บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในการวิจัยเรื่องคุณสมบัติเชิงกลของโพลิเมอร์ผสมนี้ได้แบ่งการทดลองออกเป็น 2 ขั้นตอน คือ

การทดลองที่ 1 การทดสอบอัตราการไหลเพื่อศึกษาอุณหภูมิในการฉีดขึ้นรูป

การทดลองที่ 2 การศึกษาผลกระทบของสัดส่วนของ HDPE/PP และ EPDM ที่มีต่อคุณสมบัติทางกายภาพและเชิงกลของโพลิเมอร์ผสม HDPE/PP/EPDM และผลกระทบของสัดส่วน HDPE PP และอุณหภูมิของการฉีดขึ้นรูป ที่มีต่อคุณสมบัติทางกายภาพและเชิงกลของโพลิเมอร์ผสม HDPE/PP

การดำเนินงานวิจัยนี้ได้แบ่งขั้นตอนของการศึกษาได้ดังนี้

1. การเตรียมส่วนผสมและการขึ้นรูปชิ้นทดสอบ
2. การทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ
3. การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของชิ้นทดสอบ
4. การทดสอบคุณสมบัติเชิงกล
5. การวิเคราะห์ผลการทดลองเชิงสถิติ

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.1 การเตรียมส่วนผสมและการขึ้นรูปชิ้นทดสอบ

3.1.1 วัสดุและอุปกรณ์

วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมส่วนผสมและขึ้นรูปชิ้นทดสอบมีดังนี้

1. HDPE มีความหนาแน่น 0.954 กรัม/ลูกบาศ์กเซนติเมตร ดรรชนีการไหล 0.8 กรัม/10นาที ($190^{\circ}C/2.16kg$)
2. PP มีความหนาแน่น 0.910 กรัม/ลูกบาศ์กเซนติเมตร ดรรชนีการไหล 3.5 กรัม/10นาที ($230^{\circ}C/2.16kg$)
3. EPDM มีส่วนผสมของไดอีน 19.0 (I_2value) ความถ่วงจำเพาะ 0.86
4. เครื่องฉีดขึ้นรูปอัตโนมัติ (Automatic Injection Molding Machine)
5. แม่พิมพ์รูปดัมเบลขนาดตามมาตรฐาน ASTM D-368M Type III

3.1.2 การเตรียมส่วนผสมระหว่าง HDPE PP และ EPDM

1. สุ่มชั่งส่วนผสมที่ได้ออกแบบไว้ในแผนการทดลองดังตารางที่ 3.1
2. นำส่วนผสมที่ชั่งแล้วมาผสมให้เข้ากัน แล้วแบ่งออกเป็น 2 ส่วน ส่วนที่ 1 นำไปทดสอบอัตราการไหลตัวของโพลิเมอร์ ส่วนที่ 2 นำไปฉีดขึ้นรูปชิ้นทดสอบ
3. ทำการทดลองซ้ำในขั้นตอนที่ 1 และ 2 รวมจำนวน 3 ครั้ง

3.1.3 การขึ้นรูปชิ้นทดสอบเพื่อใช้ในการทดสอบคุณสมบัติ

นำโพลิเมอร์ที่ผสมไว้แล้วใส่ลงใน hopper ของเครื่องฉีดขึ้นรูปอัตโนมัติแบบสกรูเดี่ยว ของบริษัท Spritzgiessautomaten Co.,Ltd. รุ่น Boy 50 M โดยควบคุมอุณหภูมิของแต่ละโซนในเครื่องฉีดขึ้นรูปอัตโนมัติ ดังนี้ อุณหภูมิในโซน 1, 2, 3 และ 4 (ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่หัวฉีด) เป็น $190^{\circ}C$, $200^{\circ}C$, $210^{\circ}C$, $210^{\circ}C$ ตามลำดับ โดยกำหนดความเร็วเริ่มต้นเป็น 70% และ 38 % ที่หัวฉีด สำหรับความดันเริ่มต้นเท่ากับ 63 บาร์ และที่หัวฉีดเป็น 35 บาร์ โพลิเมอร์จะถูกผสมและหลอมรวมกันจากนั้นจะถูกฉีดออกมาในแม่พิมพ์รูปดัมเบลตามมาตรฐาน ASTM D-368M Type III ขนาดของชิ้นทดสอบรูปดัมเบลแสดงดังรูปที่ 3.1 หลังจากที่เครื่องฉีดดันชิ้นทดสอบหลุดจากแม่พิมพ์แล้วเก็บชิ้นทดสอบไว้เพื่อทดสอบต่อไป สำหรับชิ้นทดสอบของโพลิเมอร์ผสม HDPE/PP ที่เปลี่ยนอุณหภูมิในการฉีดนั้นจะเปลี่ยนอุณหภูมิที่หัวฉีดเป็น 190 $^{\circ}C$ และ 230 $^{\circ}C$ ตามลำดับ ที่ตำแหน่งอื่นๆ อุณหภูมิเหมือนเดิม

3.2 การทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ

3.2.1 อัตราการไหลตัว

นำโพลิเมอร์ที่ผสมไว้แล้วมาทำการทดสอบหาอัตราการไหลตัว โดยใช้เครื่องทดสอบอัตราการไหลตัว (Melt Indexer) Series 4000 ของบริษัท A Dynisco Instrument Company ดังแสดงในรูปที่ 3.2 โดยเลือกวิธีการทดสอบเป็นแบบ A (Method A) ทำการทดสอบอัตราการไหลทุกส่วนผสมดังตารางที่ 3.1 ที่อุณหภูมิ 170 °C, 190°C, 210°C, 230°C, 250°C และ 270°C วิธีการทดสอบปฏิบัติตามมาตรฐาน ASTM D-1238 ดังนี้

1. เลือกอุณหภูมิและน้ำหนักที่ทำการทดสอบ เวลาในการอุ่นให้ความร้อน (preheat) เวลาที่จะตัดโพลิเมอร์แต่ละครั้ง ในการทดสอบนี้จะใช้ตุ้มน้ำหนักขนาด 2.16 กิโลกรัม เวลาในการให้ความร้อน 6 นาที เวลาในการตัดโพลิเมอร์แต่ละครั้ง 45 วินาที จำนวนครั้งที่ตัด 5 ครั้ง ทุกการทดสอบ

2. ปรับกระบอกทดสอบให้อยู่ในแนวตั้งตรงโดยใช้ที่วัดระดับน้ำ

3. ทำความสะอาดเครื่องมือ ให้ความร้อนกับกระบอกสูบจนได้อุณหภูมิที่ต้องการ ใส่หัวฉีดและแท่งลูกสูบ (piston) ลงไปจนสุดความลึกของกระบอกทดสอบ ให้ความร้อนต่อไปอีก 15 นาที จึง
เริ่มทำการทดสอบ ในการทดสอบครั้งต่อไปไม่จำเป็นต้องให้ความร้อนก่อนอีกก็ได้

4. เอาแท่งลูกสูบออก นำโพลิเมอร์ผสมที่เตรียมไว้ประมาณ 5 – 8 กรัมเติมลงในกระบอกทดสอบโดยเทผ่านกรวย (funnel) เพื่อกันไม่ให้โพลิเมอร์เปื้อนหรือไหลออกนอกกระบอกทดสอบ

5. ใช้แท่งกด (Charging Tool) กดให้แน่นเพื่อไม่ให้มีฟองอากาศ จากนั้นใส่แท่งลูกสูบ และตุ้มน้ำหนักกดลงไป ให้ความร้อน 6 นาที การเอาโพลิเมอร์ออกจากกระบอกทดสอบต้องทำภายใน 4 นาทีแรกเท่านั้น

6. หลังจากเวลาในการให้ความร้อนครบแล้ว ใช้เกรียง (sample cut off tool) ตัดโพลิเมอร์ที่ไหลออกมาทิ้งพร้อมกับกดปุ่มเริ่มต้น โพลิเมอร์จะเริ่มไหลออกมาตามเวลาที่กำหนด เมื่อมีสัญญาณเตือน ตัดโพลิเมอร์แล้วกดปุ่มใหม่ตามเดิมจนครบ 5 ครั้ง นำโพลิเมอร์ที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก ถ้าโพลิเมอร์ที่ไหลออกมามีฟองอากาศต้องทำการทดลองใหม่

