บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

- เม็ดพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (เพต) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทไทยโพลีเอสเตอร์จำกัด
- แป้งมันสำปะหลัง เกรดทางการค้า
- Dioctyl terephthalate (พลาสติไซเซอร์) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทไทยนามพลาสติก จำกัด
- Polyethyleneglycolated bisphenol A ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทแม็กซ์ดีวิลอบ-เมนท์ จำกัด
- น้ำกลั่น
- Acetic acid
- Sulphuric acid
- ดิน

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมผงพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตและอุปกรณ์สำหรับเคลือบฟิล์มแป้งลงบนผงเพต

- เครื่องปั่นกวนเชิงกล (mechanical stirrer)
- เครื่องบดละเอียด (pulverizer)
  Germany
- อุปกรณ์เครื่องแก้ว
- ตู้อบสาร
- ตู้อบสุญญากาศ (vacuum oven)
- แท่นให้ความร้อน (hot plate)
- ปั๊ม
- เทอร์โมมิเตอร์

3.3 เครื่องมือเตรียมพอลิเมอร์ผสมและเครื่องมือขึ้นรูปชิ้นงานทดสอบ

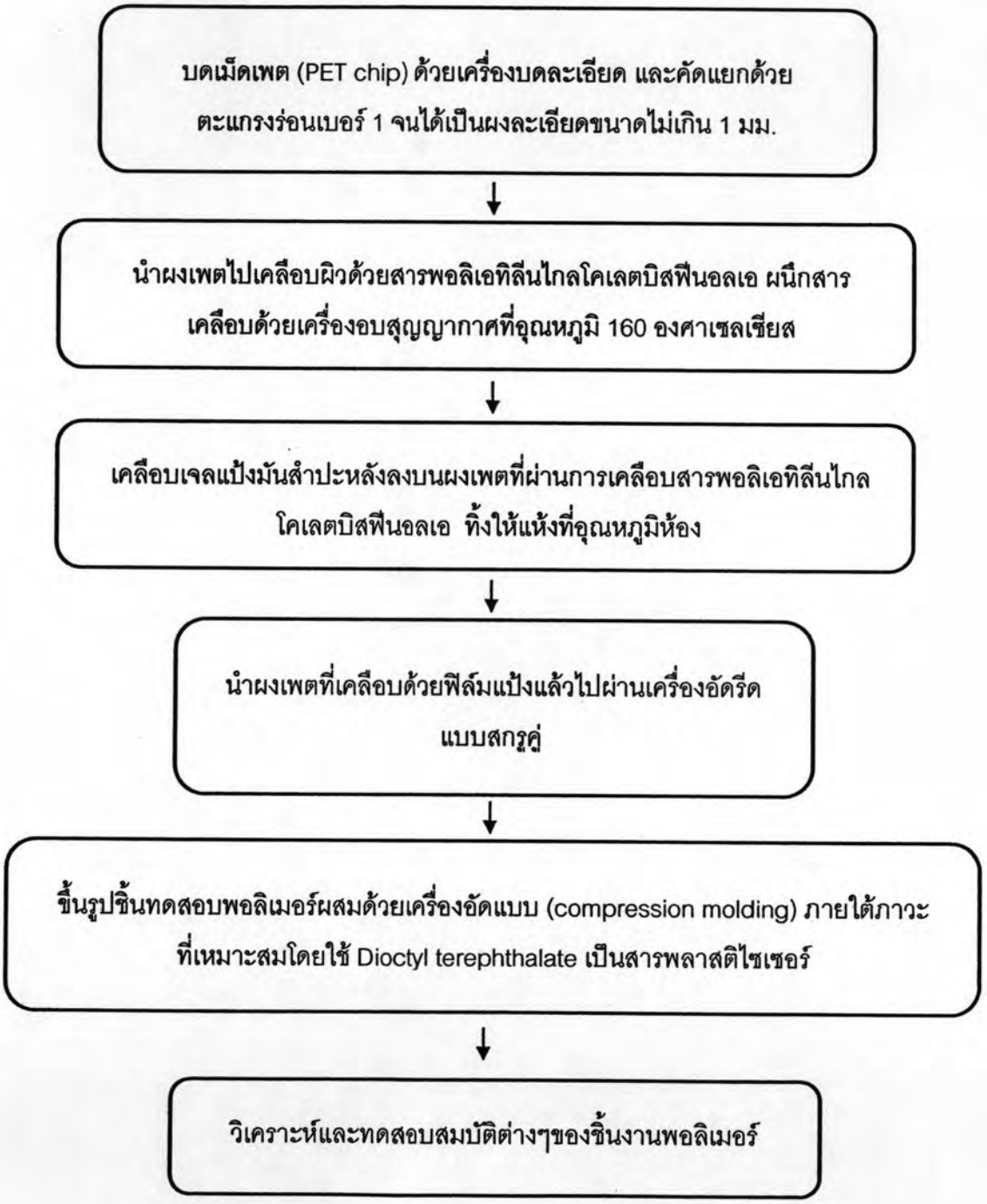
- เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (twin-screws extruder) รุ่น THERMO PRISM (ภาควิชาวัสดุศาสตร์)
- เครื่องอัดแบบ (compression molding) รุ่น LAB TECH (ภาควิชาวัสดุศาสตร์)
- เวอร์เนียร์คาร์ลิปเปอร์
- เครื่องตัดชิ้นงานทดสอบ

