

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 วัสดุดิบและสารเคมี

1. แป้งข้าวเหนียว (glutinous starch, commercial grade จากบริษัท ไทยวา จำกัด)
2. เมทิลเมทาคริลेटมอนอเมอร์ (MMA monomer, จากบริษัท Sumipex (Thailand) จำกัด)
3. เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (benzoyl peroxide (BPO), A.R. grade จากบริษัท BDH Limited Poole England จำกัด)
4. แอซีโตน (acetone, A.R. grade จากบริษัท Merck จำกัด)
5. เมทานอล (Methanol, G.R. grade จากบริษัท Zen Point จำกัด)
6. น้ำกลั่น
7. กรดไฮโดรคลอริก 37.0 เปอร์เซ็นต์ (hydrochloric acid, A.R. grade จากบริษัท Lab-Scan จำกัด)
8. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide, A.R. grade จากบริษัท Ajax Finechem จำกัด)
9. เตตระไฮโดรฟูแรน (tetrahydrofuran, HPLC grade จากบริษัท Lab-Scan จำกัด)
10. โฟแทสเซียมโบรไมด์ (จากบริษัท Merck จำกัด)
11. น้ำกลั่น
12. ไซลีน (Xylene, A.R. grade จากบริษัท Lab-Scan จำกัด)
13. โทลูอีน (Toluene, A.R. grade จากบริษัท Lab-Scan จำกัด)
14. เบนซีน (Benzene, A.R. grade จากบริษัท Baker Analytical จำกัด)
15. น้ำมันถั่วเหลือง (Soya oil, จากบริษัทน้ำมันพืชไทย จำกัด (มหาชน))
16. ดิน

สารเคมีต่างๆ ที่นำมาใช้นั้น นำมาใช้โดยไม่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์อีก

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์และขึ้นรูป

1. อุปกรณ์เครื่องแก้วและหม้อสแตนเลส
2. เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer)

3. ชุดเครื่องปั่นกวน พร้อมแท่งกวนโลหะ (mechanical stirrer)
4. เครื่องให้ความร้อน (hot plate and heating mantle)
5. เครื่องชั่งน้ำหนัก (balance)
6. เดซิเคเตอร์ (desiccator)
7. ชุดอุปกรณ์สกัดซอกซ์เลต (soxhlet extractor)
8. กระดาษวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง
9. เครื่องอัดเข้าแบบ (compression molding ของบริษัท Lab tech Engineering จำกัด รุ่น LP-S-50)
10. นาฬิกาจับเวลา
11. บีมสูญญากาศ
12. เครื่องตัดชิ้นงานทดสอบ
13. เวอร์เนียคาลิเปอร์
14. เครื่องทำรอยบากชิ้นงาน
15. กระบะสำหรับบรรจุดิน
16. แม่แบบโลหะในการเตรียมตัวอย่าง
17. แผ่นฟิล์มไมลา (Mylar film)

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

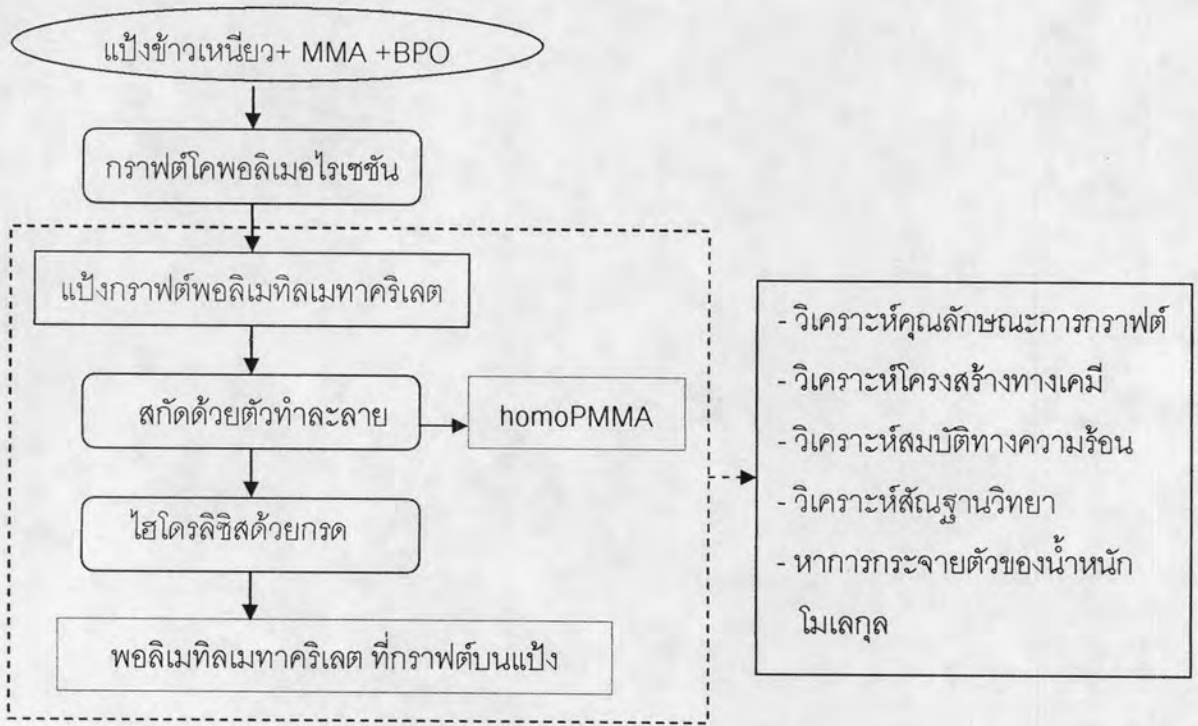
1. ฟลูออโรสเปกโตรมิเตอร์อินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (ของ Perkin Elmer รุ่น Spectrum One)
2. เทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ TGA (ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA 851)
3. เครื่องเจลเพอเมชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography (GPC)) ของ Waters รุ่น 600 Controller
4. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM, ของ JEOL รุ่น JSM-6480LV)
5. เครื่องยูนิเวอร์แซลเทสติง (Universal Testing Machine, รุ่น LLOYD model 500)
6. เครื่องทดสอบความทนแรงกระแทก (ของ Gotech รุ่น GT-7045MD)