7. นำข้อมูลน้ำหนักป้อนลงในเครื่องทดสอบ เครื่องทดสอบจะทำการคำนวณโดยใช้สมการที่ 3.1 ดังนี้

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

8. กดน้ำหนักไล่โพลิเมอร์ที่เหลือออกให้หมด เอาน้ำหนักแท่งลูกสูบ และหัวฉีดออก ทำความสะอาดกระบอกทดสอบ

3.2.2 ความถ่วงจำเพาะ

วิธีการทดสอบหาค่าความถ่วงจำเพาะได้ปฏิบัติตามมาตรฐาน ASTM D-792 วิธีการทดสอบแบบ A (Test Method A) การหาความถ่วงจำเพาะโดยการแทนที่น้ำ ซึ่งใช้ขวดแก้ว Pycnometer ขนาด 10 ซีซี ดังนี้

1. นำชิ้นทดสอบรูปดัมเบลมาตัดให้มีขนาดกว้าง x ยาว เท่ากับ 1 x 0.5 เซนติเมตร
2. ชั่งน้ำหนักของชิ้นทดสอบ(a) และชั่งน้ำหนักของขวดแก้วรวมกับน้ำ(w)
3. นำชิ้นทดสอบไปแทนที่น้ำในขวด Pycnometer ต้องไม่ให้ภายในขวดแก้วไม่มีฟองอากาศเลย นำไปชั่งน้ำหนัก (b) บันทึกข้อมูล
4. นำผลที่ได้จากการชั่งในข้อที่ 2 และ 3 ไปคำนวณหาค่าความถ่วงจำเพาะโดยใช้สมการที่ 3.2 ตามมาตรฐาน ASTM D-792 ดังนี้

$$\text{Sp.Gr.} = \frac{a}{(a + w - b)} \quad (3.2)$$

เมื่อ Sp.Gr. = ความถ่วงจำเพาะ

a = น้ำหนักของชิ้นทดสอบที่ชั่งในอากาศ (กรัม)

w = น้ำหนักรวมของน้ำและภาชนะบรรจุ (กรัม)

b = น้ำหนักรวมของน้ำชิ้นทดสอบและภาชนะบรรจุ (กรัม)

5. ทำการวัดชิ้นทดสอบ 5 ชิ้นสำหรับแต่ละตัวอย่าง

3.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของโพลิเมอร์ผสม

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคนี้เป็นการศึกษาลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของโพลิเมอร์ที่ผ่านการฉีดขึ้นรูปแล้วว่ามีการกระจายตัวของส่วนผสมแต่ละชนิดเป็นอย่างไร โดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ของบริษัท Jeol Co.,Ltd. รุ่น ISM-5410LV ดังแสดงในรูปที่ 3.3 ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยมีวิธีการเตรียมชิ้นทดสอบและการตรวจสอบดังนี้

1. ตัดส่วนกลางของชิ้นทดสอบรูปดัมเบลยาว 2 เซนติเมตร บากตรงกลางชิ้นงานลึกประมาณ 0.5 มิลลิเมตร นำไปแช่ในไนโตรเจนเหลว 5 นาที จากนั้นใช้คีมจับปลาย 2 ข้างแล้วหัก
2. นำชิ้นทดสอบไปติดกับแท่นทองเหลืองสำหรับติดชิ้นงาน (stub) จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการฉาบทองเพื่อให้ชิ้นทดสอบมีคุณสมบัติในการนำไฟฟ้า
3. นำชิ้นทดสอบไปส่องดูโครงสร้างระดับจุลภาคโดยเครื่อง SEM โดยเลือกความต่างศักย์และกำลังขยายที่เหมาะสม ในงานวิจัยนี้ใช้กำลังขยาย 10,000 เท่า

3.4 การทดสอบคุณสมบัติเชิงกล

คุณสมบัติเชิงกลที่ศึกษาในงานวิจัยนี้คือ

1. คุณสมบัติภายใต้แรงดึง (Tensile Properties)
    - 1.1 ความทนต่อแรงดึง
    - 1.2 เปอร์เซ็นต์ความยืดหยุ่น ณ จุดขาด
    - 1.3 โมดูลัสของความยืดหยุ่น
2. ความแข็ง
3. ความทนต่อแรงกระแทก

