ในงานวิจัยนี้ใช้กำลังขยาย 1,500 เท่า

3.4 การทดสอบความหนาแน่นและคุณสมบัติเชิงกล

ความหนาแน่นและคุณสมบัติเชิงกลที่ศึกษาในงานวิจัยนี้คือ

1. ความหนาแน่น
2. คุณสมบัติภายใต้แรงดึง (Tensile Proprties)
    - 2.1 ความแข็งแรงของวัสดุภายใต้แรงดึง
    - 2.2 โมดูลัสของความยืดหยุ่น
    - 2.3 เปอร์เซ็นต์ความยืดหยุ่น
3. ความแข็ง
4. ความแข็งแรงของวัสดุภายใต้แรงกระแทก

3.4.1 ความหนาแน่น

1. นำชิ้นทดสอบรูปดัมเบลที่เตรียมไว้มาทำการตัดเป็นชิ้นเล็กพอควร
2. วัดความกว้าง ความยาว และความหนาของชิ้นงานที่ตัดมา
3. นำชิ้นงานที่ตัดมาไปชั่งน้ำหนัก

$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{\text{น้ำหนัก}}{(\text{กว้าง}*\text{ยาว}*\text{หนา})} \qquad (3.2)$$

3.4.2 คุณสมบัติภายใต้แรงดึง

นำชิ้นทดสอบรูปดัมเบลที่เตรียมไว้มาทดสอบหาคุณสมบัติภายใต้แรงดึง โดยใช้เครื่องทดสอบแรงดึง (Tensile Tester) รุ่น H10K-C ของบริษัท Hounsfield Test Equipment.,Ltd. โดยเลือกวิธีการวัดเป็นแบบ Rubber Modulus Test (H500LC) โดยใช้แสงเลเซอร์เป็นตัววัดระยะยืด

ของชิ้นทดสอบความเร็ว ในการทดสอบ(cross head speed) 50 มิลลิเมตรต่อนาที วิธีการวัดแบบนี้จะทำให้ทราบความทนต่อแรงดึง เปอร์เซ็นต์ความยืดหยุ่น และค่าแรงดึงที่เปอร์เซ็นต์ความยืดหยุ่นต่างๆ ทำการทดสอบชิ้นทดสอบ สำหรับแต่ละตัวอย่างเท่ากับ 5 ชิ้นและทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง

สำหรับสูตรที่ใช้ในการคำนวณความแข็งแรงของวัสดุภายใต้แรงดึง เปอร์เซ็นต์ความยืดหยุ่น และโมดูลัสของความยืดหยุ่น แสดงไว้ดังสมการที่ 3.3 3.4 และ 3.5 ตามลำดับ ดังนี้

$$S = \frac{F_{max}}{w * t} \qquad (3.3)$$

เมื่อ S = ความแข็งแรงของวัสดุภายใต้แรงดึง (นิวตัน/ตารางมิลลิเมตร)

F_{max} = ขนาดของแรงดึงสูงสุด (นิวตัน)

w = ความกว้างของชิ้นทดสอบบริเวณส่วนแคบที่รับแรงดึง (มิลลิเมตร)

t = ความหนาของชิ้นทดสอบบริเวณส่วนแคบที่รับแรงดึง (มิลลิเมตร)

$$E = \frac{(l_{max} - l_o) * 100}{l_o} \qquad (3.4)$$

เมื่อ E = เปอร์เซ็นต์ความยืดหยุ่น (เปอร์เซ็นต์)

l_{max} = ความยาวสูงสุดของชิ้นงานที่อ่านได้ ณ จุดที่แรงดึงสูงสุด (มิลลิเมตร)

l_o = ความยาวของชิ้นทดสอบที่ใช้เป็นเกณฑ์ (guage length) (มิลลิเมตร)

$$M = \frac{(F * l_o)}{w * t * (l - l_o)} \qquad (3.5)$$

เมื่อ M = โมดูลัสของความยืดหยุ่น (นิวตัน/ตารางมิลลิเมตร)

F = ขนาดของแรงดึงที่ทำให้ความยาวของชิ้นทดสอบเปลี่ยนแปลงไปเป็นความยาวที่ขณะใดๆ (l) (นิวตัน)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

l_o = ความยาวของชิ้นทดสอบที่ใช้เป็นเกณฑ์ (guage length) (มิลลิเมตร)

l = ความยาวของชิ้นทดสอบเปลี่ยนแปลงไปเป็นความยาวที่ขณะใดๆ (มิลลิเมตร)

w = ความกว้างของชิ้นทดสอบบริเวณส่วนแคบที่รับแรงดึง (มิลลิเมตร)

t = ความหนาของชิ้นทดสอบบริเวณส่วนแคบที่รับแรงดึง (มิลลิเมตร)