3.4 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR) รุ่น Nicolet-Impact 400D (ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาฯ)
- เครื่องทดสอบความต้านแรงดึง (Universal Testing Machine) รุ่น LLOYD model LR 100K plus (ภาควิชาวัสดุศาสตร์)
- เครื่องทดสอบความต้านแรงกระแทก รุ่น GOTECH GT-7045-MD (ภาควิชาวัสดุศาสตร์)
- เครื่องดิฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิงแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC) รุ่น NETZSCH DAC-204 F1 (ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาฯ)
- เครื่องเทอร์โมกราวิเมทริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric Analyzer, TGA) รุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851^{e}, USA (ภาควิชาวัสดุศาสตร์)
- กล้องจุลทรรศน์ออปติคอล (Optical Microscope) ของบริษัท OLYMPLUS รุ่น ex-31 (ภาควิชาวัสดุศาสตร์)

3.5 ขั้นตอนการทดลอง

ขอบเขตการทดลองแสดงเป็นแผนภูมิได้ดังนี้



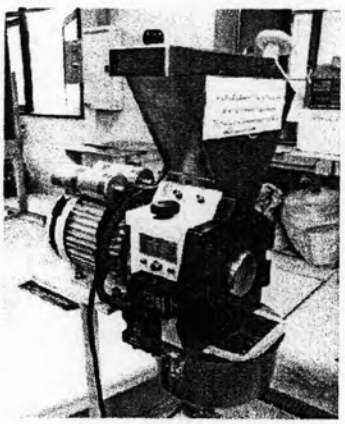
รูปที่ 3.1 แผนภูมิขั้นตอนการทดลอง

3.6 วิธีการทดลอง

1. นำเม็ดพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตที่ได้รับการอนุเคราะห์มาบดละเอียดด้วยเครื่องบดละเอียด FRITSCH รุ่น T15, MARKT EINERSHEIM, GERMANY ดังรูป 3.2 โดยทำการบดโดยใช้ตะแกรงบดเบอร์ 1 จนได้ผงละเอียดซึ่งมีขนาดไม่เกิน 1 มม.

ข้อมูลของเครื่องบดละเอียด FRITSCH รุ่น T15

ลักษณะการบด	ใบมีดตัด
ขนาดชิ้นงานใหญ่สุด	60 มิลลิเมตร
ขนาดชิ้นงานหลังการบด	0.25 ถึง 6 มิลลิเมตร
อัตราการบด	50 ลิตร ต่อชั่วโมง
ใบมีด	สเตนเลสสตีล X4 ใบมีด



รูปที่ 3.2 เครื่องบดละเอียด

2. ทำการร่อนด้วยตะแกรงร่อนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.8 มิลลิเมตร เพื่อคัดเอาผงเพตที่ละเอียดเกินไปออกทำให้ได้ผงเพตที่มีขนาดใกล้เคียงกัน คืออยู่ในช่วง 0.8-1 มิลลิเมตร