3.4.1 คุณสมบัติภายใต้แรงดึง

นำชิ้นทดสอบรูปดัมเบลที่เตรียมไว้ มาทดสอบหาคุณสมบัติภายใต้แรงดึง โดยใช้เครื่องทดสอบแรงดึง (Tensile Tester) รุ่น H10K-C ของบริษัท Hounsfield Test Equipment.,Ltd. ดังรูปที่ 3.4 โดยเลือกวิธีการวัดเป็นแบบ Rubber Modulus Test (H500LC) โดยใช้แสงเลเซอร์เป็นตัววัดระยะยืดของชิ้นทดสอบ ความเร็วในการทดสอบ (cross head speed) 50 มิลลิเมตร / นาที วิธีการ

วัดแบบนี้จะทำให้ทราบความทนต่อแรงดึงสูงสุด เปอร์เซ็นต์ความยืดหยุ่น ณ จุดขาด และค่าแรงดึงที่เปอร์เซ็นต์ความยืดหยุ่นต่างๆ ทำการทดสอบชิ้นทดสอบสำหรับแต่ละตัวอย่างเท่ากับ 5 ชิ้นทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง

สำหรับสูตรที่ใช้ในการคำนวณความทนต่อแรงดึงสูงสุด เปอร์เซ็นต์ความยืดหยุ่น ณ จุดขาด และค่า 100%โมดูลัสของความยืดหยุ่น ดังแสดงไว้ในสมการที่ 3.3 3.4 และ 3.5 ตามลำดับดังนี้

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

เมื่อ S = แรงดึงที่จุดขาด (กิโลกรัม/ตารางเซนติเมตร)

F_{max} = ขนาดของแรงดึงที่ทำให้ชิ้นทดสอบขาดจากกัน (กิโลกรัม)

w = ความกว้างของชิ้นทดสอบบริเวณส่วนแคบที่รับแรงดึง (เซนติเมตร)

t = ความหนาของชิ้นทดสอบบริเวณส่วนแคบที่รับแรงดึง (เซนติเมตร)

$$E = \frac{(l_{max} - l_0) * 100}{l_0} \qquad (3.4)$$

เมื่อ E = เปอร์เซ็นต์ความยืดหยุ่น (เปอร์เซ็นต์)

l_{max} = ความยาวสูงสุดของชิ้นงานที่อ่านได้ก่อนที่ชิ้นงานจะขาดจากกัน (เซนติเมตร)

l_0 = ความยาวของชิ้นทดสอบที่ใช้เป็นเกณฑ์ (guage length) (เซนติเมตร)

$$M = \frac{(F * l_0)}{w * t * (I - l_0)} \qquad (3.5)$$

M = โมดูลัสของความยืดหยุ่น (กิโลกรัม/ตารางเซนติเมตร)

F = ขนาดของแรงดึงที่ทำให้ความยาวของชิ้นทดสอบเปลี่ยนแปลงไปเป็นความยาวที่ขณะใดๆ (l) (กิโลกรัม)

l_0 = ความยาวของชิ้นทดสอบที่ใช้เป็นเกณฑ์ (guage length) (เซนติเมตร)

l = ความยาวของชิ้นทดสอบ เปลี่ยนแปลงไปเป็นความยาวที่ขณะใดๆ (เซนติเมตร)

w = ความกว้างของชิ้นทดสอบบริเวณส่วนแคบที่รับแรงดึง (เซนติเมตร)

t = ความหนาของชิ้นทดสอบบริเวณส่วนแคบที่รับแรงดึง (เซนติเมตร)

การคำนวณค่าโมดูลัสของความยืดหยุ่น ณ.จุดที่ชิ้นทดสอบเกิดการเปลี่ยนขนาดความยาวจากเดิมเป็นหนึ่งเท่าตัว หรือที่เรียกว่า 100%โมดูลัสของความยืดหยุ่นได้ดังสมการที่ 3.6

$$M_{100\%} = \frac{F_{max}}{w * t} \qquad (3.6)$$

เมื่อ $M_{100\%}$ = ค่า100%โมดูลัสของความยืดหยุ่น (กิโลกรัม/ตารางเซนติเมตร)

F_{max} = ขนาดแรงดึงที่ทำให้ชิ้นทดสอบเปลี่ยนความยาวไปจากเดิมเป็นหนึ่งเท่าตัว (100%) (กิโลกรัม)