3.4.3 การทดสอบความแข็งแรงของวัสดุภายใต้แรงกระแทก

นำชิ้นทดสอบที่เตรียมไว้ มาทำการทดสอบหาความแข็งแรงของวัสดุภายใต้แรงกระแทกโดยใช้เครื่องทดสอบแรงกระแทก (Impact Tester) รุ่น Zwick 5113 ของบริษัท Zwick GmbH & Co., โดยวิธีการทดสอบปฏิบัติตามมาตรฐาน ASTM D-256 ดังนี้

1. นำชิ้นทดสอบที่เตรียมมาวางบนแท่นวางชิ้นงาน

2. จากนั้นปล่อยตุ้มน้ำหนักขนาด 2.7 J ตีลงมายังชิ้นทดสอบ เครื่องทดสอบจะบอกค่าความแข็งแรงของวัสดุภายใต้แรงกระแทกในหน่วยกิโลจูลต่อตารางเมตร

3.4.4 การทดสอบความแข็ง

นำชิ้นงานมาทดสอบหาค่าความแข็งโดยเครื่องทดสอบความแข็ง (Hardness Tester) แบบชอร์ สเกล D รุ่น 473 ของบริษัท Pacific Tranducer Corp. ใช้ตุ้มน้ำหนักขนาด 5 กิโลกรัม วิธีการทดสอบปฏิบัติตามมาตรฐาน ASTM D-638 ดังนี้

1. ปรับเข็มบนหน้าปัดให้ชี้ไปที่เลขศูนย์ วางชิ้นทดสอบในแนวตั้งตรงบนฐานรองรับชิ้นทดสอบ

2. หมุนสกรูด้านข้างยกชิ้นทดสอบไปชนปลายหัวกดด้วยความเร็วสม่ำเสมอจนทำให้ตุ้ม น้ำหนักยกขึ้นจากจุดเริ่มต้นเป็นเวลา 1 วินาที อ่านค่าที่ได้ ทำการวัด 5 จุดบนชิ้นทดสอบและทำการทดสอบซ้ำ 3 ครั้ง

3.5 การวิเคราะห์ผลการทดลองเชิงสถิติ

การวิเคราะห์ผลเชิงสถิติของข้อมูลที่ได้จากการทดสอบคุณสมบัติต่างๆ ในงานวิจัยมีดังนี้

1. การวิเคราะห์ความแปรปรวน (Analysis of Variance)

2. การวิเคราะห์การถดถอย (Regression of analysis)

โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูปทางสถิติ SPSS Version 7.5.1 มาช่วยในการวิเคราะห์ดังกล่าว

3.5.1 การวิเคราะห์ความแปรปรวน

การวิเคราะห์ความแปรปรวนจะเป็นการวิเคราะห์ข้อมูลของค่าอัตราการไหลตัว คุณสมบัติเชิงกายภาพและเชิงกลของโพลิเมอร์ผสม PP/PA-6/EPDM เพื่อ

1. ทดสอบความมีนัยสำคัญของผลกระทบของสัดส่วน PP/PA-6 EPDM และอุณหภูมิ ที่มีต่ออัตราการไหลตัว

2. ทดสอบความมีนัยสำคัญของผลกระทบของสัดส่วน PP/PA-6 EPDM และตัวแปรฉีด ขึ้นรูปที่มีต่อความหนาแน่นและคุณสมบัติเชิงกลของโพลิเมอร์ผสม PP/PA-6/EPDM

3.5.2 การวิเคราะห์การถดถอย

การวิเคราะห์การถดถอยจะเป็นการวิเคราะห์ข้อมูลของค่าอัตราการไหลตัว ความหนาแน่นและคุณสมบัติเชิงกลของโพลิเมอร์ผสม PP/PA-6/EPDM เพื่อหารูปแบบความสัมพันธ์ทางคณิตศาสตร์ที่ใช้แสดง ความสัมพันธ์ระหว่าง

1. อัตราการไหลตัวกับสัดส่วนของ PP PA-6 และ EPDM

2. ความหนาแน่นและคุณสมบัติเชิงกลกับสัดส่วนของ PP PA-6 และ EPDM และตัวแปรฉีดขึ้นรูป

3. คุณสมบัติเชิงกลกับคุณสมบัติเชิงกล