3.4 ขอบเขตการทดลอง

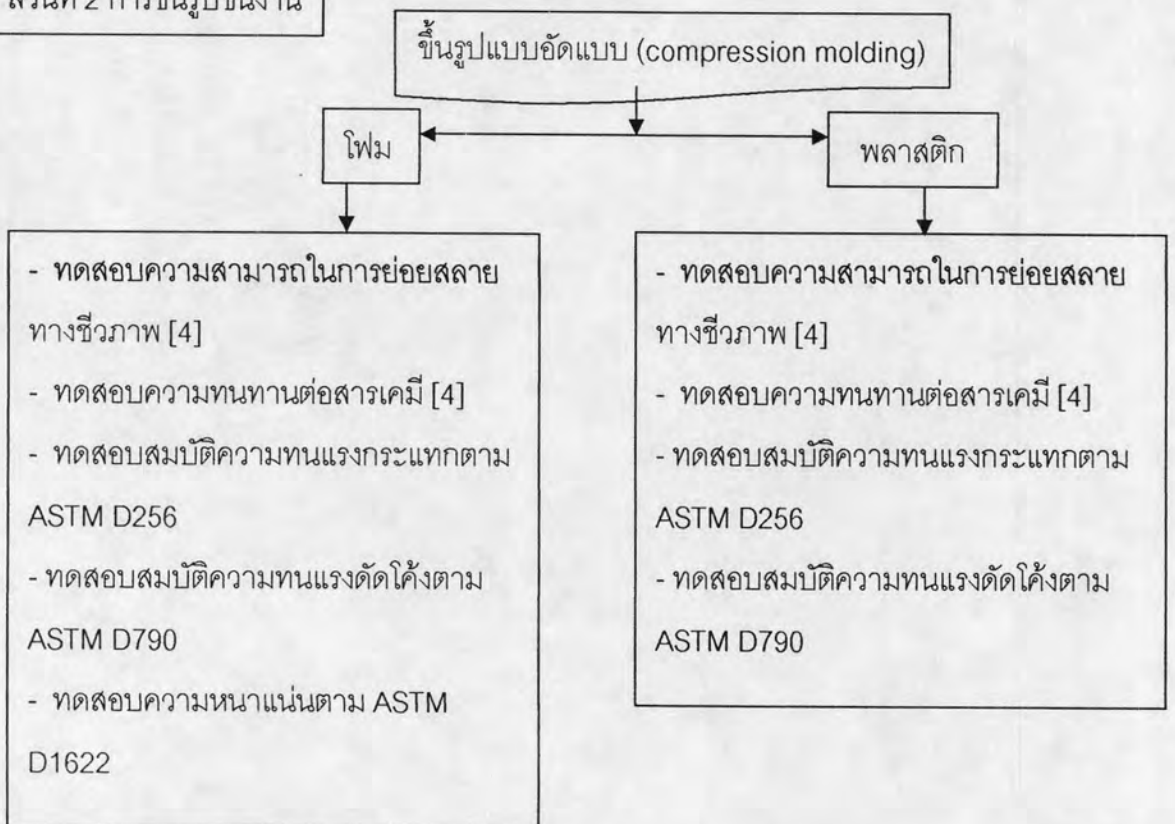
งานวิจัยนี้ประกอบด้วยการดำเนินการ 2 ส่วน ดังแสดงในรูปที่ 3.1 กล่าวคือ ส่วนที่ 1 เป็นขั้นตอนการสังเคราะห์แป้งข้าวเหนียวกราฟต์พอลิเมทิลเมทาคริเลต โดยใช้ภาวะที่เหมาะสมจากงานวิจัยที่ผ่านมา 2 ภาวะ[2] คือ ภาวะที่ 1 ปริมาณแป้งข้าวเหนียว 5 กรัม เมทิลเมทาคริเลต มอนอเมอร์ 5 กรัม และเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ 0.1 กรัม และภาวะที่ 2 แป้งข้าวเหนียว 7.5 กรัม เมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์ 2.5 กรัม และเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ 0.1 กรัม โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมงทั้ง 2 ภาวะและเพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการผลิตกราฟต์โคพอลิเมอร์นี้ในเชิงอุตสาหกรรม ในขั้นตอนนี้จึงได้สังเคราะห์กราฟต์โคพอลิเมอร์ โดยเพิ่มปริมาณการสังเคราะห์เป็น 5 10 15 20 และ 50 เท่า ตามตารางที่ 3.1 และ 3.2

ส่วนที่ 2 เป็นการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยการอัดแบบเป็นผลิตภัณฑ์โฟมและพลาสติก พร้อมทั้งทดสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล ความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพ และความทนทานต่อสารเคมีของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้ โดยมีการศึกษาถึงผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการขึ้นรูปต่อสมบัติข้างต้นด้วย

ส่วนที่ 1 ขั้นตอนการสังเคราะห์แป้งข้าวเหนียวกราฟต์พอลิเมทิลเมทาคริเลต



ส่วนที่ 2 การขึ้นรูปชิ้นงาน



รูปที่ 3.1 ลำดับขั้นตอนการทดลอง

ตารางที่ 3.1 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์
แป้งข้าวเหนียวกราฟต์พอลิเมทิลเมทาคริเลต ตามภาวะที่ 1