3.4.2 การทดสอบความแข็ง

นำชิ้นงานมาทดสอบหาค่าความแข็งโดยเครื่องทดสอบความแข็ง(Hardness Tester) แบบชอร์ สเกล D รุ่น 473 ของบริษัท Pacific Transducer Corp. ใช้ตุ้มน้ำหนักขนาด 5 กิโลกรัม ดังแสดงในรูปที่ 3.5 วิธีการทดสอบปฏิบัติตามมาตรฐาน ASTM D-638 ดังนี้

1. ปรับเข็มบนหน้าปัดให้ชี้เลขศูนย์ วางชิ้นทดสอบในแนวตั้งตรงบนฐานรองรับชิ้นงาน

2. หมุนสกรูด้านข้างยกชิ้นงานไปชนปลายหัวกดด้วยความเร็วที่สม่ำเสมอ จนทำให้ตุ้มน้ำหนักยกขึ้นจากจุดเริ่มต้นเป็นเวลา 1 วินาที อ่านค่าที่ได้ ทำการวัด 5 จุดบนชิ้นทดสอบ ทำซ้ำ 3 ครั้ง

3.4.3 การทดสอบความทนต่อแรงกระแทก

นำชิ้นทดสอบที่เตรียมไว้ดังรูปที่ 3.6 มาทำการทดสอบหาความทนต่อแรงกระแทกโดยใช้เครื่องทดสอบแรงกระแทก(Impact Tester) รุ่น 258 Serie 9347 ของบริษัท Yasuda Seiki Seisakusho,Ltd. ดังรูปที่ 3.7 โดยวิธีการทดสอบปฏิบัติตามมาตรฐาน ASTM D-256 ดังนี้

1. นำชิ้นงานวางบนแท่นจับ ปรับเข็มบนหน้าปัดให้ชี้ที่เลขศูนย์

2. จากนั้นปล่อยตุ้มน้ำหนักขนาดให้ตีลงบนชิ้นงาน เครื่องทดสอบจะบอกค่าพลังงานที่สูญเสียในการตีออกมาเป็นองศา จากนั้นนำไปเทียบกับตารางออกมาเป็นพลังงานที่สูญเสียในการตีโดยมีหน่วยเป็นจูล และเทียบเป็นพลังงานที่สูญเสียในการตีเป็นกิโลกรัม*เซนติเมตร โดยที่ 1 กิโลกรัม*เซนติเมตรเท่ากับ 0.10 จูล นำค่าที่ได้มาหาความทนต่อแรงกระแทก โดยใช้สูตร

$$\text{ความทนต่อแรงกระแทก (กิโลกรัม/เซนติเมตร)} = \frac{\text{พลังงานที่สูญเสียขณะตีชิ้นทดสอบ (กิโลกรัม*เซนติเมตร)}}{\text{พื้นที่หน้าตัดที่รับแรง (ตารางเซนติเมตร)}}$$

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

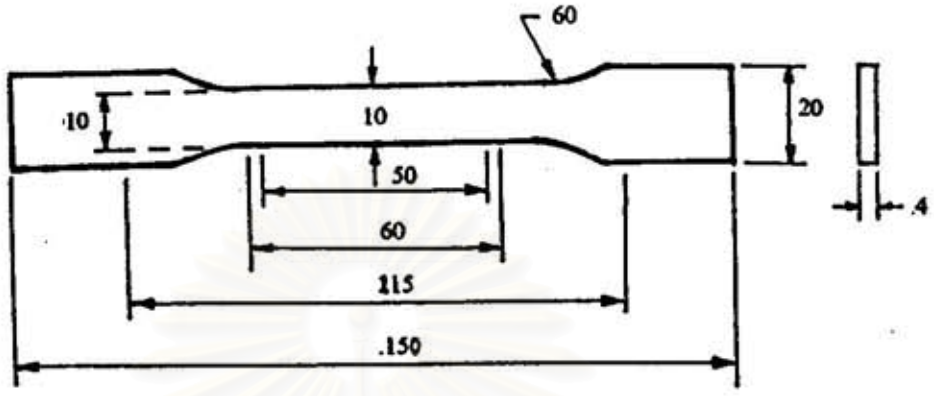
ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมสำหรับโพลิเมอร์ผสม HDPE/PP/EPDM