3. การเคลือบสารช่วยผสมลงบนผิวผงเพต

- ชั่งผงเพตเป็น 10 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 1000 กรัม จากนั้นนำไปแช่ในสารละลายพอลิเอทิลีนไกลโคเลตบิสฟีนอลเอปริมาตร 1 ลิตร ความเข้มข้นที่ร้อยละ 10, 20 และ 30 เทียบกับผงเพต ปรับค่าพีเอชให้เป็นกรดอ่อนด้วยกรดอะซิติกให้ได้ค่าพีเอชประมาณ 6 สารละลายจะมีลักษณะขุ่นขาวในตอนเริ่มต้น และจะค่อยๆใสขึ้นเมื่อสารพอลิ-เอทิลีนไกลโคเลตบิสฟีนอลเอไปเกาะหุ้มเคลือบที่ผิว จึงกรองผงเพต แล้วนำไปอบที่ตู้อบสุญญากาศ โดยอบที่อุณหภูมิ 160 °C เป็นเวลา 3 นาที เพื่อผนึกสารพอลิเอทิลีนไกลโคเลตบิสฟีนอลเอให้ติดบนผิวเพต จากนั้นล้างด้วยน้ำเพื่อกำจัดสารช่วยผสมส่วนเกินออก

4. การเคลือบฟิล์มแป้งมันสำปะหลังลงบนผงเพต

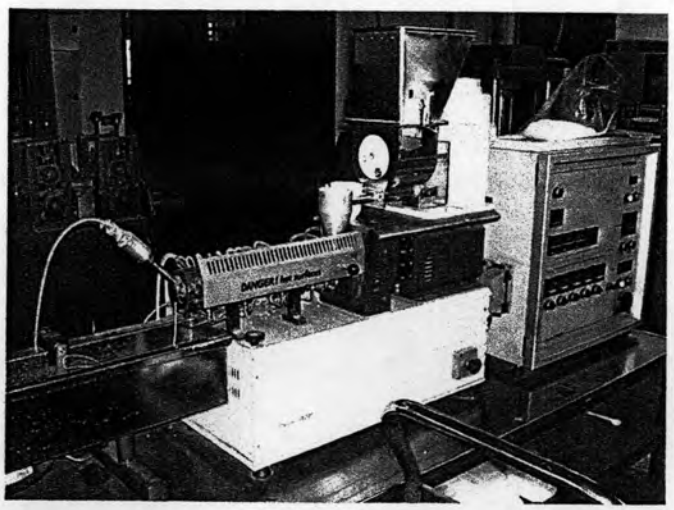
- นำแป้งมันสำปะหลัง ที่อัตราส่วนต่างๆ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.1 มาผสมด้วยน้ำกลั่นในสัดส่วนที่เหมาะสม แล้วให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 70 °C (กวนตลอดเวลา) ซึ่งเป็นจุดที่แป้งเริ่มเปลี่ยนเป็นเจลใส หลังจากนั้นเติมผงเพตจากข้อ 3 ที่ผ่านการเคลือบสารช่วยผสมบนผิวแล้ว คนให้เข้ากันแล้วจึงเทของผสมทั้งหมดลงในถาดอะคริลิค ปล่อยทิ้งไว้ให้แห้งเอง หลังจากนั้นจึงนำไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 60 °C ซึ่งจะได้ผงเพตที่มีฟิล์มมันสำปะหลังเคลือบอยู่โดยรอบ

5. การเตรียมพอลิเมอร์ผสม

- หลังจากเตรียมผงเพตเคลือบฟิล์มแป้งมันสำปะหลังได้แล้ว จึงนำไปเตรียมเป็นพอลิเมอร์ผสมด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (รูปที่ 3.3) โดยตั้งค่าอุณหภูมิบาร์เรล ซึ่งแบ่งเป็น 5 ช่วง ดังนี้ 225-255, 220-250, 220-250,225-258, 232-260 ตามลำดับ (จากฝั่งเริ่มต้นจนถึงหัวดาย) และใช้ความเร็วรอบที่ 30 RPM โดยระยะเวลาทั้งหมดที่ พอลิเมอร์ผสมอยู่ในบาร์เรลประมาณ 1 นาที พอลิเมอร์ผสมที่ได้จะถูกตัดให้เป็นเม็ดๆ (pellet)