การสังเคราะห์ (เท่า)	แป้งข้าวเหนียว (กรัม)	MMA มอนอเมอร์ (กรัม)	BPO (กรัม)	แอซีโตน (มิลลิลิตร)	น้ำกลั่น (มิลลิลิตร)
1	5	5	0.1	10	100
5	25	25	0.5	50	500
10	50	50	1.0	100	1000
15	75	75	1.5	150	1500
20	100	100	2.0	200	2000
50	250	250	5.0	500	5000

ตารางที่ 3.2 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์
แป้งข้าวเหนียวกราฟต์พอลิเมทิลเมทาคริเลต ตามภาวะที่ 2

การสังเคราะห์ (เท่า)	แป้งข้าวเหนียว (กรัม)	MMA มอนอเมอร์ (กรัม)	BPO (กรัม)	แอซีโตน (มิลลิลิตร)	น้ำกลั่น (มิลลิลิตร)
1	7.5	2.5	0.1	10	100
5	37.5	12.5	0.5	50	500
10	75	25	1.0	100	1000
15	112.5	37.5	1.5	150	1500
20	150	50	2.0	200	2000
50	375	125	5.0	500	5000

3.5 การสังเคราะห์แป้งข้าวเหนียวกราฟต์พอลิเมทิลเมทาคริเลต

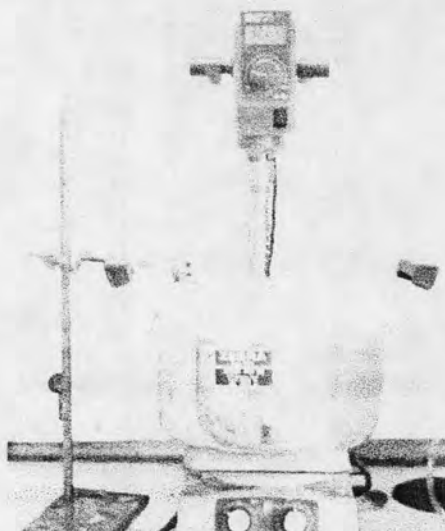
ในการสังเคราะห์กราฟต์โคพอลิเมอร์นี้สามารถแบ่งได้เป็น 3 ขั้นตอนด้วยกัน คือ การสังเคราะห์กราฟต์โคพอลิเมอร์ด้วยปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์ไรเซชัน เป็นการกราฟต์พอลิเมทิลเมทาคริเลต (PMMA) บนสายโซ่โมเลกุลของแป้ง การสกัดด้วยตัวทำละลาย เพื่อกำจัดโฮโมพอลิเมทิลเมทาคริเลต (homoPMMA) ที่เกิดขึ้นในระหว่างการสังเคราะห์กราฟต์โคพอลิเมอร์

และทำปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสด้วยกรด เพื่อแยกสายโซ่กิ่งของพอลิเมทิลเมทาคริเลต ออกจากสายโซ่หลักที่เป็นแป้งข้าวเหนียว

3.5.1 การสังเคราะห์กราฟต์โคพอลิเมอร์ (Graft Copolymerization)

1. เติมน้ำกลั่น 90 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร ซึ่งวางอยู่บนเครื่องให้ความร้อน พร้อมทั้งต่อเข้ากับแท่งกวนโลหะ และเทอร์โมมิเตอร์ ทำการกวนด้วยความเร็ว 320 รอบต่อนาที ในระบบเปิด
2. เติมแป้งข้าวเหนียวลงในบีกเกอร์ แล้วกวนต่อไปเป็นเวลา 30 นาที
3. เติมนสารละลายเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ในแอสีโตน 10 มิลลิลิตร และน้ำกลั่น 5 มิลลิลิตร ลงในน้ำแป้ง (starch slurry) ตามลำดับ และกวนต่อไปอีก 10 นาที
4. เติมนเมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์ และน้ำกลั่นอีก 5 มิลลิลิตร ลงในของผสมตามลำดับ แล้วกวนของผสมต่อไปอีก 10 นาที
5. เพิ่มอุณหภูมิเป็น 80 องศาเซลเซียส และควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ตลอดการเกิดปฏิกิริยา
6. เมื่อปฏิกิริยาสิ้นสุดลง ให้นำของผสมที่ได้ไปเทลงในเมทานอลที่มากเกินพอ แล้วนำไปกรองเอาตะกอนที่ได้
7. ล้างตะกอนที่ได้ด้วยเมทานอล และนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์

การเพิ่มปริมาณการสังเคราะห์มีความจำเป็นที่ต้องเปลี่ยนชนิดของถังปฏิกรณ์จากบีกเกอร์ เป็นหม้อสแตนเลส แสดงดังรูปที่ 3.2 เนื่องจากปริมาณสารตั้งต้นที่เพิ่มขึ้นถึง 20 และ 50 เท่า บีกเกอร์มีปริมาตรไม่เพียงพอสำหรับปริมาณสารทั้งหมด เมื่อเปลี่ยนถังปฏิกรณ์เป็นหม้อสแตนเลส มีการลดความเร็วการกวนลงจาก 320 รอบต่อนาที เป็น 160 รอบต่อนาที เนื่องจากความเร็วรอบเดิมที่ใช้ออกให้เกิดแรงที่มากเกินไป ส่งผลให้สารที่อยู่ในหม้อสแตนเลสกระจายออกจากหม้อ จึงมีการศึกษาผลของความเร็วรอบในการสังเคราะห์ โดยศึกษาจากภาวะที่ 1 ที่ 10 เท่าของระดับปฏิบัติการ ที่ความเร็วรอบ 320 และ 160 รอบต่อนาที