HDPE/PP	EPDM (%w)			
(%w/w)	0	5	10	15
100/0	100	95	90	85
75/25	100	95	90	85
50/50	100	95	90	85
25/75	100	95	90	85
0/100	100	95	90	85

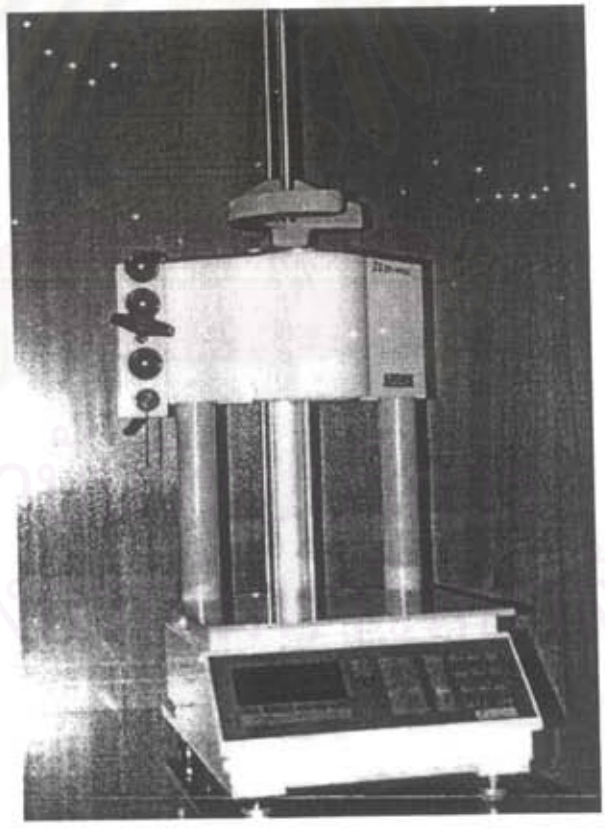
หมายเหตุ

1. ค่าตัวเลขในตารางเป็นน้ำหนักของโพลิเมอร์ผสม HDPE/PP ที่ใช้ผสมกับ EPDM
2. แต่ละการทดลองทำซ้ำ 3 ครั้ง

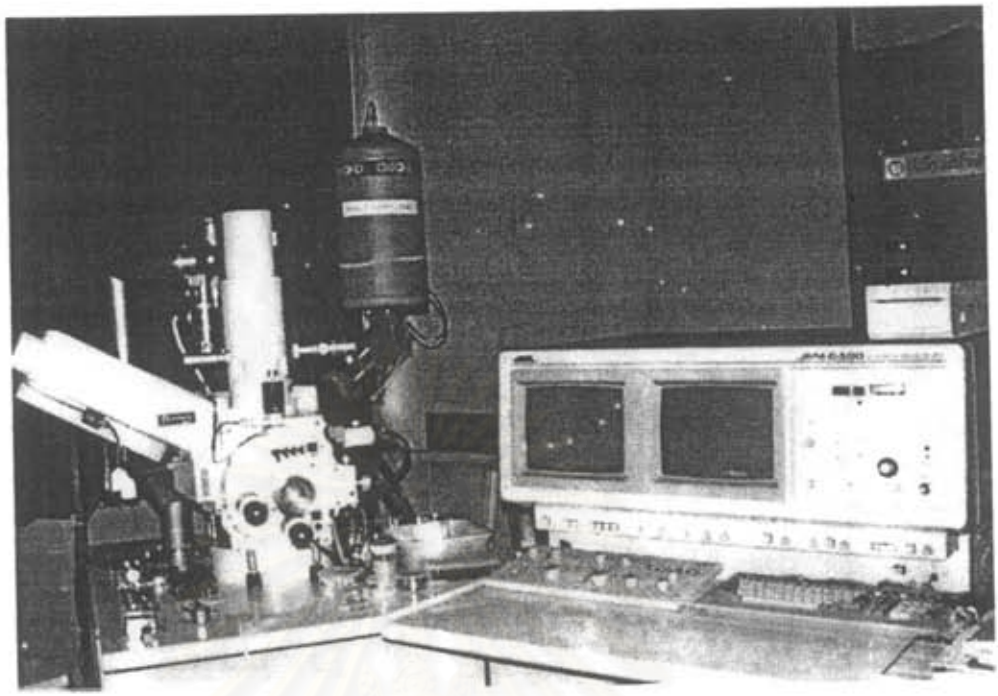
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