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนของสารต่างๆ ที่ใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์ผสม

สูตร	ขั้นตอนการดัดแปรผิวของผงเพต		ขั้นตอนการผสมเพตและแป้ง	ขั้นตอนขึ้นรูปชิ้นงาน
	พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (กรัม)	สารช่วยผสม (wt%)	PET : Starch	พลาสติไซเซอร์ (wt% พอลิเมอร์ผสม)
1	1000	0	100 :0	5
2	1000	10	90 :10	5
3	1000	10	80 :20	5
4	1000	10	70 :30	5
5	1000	20	90 :10	5
6	1000	20	80 :20	5
7	1000	20	70 :30	5
8	1000	30	90 :10	5
9	1000	30	80 :20	5
10	1000	30	70 :30	5



รูปที่ 3.3 การผสมเพตและแป้งด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่

6. การขึ้นรูปชิ้นทดสอบพอลิเมอร์ผสมด้วยเครื่องอัดแบบ (compression molding)

นำพอลิเมอร์ผสมมาผสมกับ Dioctyl terephthalate (พลาสติไซเซอร์) ซึ่งจากการหาปริมาณของพลาสติไซเซอร์ ที่เหมาะสมต่อการขึ้นรูปนั้น ได้ทำการทดลองโดยเริ่มจากปริมาณพลาสติไซเซอร์ 2 %, 4%, 5% และ 6% ทำให้เห็นว่าที่ปริมาณพลาสติไซเซอร์ 5 % เป็นปริมาณของพลาสติไซเซอร์ ที่เหมาะสมต่อการขึ้นรูป แล้วจึงไปอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานในเครื่อง compression molding ตั้งอุณหภูมิในช่วงแรก (preheat) ที่ 235 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 วินาที ต่อมาช่วงที่ 2 ให้ความดัน 1000 psi โดยให้อุณหภูมิคงที่ ที่ 235 องศาเซลเซียส และใช้ระยะเวลาในการกดอัด 120 วินาที หลังจากนั้นลดอุณหภูมิลงเหลือ 150 องศาเซลเซียส แล้วนำชิ้นงานที่เตรียมได้ไปตัดเพื่อเตรียมเป็นชิ้นงานทดสอบสมบัติต่างๆ ในขั้นตอนต่อไป

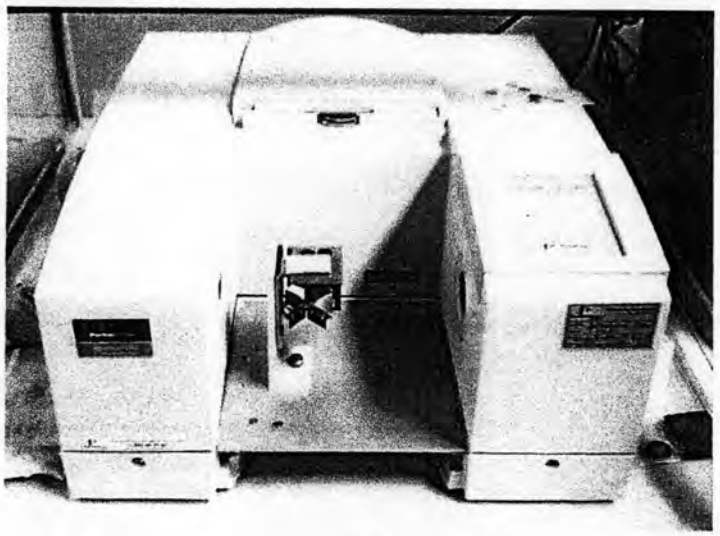
รูปที่ 3.4 เครื่องอัดเข้าแบบ (Compression molding) **ของ** Lab tech engineering **รุ่น** LP-S-50

รูปที่ 3.5 เครื่องตัดชิ้นงาน

3.7 การวิเคราะห์และทดสอบ

3.7.1 การวิเคราะห์และตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูริเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR)

นำตัวอย่างที่ต้องการตรวจสอบไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR (รูปที่ 3.6) โดยอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีเป็นเทคนิคที่มีการใช้อย่างกว้างในการวิเคราะห์ทางด้านโครงสร้างในระดับโมเลกุล รวมทั้งพอลิเมอร์ การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตสโคปีอาศัยหลักของการเกิดอันตรกิริยากันระหว่างรังสีอินฟราเรดกับ dipole moment ของพันธะในโมเลกุล ผลของการเกิดอันตรกิริยาทำให้โมเลกุลดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วง 400 cm^{-1} ถึง 4000 cm^{-1} ซึ่งการดูดกลืนจะมีลักษณะเฉพาะของตัวเอง ทำให้สามารถแยกความแตกต่างหรือสามารถบอกโตรงสร้างของโมเลกุลนั้นๆได้



รูปที่ 3.6 เครื่อง FT-IR Spectrometer ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Spectrum One

3.7.2 การทดสอบความทนแรงกระแทก (impact strength)

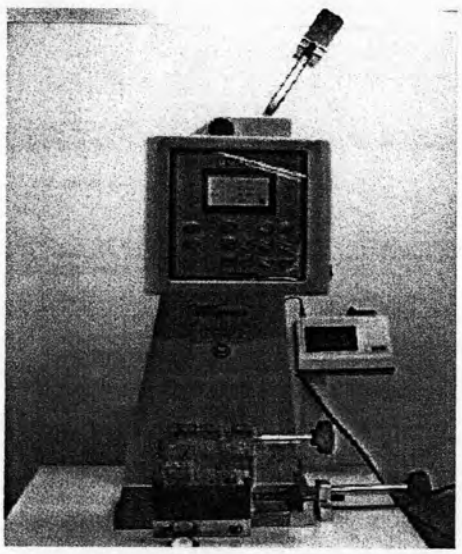
ทดสอบด้วยเครื่อง Impact Testing Machine ตามมาตรฐาน ASTM D256 [22] ดังแสดงในรูปที่ 3.7 เลือกวิธีการทดสอบแบบ Izod test โดยวางชิ้นงานทดสอบในแนวตั้งฉากและยึดที่ปลายเพียงด้านเดียว โดยตำแหน่งของรอยบากจะถูกหันเข้าหาด้านที่ตุ้มน้ำหนักตกกระทบ ปล่อยตุ้มน้ำหนักลงมาตามแรงโน้มถ่วงโดยตุ้มน้ำหนักจะตกกระทบตรงกึ่งกลางของชิ้นทดสอบ อ่านค่าพลังงานที่ได้และบันทึกข้อมูลเพื่อนำไปใช้ในการคำนวณค่าความทนแรงกระแทกจากสูตร ดังต่อไปนี้

$$\text{Impact Strength} = \frac{W}{bd}$$

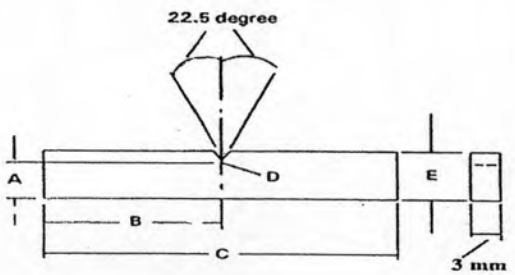
โดยที่ W คือ พลังงาน, จูล (J)

b คือ ความกว้างของชิ้นทดสอบตรงบริเวณรอยบาก, มิลลิเมตร (mm)

d คือ ความหนาของชิ้นทดสอบ, มิลลิเมตร (mm)



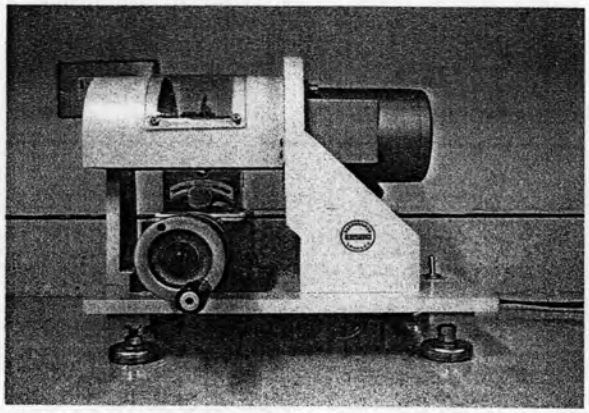
รูปที่ 3.7 เครื่องทดสอบความทนแรงกระแทก รุ่น GT-7045-MDH



A: 10.16 ± 0.05 มม. B: 31.8 ± 2.00 มม.

C: 0.25 ± 0.05 มม. D: 0.25 ± 0.05 มม. E: 12.70 ± 0.15 มม.

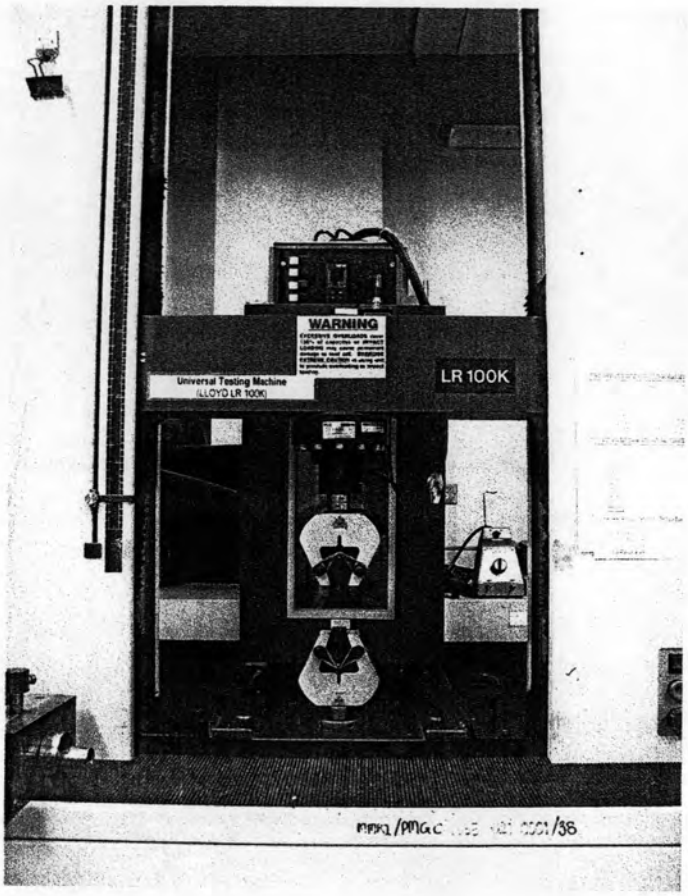
รูปที่ 3.8 ขนาดชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D256 (type Izod)



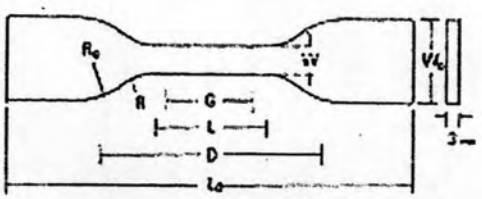
รูปที่ 3.9 เครื่องบากชิ้นงาน

3.7.3 การทดสอบความต้านแรงดึง (Tensile strength) ทดสอบความต้านแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D638 ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 100K ดังรูปที่ 3.10 โดยมีขั้นตอนดังนี้

1. ตัดชิ้นทดสอบให้มีขนาดดังแสดงในรูปที่ 3.11
2. วัดความกว้างและความหนาของชิ้นทดสอบในบริเวณ gage length ที่ตำแหน่งต่างๆ 3 แห่ง แล้วหาค่าเฉลี่ย
3. เลือกตัวจับ (grip) ที่ใช้ยึดชิ้นทดสอบ โดยคำนึงถึงลักษณะและความหนาของชิ้นทดสอบ
4. ตั้งค่าความหนาและความกว้างของชิ้นทดสอบลงในเครื่อง กำหนดให้ระยะระหว่างหัวจับ (gage length) เท่ากับ 25 มิลลิเมตร และความเร็วในการดึงเท่ากับ 50 มิลลิเมตร/นาที โดยน้ำหนักเซลล์ (load cell) ที่ใช้ทดสอบเท่ากับ 100 นิวตัน
5. ยึดปลายทั้งสองของชิ้นทดสอบไว้กับตัวจับ ทำการดึงจนกระทั่งชิ้นทดสอบขาด



รูปที่ 3.10 เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 100K



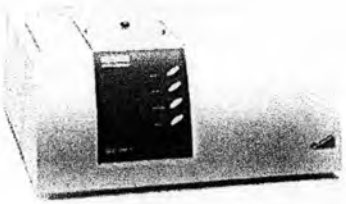
W : 6 มิลลิเมตร L : 33 มิลลิเมตร G : 25 มิลลิเมตร R : 14 มิลลิเมตร

W_o: 19 มิลลิเมตร L_o: 115 มิลลิเมตร D : 65 มิลลิเมตร R_o: 25 มิลลิเมตร

รูปที่ 3.11 ขนาดชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D638-03 (type IV)

3.7.4 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงคาลอริมิทรี (DSC)

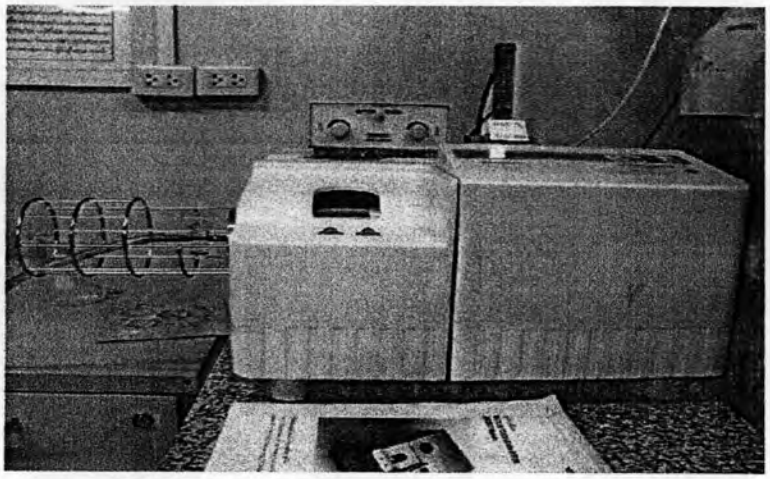
เป็นการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงคาลอริมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.12 เพื่อหาอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (T_g) ของสารตัวอย่าง โดยนำสารตัวอย่างที่มีน้ำหนักประมาณ 7 มิลลิกรัม ใส่ในถาดอะลูมิเนียม ชั่งน้ำหนักสารที่แน่นอนแล้วปิดผนึก ซึ่งใช้อากาศเป็นสารอ้างอิง ให้ภาวะการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ 25 ถึง 300 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มความร้อน 10 องศาเซลเซียส/นาที ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.12 เครื่อง DSC ยี่ห้อ NETZSCH DAC-204F1

3.7.5 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมทริกแอนนา ไลซิส (TGA)

เป็นการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมทริกแอนนาไลเซอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.13 เพื่อหาอุณหภูมิการสลายตัวเริ่มต้น (onset thermal degradation temperature, T_d) ของสารตัวอย่าง โดยนำสารตัวอย่างที่มีน้ำหนักประมาณ 7 มิลลิกรัม ใส่ในถาดอะลูมินา ใช้ภาวะในการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ 50 ถึง 750 องศาเซลเซียส และคงอุณหภูมิที่ 750 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 2 นาที อัตราการเพิ่มความร้อน 20 องศาเซลเซียส/นาที ทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.13 เครื่อง TGA ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA 851[e]

3.7.6 การทดสอบความสามารถในการดูดซึมน้ำ

มีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

1. ตัดชิ้นงานทดสอบให้มีขนาด 2.0 เซนติเมตร × 2.0 เซนติเมตร ความหนา 3 มิลลิเมตร แล้วนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปใส่ไว้ในเดซิเคเตอร์ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง แล้วชั่งน้ำหนักที่แน่นอนของชิ้นทดสอบ
2. นำชิ้นทดสอบแช่ในน้ำกลั่นซึ่งบรรจุอยู่ในขวดแก้ว โดยปริมาณน้ำกลั่นต้องท่วมชิ้นงาน
3. แช่ชิ้นงานตามเวลาที่กำหนด คือ 2, 3, 7, 14 และ 21 วัน
4. นำชิ้นทดสอบขึ้นจากน้ำอย่างระมัดระวัง ทำการซับน้ำรอบๆ ชิ้นทดสอบออกจนหมด
5. นำชิ้นทดสอบไปชั่งน้ำหนัก

ความสามารถในการดูดซึมน้ำ คือ การหาน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไป ซึ่งสามารถหาได้จาก

เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เพิ่มขึ้น = $[(W_2-W_1)/W_1] \times 100$

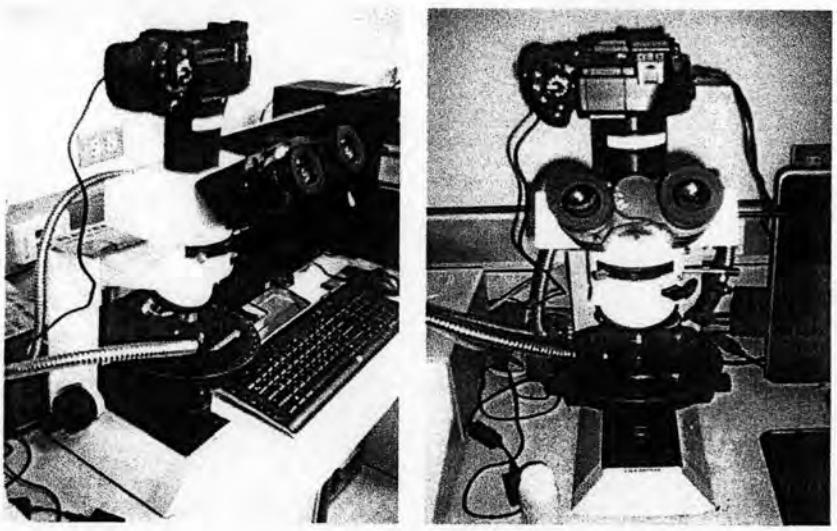
เมื่อ W_1 = น้ำหนักชิ้นทดสอบเริ่มต้น

W_2 = น้ำหนักชิ้นทดสอบเมื่อระยะเวลาผ่านไปตามกำหนด

3.7.7 การทดสอบสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสม ด้วย Optical Microscope หลังผ่านการแช่กรด เพื่อตรวจสอบการหายไปของแป้งมันสำปะหลังที่ผิวของชิ้นงาน

มีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

1. ตัดชิ้นงานทดสอบให้มีขนาด 2.0 เซนติเมตร × 2.0 เซนติเมตร ความหนา 3 มิลลิเมตร
2. นำชิ้นทดสอบแช่ในสารละลายกรด Sulphuric acid ซึ่งมีความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยปริมาตร เป็นระยะเวลา 3 วัน
3. สังเกตการเปลี่ยนแปลงไปของชิ้นงานทดสอบ



รูปที่ 3.14 กล้องจุลทรรศน์ออปติคอล (Optical Microscope) ของบริษัท OLYMPLUS รุ่น ex-31 (ภาควิชาวัสดุศาสตร์)

3.7.8 การทดสอบลักษณะชิ้นงานหลังผ่านการย่อยสลายทางชีวภาพโดยการฝังดิน

มีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

1. ตัดชิ้นงานทดสอบให้มีขนาด 2.0 เซนติเมตร × 1.5 เซนติเมตร ความหนา 3 มิลลิเมตร แล้วนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปใส่ไว้ในเดซิเคเตอร์ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง
2. นำชิ้นทดสอบฝังลงในดินให้ลึกจากผิวดิน 4 เซนติเมตร ในกระบะที่บรรจุดินอยู่เต็ม
3. รดน้ำบนดินให้ชุ่ม จากนั้นนำกระบะดินเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นระยะ 30,60 และ 90 วัน
4. นำชิ้นทดสอบออกจากดินอย่างระมัดระวัง ปัดคราบดินที่ติดอยู่ตามชิ้นงานออกจนหมด
5. สังเกตการเปลี่ยนแปลงไปของชิ้นงานทดสอบ