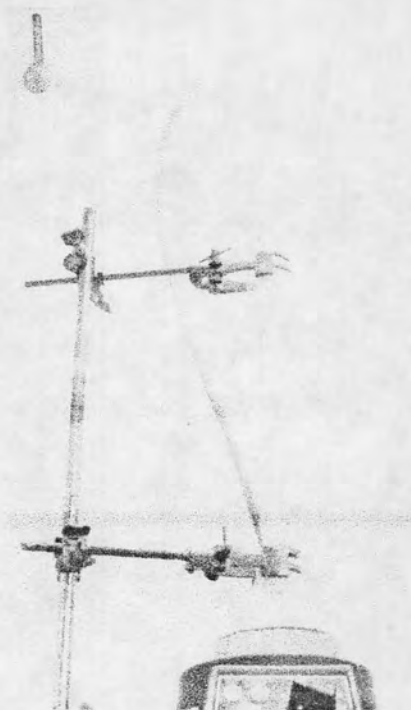


รูปที่ 3.2 ชุดอุปกรณ์การสังเคราะห์แป้งข้าวเหนียวกราฟต์พอลิเมทิลเมทาคริเลต เมื่อเพิ่มปริมาณการสังเคราะห์ที่ 20 และ 50 เท่า ของระดับปฏิบัติการ

3.5.2 การสกัดไฮโมพอลิเมทิลเมทาคริเลตด้วยตัวทำละลาย (Soxhlet Extraction)

1. นำผลิตภัณฑ์จากขั้นที่ 3.5.1 ใส่ลงในทิมเบล (thimble) แล้วชั่งน้ำหนัก ซึ่งน้ำหนักที่ได้ใช้เป็นค่าของน้ำหนักก่อนทำการสกัด ในสมการที่ 3.1
2. นำทิมเบลที่บรรจุของผสมอยู่บรรจุลงในอุปกรณ์สกัดชอกซ์เลต
3. เทแอสซิโตนซึ่งใช้เป็นตัวทำละลายในการสกัดแยกไฮโมพอลิเมทิลเมทาคริเลตปริมาณ 300 มิลลิลิตร ลงในขวดก้นกลมขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วนำไปต่อเข้ากับอุปกรณ์สกัดชอกซ์เลต และคอนเดนเซอร์ และวางลงบนเครื่องให้ความร้อน ดังในรูปที่ 3.3
4. สกัดแยกที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง
5. นำทิมเบลออกจากอุปกรณ์สกัดชอกซ์เลตและนำไปอบต่อในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
6. นำทิมเบลที่ได้ไปเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ แล้วรอให้อุณหภูมิลดลงจนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้อง จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนัก ซึ่งนำไปใช้เป็นค่าของน้ำหนักหลังการสกัดแยก ในสมการที่ 3.1
7. คำนวณหาน้ำหนักของไฮโมพอลิพอลิเมทิลเมทาคริเลตที่สกัดได้ โดยใช้สมการที่ 3.1

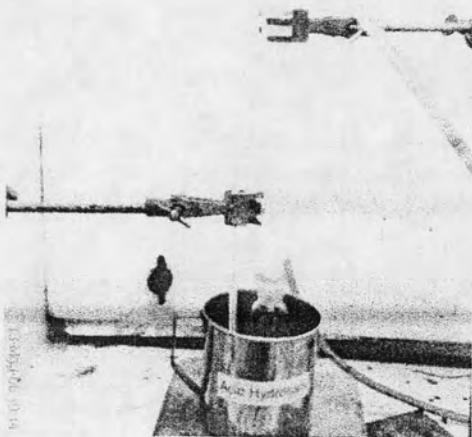
$$\text{น้ำหนักของไฮโมพอลิเมทิลเมทาคริเลต} = \text{น้ำหนักก่อนสกัด} - \text{น้ำหนักหลังสกัด} \quad (3.1)$$



รูปที่ 3.3 ชุดอุปกรณ์การสกัดซอกซ์เลต

3.5.3 การไฮโดรลิซิสกราฟต์โคพอลิเมอร์ด้วยกรด (Acid Hydrolysis)

1. ชั่งน้ำหนักแบ่งที่กราฟต์ด้วยพอลิเมทิลเมทาคริเลต แล้วใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. เติมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 6 นอร์มัล ปริมาตร 200 มิลลิลิตร แล้วคนให้เข้ากัน ด้วยบาร์แม่เหล็ก
3. นำขวดรูปชมพู่ต่อเข้ากับคอนเดนเซอร์ แล้วนำไปวางไว้บนเครื่องให้ความร้อน โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 3.4 เพื่อรีฟลักซ์ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปกรอง
4. ล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งเป็นกลาง ($\text{pH} = 7$) แล้วจึงนำตะกอนไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์
5. เมื่ออุณหภูมิของผลิตภัณฑ์เท่ากับอุณหภูมิห้อง จึงนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก



รูปที่ 3.4 ชุดอุปกรณ์การไฮโดรลิซิสกราฟต์โคพอลิเมอร์ด้วยกรด

3.6 การสังเคราะห์พอลิเมทิลเมทาคริเลตอ้างอิง

1. เติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตรลงในปีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร ซึ่งวางอยู่บนเครื่องให้ความร้อน พร้อมทั้งต่อเข้ากับแท่งกวนโลหะ คอนเดนเซอร์ และเทอร์โมมิเตอร์ กวนด้วยความเร็ว 320 รอบต่อนาที
2. เติมเมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์ 5 กรัม จากนั้นกวนต่อเป็นเวลา 10 นาที
3. เติมสารละลายเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ 0.1 กรัมในแอซีโตน 10 มิลลิลิตร ลงในของผสม และกวนต่อเป็นเวลา 10 นาที
4. เพิ่มอุณหภูมิเป็น 80 องศาเซลเซียส และควบคุมอุณหภูมิให้คงที่เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
5. เมื่อปฏิกิริยาลิ้นสุดลง ทิ้งของผสมไว้ให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง จากนั้นนำของผสมที่ได้ไปเทลงในเมทานอลที่มากเกินพอ แล้วนำไปกรองเอาตะกอนที่ได้
6. ล้างตะกอนที่ได้ด้วยเมทานอล และนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์

3.7 การศึกษาคุณลักษณะการกราฟต์

3.7.1 การดำเนินไปของปฏิกิริยา (percent monomer conversion)

การดำเนินไปของปฏิกิริยา คือ ระดับการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของเมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์เป็นพอลิเมทิลเมทาคริเลต (PMMA) สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.2

$$\text{การดำเนินไปของปฏิกิริยา} = \frac{\text{น้ำหนัก homo PMMA} + \text{น้ำหนัก PMMA ที่กราฟต์บนแป้งข้าวเหนียว}}{\text{น้ำหนักเมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์}} \times 100 \quad (3.2)$$

3.7.2 ปริมาณผลิตผล (percent yield)

ปริมาณผลิตผล คือ เปอร์เซ็นต์ของปริมาณผลิตผลที่ได้เมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณสารตั้งต้นทั้งหมดที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.3

$$\text{ปริมาณผลิตผล} = \frac{\text{น้ำหนักของผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์กราฟต์โคพอลิเมอร์} \times 100}{\text{น้ำหนักแป้งข้าวเหนียว} + \text{น้ำหนักBPO} + \text{น้ำหนักเมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์}} \quad (3.3)$$

3.7.3 การเกิดโฮโมพอลิเมทิลเมทาคริเลต (percent homopolymer formation)

การเกิดโฮโมพอลิเมทิลเมทาคริเลต คือ เปอร์เซ็นต์ของโฮโมพอลิเมทิลเมทาคริเลต (homoPMMA) ที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาโฮโมพอลิเมอร์ไรเซชัน ซึ่งจะมีความสัมพันธ์กับประสิทธิภาพในการกราฟต์ สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.4

$$\text{การเกิด homo PMMA} = \frac{\text{น้ำหนักของ homoPMMA} \times 100}{\text{น้ำหนักของ homoPMMA} + \text{น้ำหนักของ PMMA ที่กราฟต์บนแป้งข้าวเหนียว}} \quad (3.4)$$

3.7.4 ประสิทธิภาพในการกราฟต์ (percent grafting efficiency)

ประสิทธิภาพในการกราฟต์ คือ เปอร์เซ็นต์ของพอลิเมทิลเมทาคริเลตที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์ไรเซชัน สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.5

$$\text{ประสิทธิภาพในการกราฟต์} = \frac{\text{น้ำหนักของ PMMA ที่กราฟต์บนแป้งข้าวเหนียว} \times 100}{\text{น้ำหนัก PMMA ที่กราฟต์บนแป้งข้าวเหนียว} + \text{น้ำหนักของ homoPMMA}} \quad (3.5)$$

ถ้าประสิทธิภาพในการกราฟต์มีค่าสูง แสดงว่า เมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเป็นโพลิเมทิลเมทาคริเลตได้ต่ำกว่าการกราฟต์บนแป้งข้าวเหนียว

3.7.5 สัดส่วนการกราฟต์ (percent grafting ratio)

สัดส่วนการกราฟต์ คือ เปอร์เซ็นต์ของพอลิเมทิลเมทาคริเลตที่กราฟต์บนแป้งข้าวเหนียว เมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณของแป้งข้าวเหนียว สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.6

$$\text{สัดส่วนการกราฟต์} = \frac{\text{น้ำหนักของ PMMA ที่กราฟต์บนแป้งข้าวเหนียว} \times 100}{\text{น้ำหนักของแป้งข้าวเหนียว}} \quad (3.6)$$

3.7.6 เปอร์เซ็นต์แอดออน (percent add-on)

เปอร์เซ็นต์แอดออน คือ เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมทิลเมทาคริเลต (PMMA) ที่มีอยู่ในกราฟต์โคพอลิเมอร์ สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.7

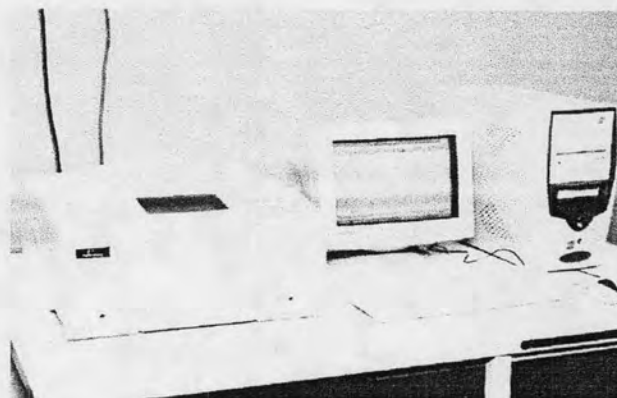
$$\text{เปอร์เซ็นต์แอดออน} = \frac{\text{น้ำหนักของ PMMA ที่กราฟต์บนแป้งข้าวเหนียว} \times 100}{\text{น้ำหนักของแป้งข้าวเหนียวที่กราฟต์ด้วย PMMA}} \quad (3.7)$$

3.8 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะและสมบัติของกราฟต์โคพอลิเมอร์

3.8.1 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมี

การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) เพื่อยืนยันการกราฟต์ของพอลิเมทิลเมทาคริเลต บนสายโซ่โพลิเมอร์ของแป้งข้าวเหนียว สามารถทำได้โดยนำผงตัวอย่างแห้งบดผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) แล้วนำไปอัดให้เป็นแผ่นฟิล์มวงกลมบาง จากนั้นจึง

วิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ของ Perkin Elmer รุ่น Spectrum One ดังรูปที่ 3.5 ในช่วงเลขคลื่นระหว่าง 4,000-800 เซนติเมตร¹

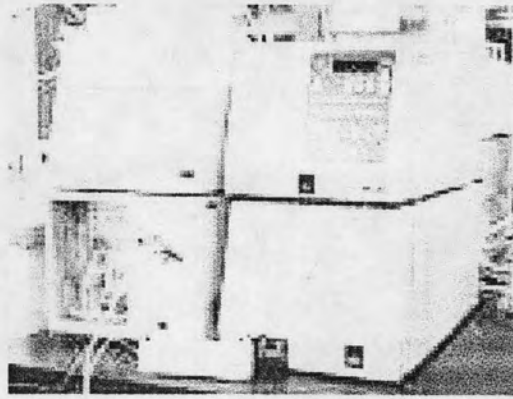


รูปที่ 3.5 ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ของ Perkin Elmer รุ่น Spectrum One

3.8.2 การวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุล

การหาน้ำหนักโมเลกุลของไฮโมพอลิเมทิลเมทาคริเลต และพอลิเมทิลเมทาคริเลตที่กราฟต์บนแบง์ด้วยเทคนิคเจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography) โดยใช้เครื่อง GPC ของ Waters รุ่น 600 Controller ดังรูปที่ 3.6 โดยใช้เตตระไฮโดรฟูแรน (THF) เป็นตัวทำละลาย

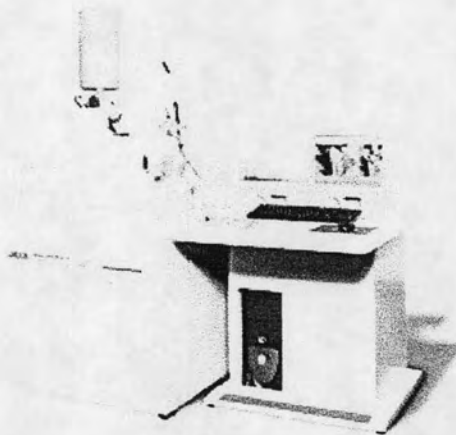
ซึ่งเครื่องสามารถหาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ด้วยวิธีการวัดค่าดัชนีหักเห (refractive index) ซึ่งตัววัด (detector) จะพลอตผลการวิเคราะห์ที่ได้ออกมาในรูปของกราฟที่เรียกว่า โครมาโทแกรม (chromatogram) และคำนวณหาน้ำหนักโมเลกุล พร้อมทั้งการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมทิลเมทาคริเลตเปรียบเทียบกับโครมาโทแกรมอ้างอิง (reference chromatogram) ที่ได้จากพอลิสไตรีนมาตรฐานที่มีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง 745-395,980



รูปที่ 3.6 เจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟของ Waters รุ่น 600 Controllers

3.8.3 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา

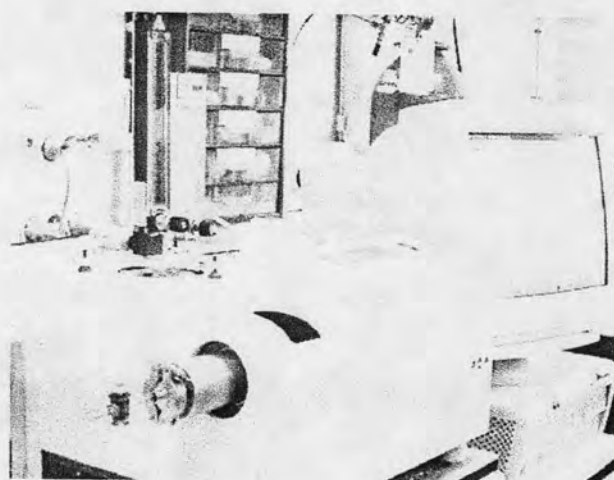
การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของกราฟต์โคพอลิเมอร์ด้วยเทคนิคสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโกปี (Scanning Electron Microscopy) โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ JEOL รุ่น JSM-6480LV ดังรูปที่ 3.7 โดยในการวิเคราะห์ต้องยึดตัวอย่างทั้งหมดไว้กับฐาน (stub) ด้วยเทปกาว แล้วนำไปเคลือบด้วยฟิล์มบางของทองคำ เพื่อเพิ่มการนำไฟฟ้าให้แก่ตัวอย่างและเป็นการป้องกันการเกิดประจุอิเล็กตรอนบนพื้นผิวของตัวอย่าง



รูปที่ 3.7 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ JEOL รุ่น JSM-6480LV

3.8.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อน

การทดสอบด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิส เพื่อศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลงของมวล ใช้เทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA 851 ดังรูปที่ 3.8 โดยวิเคราะห์เปรียบเทียบกับภาชนะเปล่าที่ทำจากอะลูมินา จากนั้นจึงนำตัวอย่างบรรจุลงในภาชนะแล้วนำไปทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 50-1000 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อน (heating rate) 20 องศาเซลเซียส/นาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน มีอัตราเร็วในการไหล (gas flow rate) 20 มิลลิลิตร/นาที



รูปที่ 3.8 เทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA 851

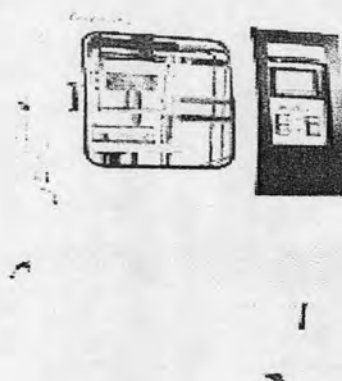
3.9 การขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์

3.9.1 พลาสติก

ศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการอัดแบบเป็นพลาสติกด้วยเครื่องอัดแบบ (compression molding, Labtech LP-50) ดังรูปที่ 3.9 โดยการนำกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่เตรียมได้หลังผ่านการอบแห้ง โดยไม่ได้สกัดด้วยตัวทำละลายมาบดเป็นเม็ดขนาดเล็ก (granule) นำมาชั่งน้ำหนักประมาณ 50 กรัมแล้วใส่ในแม่แบบตั้งอุณหภูมิในช่วงแรก (preheat) ที่ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที ต่อมาช่วงที่ 2 ให้ความดัน 2000 psi (140.62 kg/cm^2) เป็นเวลา 12 นาที โดยที่อุณหภูมิคงที่ จากนั้นลดอุณหภูมิลงเหลือ 40 องศาเซลเซียส จากนั้นเปลี่ยนอุณหภูมิในการอัดแบบเป็น 180 และ 190 องศาเซลเซียสตามลำดับ แล้วนำชิ้นงานที่เตรียมได้ไปตัดเพื่อเตรียมทดสอบสมบัติต่างๆ ในขั้นตอนต่อไป

3.9.2 โฟม

ศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการอัดแบบเป็นโฟม โดยนำกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มาล้างด้วยเมทานอลจากนั้นนำผลผลิตที่ตกตะกอนมากรองแยกด้วยชุดกรองสุญญากาศ เพื่อแยกกราฟต์โคพอลิเมอร์ออกจากน้ำ เมทานอล และสารตั้งต้นที่ไม่เกิดปฏิกิริยาออกจากรุ่นนำมาซึ่งน้ำหนักประมาณ 130 กรัม แล้วนำมาใส่ในแม่แบบ ตั้งอุณหภูมิในช่วงแรก (preheat) ที่ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที ต่อมาช่วงที่ 2 ให้ความดัน 1000 psi เป็นเวลา 7 นาที โดยที่อุณหภูมิคงที่ จากนั้นลดอุณหภูมิลงเหลือ 80 องศาเซลเซียส เปลี่ยนอุณหภูมิในการอัดแบบเป็น 180 และ 190 องศาเซลเซียสตามลำดับ แล้วนำชิ้นงานที่เตรียมได้ไปตัดเพื่อเตรียมทดสอบสมบัติต่างๆ ในขั้นตอนต่อไป



รูปที่ 3.9 เครื่องอัดแบบ (compression molding, Lab tech engineering รุ่น LP-S-50)

3.10 การทดสอบสมบัติต่างๆ ของพลาสติกและโฟมที่เตรียมได้

3.10.1 การทดสอบความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพ [4]

มีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

1. ตัดชิ้นงานทดสอบให้มีขนาด 2.5 เซนติเมตร X 2.5 เซนติเมตร แล้วนำไปใส่ในเดซิเคเตอร์ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง แล้วชั่งน้ำหนักที่แน่นอนของชิ้นทดสอบ
2. นำชิ้นทดสอบฝังลงในดินให้ลึกจากผิวดิน 5 เซนติเมตร ในกระบะที่บรรจุดินอยู่เต็ม โดยกระบะต้องมีรูระบายน้ำส่วนเกินออก
3. รดน้ำบนดินให้ชุ่ม จากนั้นนำกระบะดินเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ เป็นระยะ 30 วัน
4. นำชิ้นทดสอบออกจากดินอย่างระมัดระวัง ปิดครอบดินที่ติดอยู่ตามชิ้นงานออกจนหมด

5. นำชิ้นงานไปอบในตู้อบสุญญากาศ จากนั้นนำชิ้นงานไปใส่ในเดซีเคเตอร์จนได้น้ำหนักขึ้นทดสอบคงที่

ความสามารถในการย่อยสลาย คือ การหาน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไป ซึ่งสามารถหาได้จาก

$$\text{เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่ลดลง} = [(W_1 - W_2) / W_1] \times 100 \quad (3.8)$$

เมื่อ $W_1 =$ น้ำหนักขึ้นทดสอบเริ่มต้น

$W_2 =$ น้ำหนักขึ้นทดสอบเมื่อระยะเวลาผ่านไปตามกำหนด

3.10.2 การทดสอบความทนทานต่อสารเคมี [4]

มีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

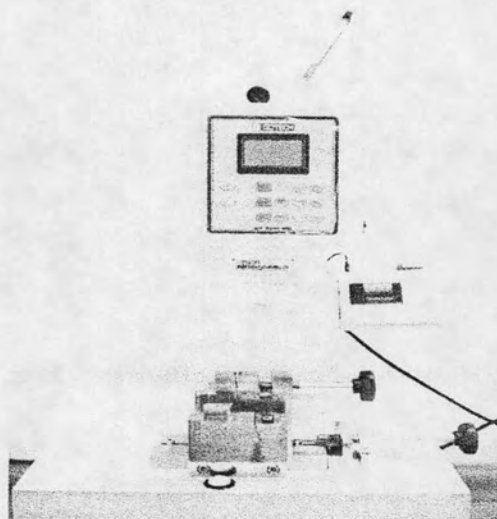
1. ตัดชิ้นทดสอบให้ได้น้ำหนัก 0.05 กรัม
2. นำชิ้นทดสอบที่ได้น้ำหนักตามต้องการใส่ในหลอดทดลองที่มีปริมาณตัวทำละลาย 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งสารละลายที่ใช้ทดสอบมีดังนี้ คือ น้ำกลั่น น้ำมันพืช เตตระไฮโดรฟูแรน (THF) เมทานอล (methanol) โทลูอีน (toluene) ไซลีน (xylene) และเบนซีน (benzene)
3. แบ่งชุดการทดลองของแต่ละชิ้นทดสอบเพื่อดูลักษณะของชิ้นทดสอบที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 ชั่วโมง และ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ตามลำดับ
4. สังเกตลักษณะของชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงไป

3.10.3 ความทนแรงกระแทก

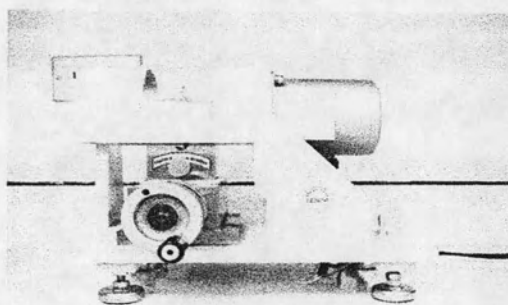
เตรียมชิ้นงานและทดสอบตามขั้นตอนในมาตรฐาน ASTM D256-04 (type Izod) โดยใช้เครื่องทดสอบความทนแรงกระแทก Gotech รุ่น GT-7045MD ดังรูปที่ 3.10 และเครื่องบดชิ้นงานดังรูปที่ 3.11

โดยใช้ภาวะในการทดสอบดังนี้

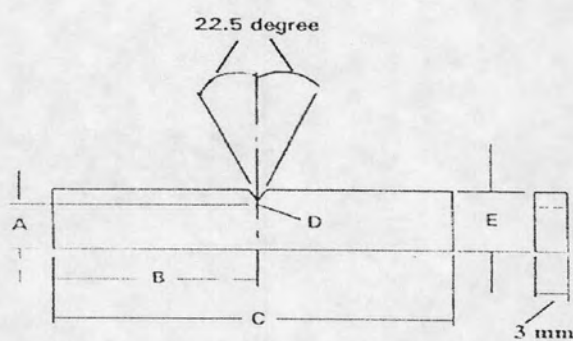
อุณหภูมิ	25±2	องศาเซลเซียส
ความชื้นสัมพัทธ์	50±5	เปอร์เซ็นต์



รูปที่ 3.10 เครื่องทดสอบความทนแรงกระแทก Gotech รุ่น GT-7045MD



รูปที่ 3.11 เครื่องบาศก์งาน



A : 10.16 ± 0.05 มม. B : ค่าสูงสุด 32.00, ค่าต่ำสุด 31.50
 C : ค่าสูงสุด 63.50, ค่าต่ำสุด 53.50 D : 0.25 ± 0.05 มม. E : 12.70 ± 0.15 มม.

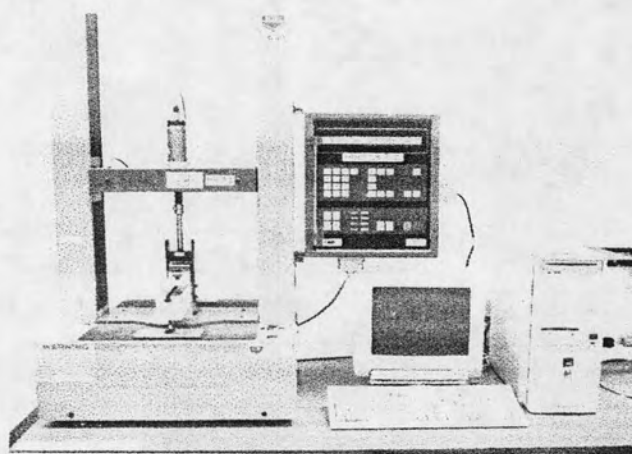
รูปที่ 3.12 ขนาดชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D256-04 (type Izod)

3.10.4 ความทนแรงดัดโค้ง

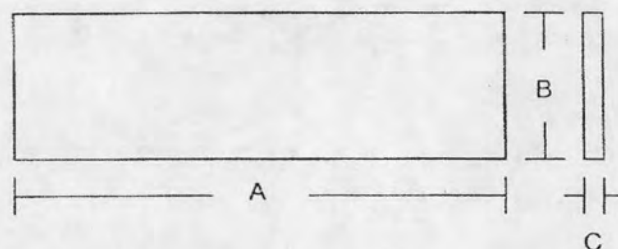
เตรียมชิ้นงานและทดสอบตามขั้นตอนในมาตรฐาน ASTM D790-95 โดยใช้ เครื่องยูนิเวอร์แซลเทสติง (LLOYD Universal Testing Machine (model 500)) ดังรูปที่ 3.13

โดยใช้ภาวะในการทดสอบดังนี้

อุณหภูมิ	25±2 องศาเซลเซียส
ความชื้นสัมพัทธ์	50±5 เปอร์เซ็นต์
น้ำหนักที่ใช้ทดสอบ	2500 กิโลนิวตัน
ความเร็วในการทดสอบพลาสติก	1.30 มิลลิเมตร/นาที
ความเร็วในการทดสอบโฟม	2.78 มิลลิเมตร/นาที
ระยะที่ใช้ทดสอบ	50 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.13 LLOYD Universal Testing Machine model 500



ชิ้นงานพลาสติก A : 80 มม.	B : 25 มม.	C : 3.2 มม.
ชิ้นงานโฟม A : 130 มม.	B : 13 มม.	C : 6 มม.

รูปที่ 3.14 ขนาดชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D 790-95

3.10.5 ความหนาแน่นของโฟม

การทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D1622 โดยการชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่ง และวัดปริมาตรของชิ้นทดสอบด้วยเวอร์เนียร์ คาลิเปอร์ แล้วคำนวณค่าความหนาแน่นของชิ้นทดสอบโฟมดังสมการที่ 3.9

$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{\text{น้ำหนักของชิ้นทดสอบ (กรัม)}}{\text{ปริมาตรของชิ้นทดสอบ (ลูกบาศก์เซนติเมตร)}} \quad (3.9)$$