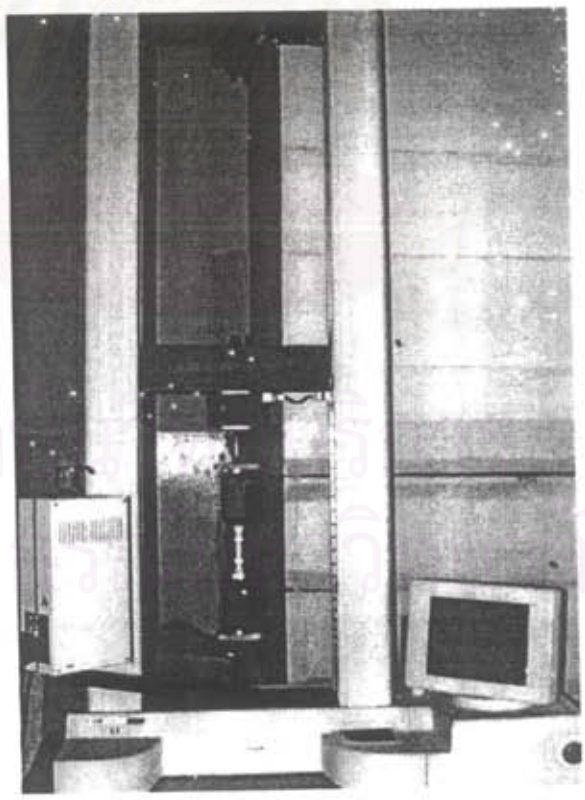
รูปที่ 3.1 ขนาดของแม่พิมพ์รูปดัมเบล ตามมาตรฐาน ASTM D- 368M Type III



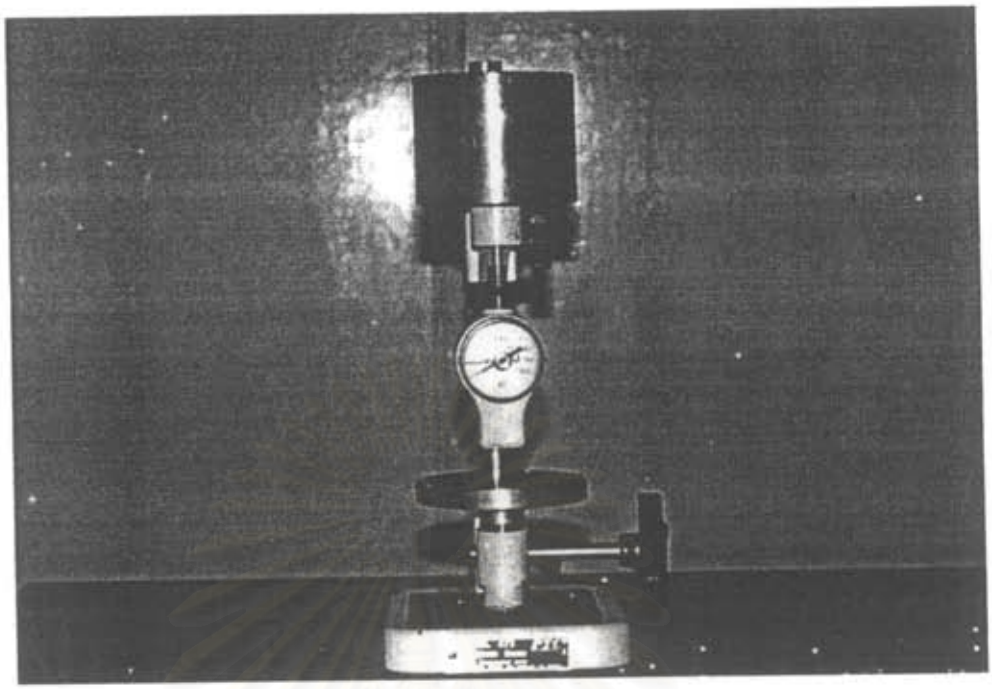
รูปที่ 3.2 เครื่องทดสอบอัตราการไหลตัว



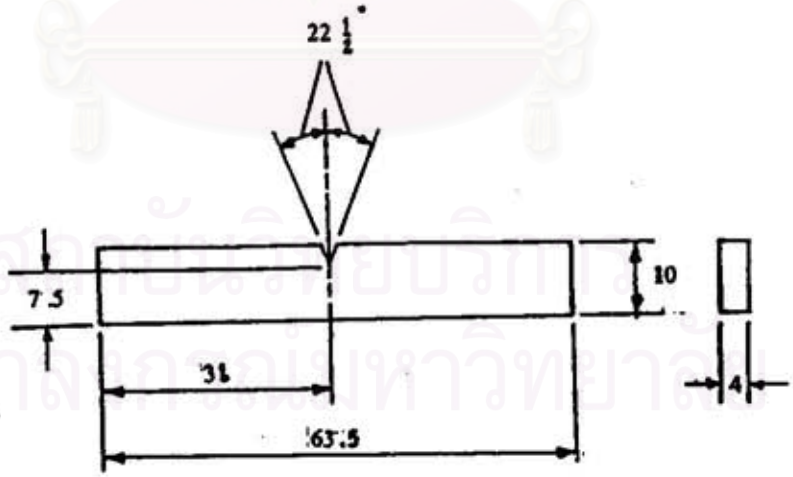
รูปที่ 3.3 เครื่องตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค (SEM)



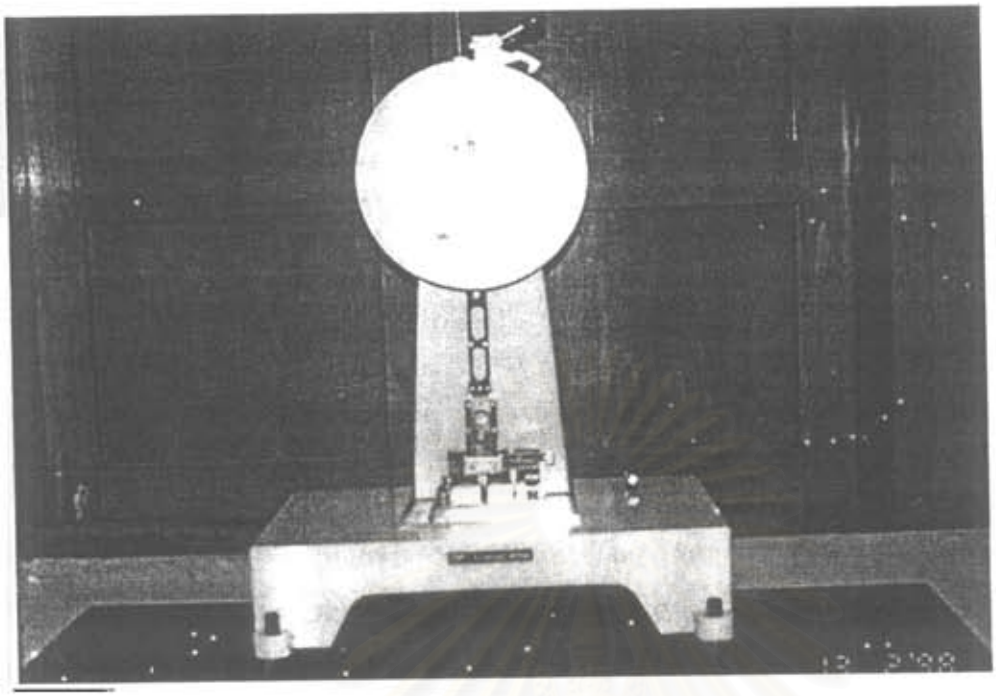
รูปที่ 3.4 เครื่องทดสอบแรงดึง



รูปที่ 3.5 เครื่องทดสอบความแข็ง



รูปที่ 3.6 ขนาดของชิ้นทดสอบที่ใช้ในการทดสอบแรงกระแทก



รูปที่ 3.7 เครื่องทดสอบแรงกระแทก

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ต้นฉบับไม่มีหน้า 36-37

NO PAGE 132-4 IN ORIGINAL

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย