

## บทที่ 3

### การทดลอง

#### 3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

- (1) เม็ดพลาสติก PET เกรด SHINPET 5015W ได้รับความอนุเคราะห์จาก บริษัท ไทยชินกิงอินดัสตริคอปอเรชั่น จำกัด
- (2) เม็ดพลาสติก PC เกรด S-3000R 5313 ได้รับความอนุเคราะห์จาก บริษัท ไทยโพลีคาร์บอเนต จำกัด
- (3) สารเร่งปฏิกิริยาซิงค์ออกไซด์ (zinc oxide: ZnO) ได้รับความอนุเคราะห์จาก บริษัท โฟโมซ่า ออร์แกนิก เคมีคอล อินดัสตรี จำกัด
- (4) สารเร่งปฏิกิริยาแอนติโมนีไตรออกไซด์ (antimony trioxide: Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) จาก บริษัท ทุนเท็กซ์ (ประเทศไทย) จำกัด มหาชน
- (5) ตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน (dichloromethane: CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>) เกรด AR จาก บริษัท แล็บสแกน เอเชีย จำกัด

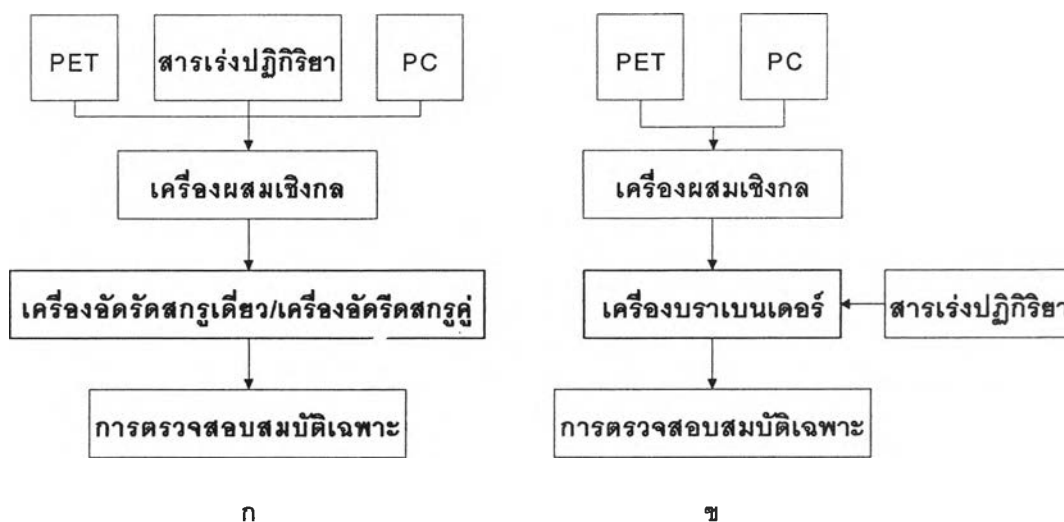
#### 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- (1) เครื่องอัดรีดสกรูเดี่ยว
- (2) เครื่องอัดรีดสกรูคู่ Collin zx-25
- (3) เครื่องบราเวนเดอร์ Plasti-Corder PL2100
- (4) เครื่องดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ Netzsch DSC 200
- (5) เครื่องวิเคราะห์ทางเทอร์โมแกรวิเมตรี Perkin Elmer TGA7
- (6) เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี Nicolet Impact 400D
- (7) เครื่องเจลเพอร์มิเอชันโครมาโทกราฟี Waters 150 CV

### 3.3 วิธีการทดลอง

#### 3.3.1 ขั้นตอนการผสม

- (1) นำเม็ดพลาสติก PET PC สารเร่งปฏิกิริยา  $Sb_2O_3$  และ ZnO มาอบด้วยเครื่องอบแบบลมร้อน (hot air heater) ที่อุณหภูมิ  $110\text{ }^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลาไม่ต่ำกว่า 12 ชั่วโมง
- (2) นำเม็ดพลาสติก PET และ PC ที่อัตราส่วน 50 ต่อ 50 มาผสมกันเชิงกลด้วยเครื่องเขย่าเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นเติมสารเร่งปฏิกิริยาที่ปริมาณต่างๆ แล้วทำการผสมต่อเป็นเวลา 10 นาที ยกเว้นในการผสมด้วยเครื่องบราเบนเดอร์การเติมสารเร่งปฏิกิริยาจะเติมในขณะที่หลอมเหลวเม็ดพลาสติก ดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 (ก) การผสมพอลิเมอร์ด้วยเครื่องอัดรีดสกรูเดี่ยวหรือเครื่องอัดรีดสกรูคู่  
(ข) การผสมพอลิเมอร์ด้วยเครื่องบราเบนเดอร์

โดยมีรายละเอียดของการผสมด้วยเครื่องต่างๆ ดังต่อไปนี้

(2.1) เครื่องอัดรีดสกรูเดี่ยว ใช้ความเร็วรอบสกรู 20 รอบต่อนาที ด้วยอุณหภูมิ จากกรวยเติมถึงหัวได เป็น 200 230 290 290 และ 250 °C ตามลำดับ

(2.2) เครื่องอัดรีดสกรูคู่ ใช้ความเร็วรอบสกรู 45 รอบต่อนาที ด้วยอุณหภูมิ จากกรวยเติมถึงหัวได เป็น 100 220 250 290 290 และ 250 °C ตามลำดับ

(2.3) เครื่องบราเวนเดอร์ ใช้ความเร็วรอบสกรู 80 รอบต่อนาที ด้วยอุณหภูมิ ในการผสมต่างๆ กัน เป็นเวลา 15 นาที การเติมสารเร่งปฏิกิริยาจะทำเมื่อเวลาในการ ผสมผ่านไป 4 นาที ดังตารางที่ 3.1

การใช้รหัสของพอลิเมอร์ผสมในงานวิจัยนี้แสดงดังนี้คือ

สารเร่งปฏิกิริยา	ปริมาณสารเร่งปฏิกิริยา	-	อุณหภูมิในการผสม	-	เครื่องผสม
------------------	------------------------	---	------------------	---	------------

โดยรหัสของตัวแปรแต่ละประเภทมีความหมายดังนี้

- **สารเร่งปฏิกิริยา** : B Sb และ Zn หมายถึงพอลิเมอร์ผสมที่ไม่มีการเติม สารเร่งปฏิกิริยา พอลิเมอร์ผสมที่มีการเติมสารเร่งปฏิกิริยา  $Sb_2O_3$  และ พอลิเมอร์ผสมที่มีการเติมสารเร่งปฏิกิริยา ZnO ตามลำดับ
- **ปริมาณสารเร่งปฏิกิริยา** : 1 2 3 และ 4 หมายถึงการใช้สารเร่ง ปฏิกิริยาเป็นปริมาณ 0.05 0.25 0.75 และ 1.5% โดยน้ำหนักรวมของ พอลิเมอร์ ตามลำดับ
- **อุณหภูมิในการผสม** : 245 255 270 และ 290 หมายถึงการใช้ อุณหภูมิในการผสมด้วยอุณหภูมิ 245 250 270 และ 290 °C ตามลำดับ
- **เครื่องผสม** : S และ T หมายถึงการใช้เครื่องอัดรีดสกรูเดี่ยว และการ ใช้เครื่องอัดรีดสกรูคู่ในการผสม ตามลำดับ ในขณะที่การผสมพอลิเมอร์ ด้วยการให้เครื่องบราเวนเดอร์จะไม่มีรหัสต่อท้าย

ตัวอย่างเช่น Sb4-290-S หมายถึงพอลิเมอร์ผสมที่ไม่มีการใช้สารเร่งปฏิกิริยา และทำการผสมที่อุณหภูมิ 290 °C ด้วยเครื่องอัดรีดสกรูเดี่ยวนั่นเอง ดังนั้นรหัสของ การผสมพอลิเมอร์สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 อุณหภูมิในการผสม ปริมาณสารเร่งปฏิกิริยา และรหัสของสารตัวอย่างในการผสม

อุณหภูมิ ( $^{\circ}\text{C}$ )	ปริมาณสารเร่งปฏิกิริยา (%)				
	0	0.05	0.25	0.75	1.50
290	B-290-S	-	-	-	Sb4-290-S/Zn4-290-S
	B-290-T	-	-	-	Sb4-290-T/Zn4-290-T
	B-290	Sb1-290/Zn1-290	Sb2-290/Zn2-290	Sb3-290/Zn3-290	Sb4-290/Zn4-290
270	B-270	-	-	-	Sb4-270/Zn4-270
255	B-255	-	-	-	Sb4-255/Zn4-255
245	B-245	-	-	-	Sb4-245/Zn4-245

### 3.3.2 การตรวจสอบสมบัติเฉพาะ

#### 1) การตรวจสอบสมบัติทางความร้อน

##### (1) เครื่องดีพีเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (DSC)

การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC ในการทดลองนี้เป็นการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมโดยใช้เครื่อง Netzsch DSC 200 ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน โดยใช้พอลิเมอร์ผสมที่มีน้ำหนักประมาณ 10 มิลลิกรัม บรรจุในถาดอะลูมิเนียมที่มีฝาปิด โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10^{\circ}\text{C}$  ต่อนาทีจาก  $20^{\circ}\text{C}$  ถึง  $280^{\circ}\text{C}$  และคงอุณหภูมิไว้ที่  $280^{\circ}\text{C}$  นี้เป็นเวลา 5 นาที เพื่อลบประวัติทางความร้อน (thermal history) ของสารตัวอย่างจากขั้นตอนการผสมพอลิเมอร์ จากนั้นลดอุณหภูมิลงด้วยไนโตรเจนเหลวจนถึง  $180^{\circ}\text{C}$  และคงอุณหภูมินี้ไว้เป็นเวลา 5 นาที เพื่อให้มีการเกิดผลึกอย่างสมบูรณ์ จากนั้นลดอุณหภูมิต่อไปจนถึง  $20^{\circ}\text{C}$  แล้วทำการเพิ่มอุณหภูมิอีกครั้ง (second heating) ด้วยอัตรา  $10^{\circ}\text{C}$  ต่อนาทีจนถึง  $280^{\circ}\text{C}$  เพื่อวัดอุณหภูมิทรานซิชันของพอลิเมอร์ผสม

นอกจากอุณหภูมิทรานซิชันต่างๆ แล้วข้อมูลที่ได้จาก DSC สามารถคำนวณปริมาณผลึก (% crystallinity) ของพอลิเมอร์ได้ดังสมการ 3.1

$$\% \text{ Crystallinity} = 100 \times \Delta H_{\text{exp}} / \Delta H^0 \quad (3.1)$$

โดย  $\Delta H_{\text{exp}}$  คือเอนทาลปีการหลอมเหลว (enthalpy of fusion) ของพอลิเมอร์ที่ทำการทดสอบ

$\Delta H^0$  คือเอนทาลปีการหลอมเหลวของพอลิเมอร์ที่เกิดผลึก 100% โดย PET ที่เกิดผลึก 100 % มี  $\Delta H^0 = 117.7$  จูลต่อกรัม (28.1 แคลอรีต่อกรัม) [31]

## (2) เครื่องวิเคราะห์ทางเทอร์โมแกรวิเมตรี (TGA)

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA ในการทดลองนี้เป็นการตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อน และอุณหภูมิในการสลายตัวของพอลิเมอร์ผสมทำโดยใช้เครื่อง Perkin Elmer TGA7 ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน โดยใช้พอลิเมอร์ผสมที่มีน้ำหนักประมาณ 10 มิลลิกรัม บรรจุในถาดอะลูมิเนียม โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 °C ต่อนาที ในช่วงอุณหภูมิ 50 – 800 °C

## 2) การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค IR ในการทดลองนี้เป็นการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีของพอลิเมอร์ผสม โดยนำสารตัวอย่างมาขึ้นรูปเป็นฟิล์มด้วยไดคลอโรมีเทน ซึ่งเป็นตัวทำละลายที่ดีสำหรับ PC เท่านั้นแต่ไม่สามารถละลาย PET ได้ จากนั้นนำสารละลายที่ได้มากรอง แล้วนำมาเทแบบลงบนกระจกนาฬิกา และนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 °C เพื่อไล่ตัวทำละลายออกให้หมด แล้วจึงลอกฟิล์มของสารตัวอย่างออกมาเพื่อใช้ในการทดสอบด้วยเครื่อง Nicolet Impact 400D โดยใช้จำนวนการสแกน 32 ครั้ง resolution 4 cm<sup>-1</sup> ในช่วงเวฟนัมเบอร์ 4,000-400 cm<sup>-1</sup>

### 3) การหาน้ำหนักโมเลกุลด้วยเครื่องเจลเพอร์มีเอชันโครมาโทกราฟี

การหาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ผสมนี้ ทำโดยนำสารตัวอย่างมาละลายในเตตระไฮโดรฟูเรน (tetrahydrofuran) ก่อน จากนั้นกรองด้วยตัวกรองไนลอนขนาด 45 นาโนเมตร แล้วนำสารละลายที่ได้ไปหาน้ำหนักโมเลกุลด้วยเครื่อง GPC Waters 150 CV ในคอลัมน์ PL gel 10  $\mu\text{m}$  mixed B จำนวน 2 คอลัมน์ ซึ่งมีความสามารถในการหาน้ำหนักโมเลกุลได้ในช่วง 500-10,000,000 และใช้พอลิสไตรีนเป็นสารอ้างอิงมาตรฐาน ด้วยอัตราการฉีดสารละลาย 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที