



บทที่ 2

วิธีดำเนินการวิจัย

โครงการนี้ มีวิธีดำเนินการวิจัยประกอบด้วยขั้นตอนหลัก คือ การผสมอนุภาคนาโนซิลิกากับพอลิเอทิลีนที่สัดส่วนต่าง ๆ การเตรียมชิ้นทดสอบ การวัดวิทยากระแส และการตรวจสอบสัณฐานวิทยา

2.1 วัสดุและสารเคมี

1. พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (HDPE) ที่มีค่าดัชนีการไหล (MFI) เท่ากับ 0.8 (H08) และ 14 (H14) กรัม/10 นาที และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ (LDPE) ที่มีค่า MFI เท่ากับ 5 (L5) และ 30 (L30) กรัม/10 นาที โดยได้รับความอนุเคราะห์จาก บ. ไทยโพลิเอทิลีน จำกัด นอกจากนี้ ในการศึกษาเชิงเปรียบเทียบผลของโครงสร้างมีการใช้พอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น (linear low density polyethylene, LLDPE) ที่มีค่า MFI เท่ากับ 1 (LL1), 3 (LL3) และ 30 (LL30) กรัม/10 นาที จาก บ. DuPont Dow Elastomers
2. อนุภาคนาโนซิลิกา เป็น hydrophilic fumed silica ขนาด 7 (พื้นที่ผิว เท่ากับ $390 \pm 40 \text{ m}^2/\text{g}$) และ 14 (พื้นที่ผิว เท่ากับ $200 \pm 25 \text{ m}^2/\text{g}$) นาโนเมตร ซื้อจาก Sigma-Aldrich

2.2 การเตรียมตัวอย่าง

1. ทำการผสมอนุภาคนาโนซิลิกากับพอลิเอทิลีนที่สัดส่วนการผสมต่าง ๆ (ที่ 0.5, 1.0, 3.0, 5.0 และ 10 wt% ซึ่งเท่ากับสัดส่วนโดยปริมาตรที่ 0.11, 0.20, 0.44, 0.50 และ 0.74 ตามลำดับ) โดยใช้เครื่องบดผสมภายใน Haake รุ่น Rheomix 600p ความเร็วรอบของแกนหมุน 50 rpm ที่อุณหภูมิ 160°C โดยก่อนผสมทำการอบอนุภาคนาโนซิลิกาที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง
2. นำออกจากเครื่องบดผสมภายใน นำเข้าเครื่องกดอัด LP20-B model (Lab tech engineering Co.,Ltd) โดยใช้แม่พิมพ์รูปร่างแผ่นวงกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตรที่ทำขึ้นเอง โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 160°C เป็นเวลา 10 นาที ป้อนและกดอัด 10 นาที หล่อเย็นด้วยน้ำ

2.3 การวัดวิทยากระแส (Rheological measurement)

การวัดวิทยากระแส ด้วยเครื่องวิทยากระแสของ TA Instrument รุ่น AR-G2 ติดตั้งแผ่นคู่ขนาน (parallel plate geometry) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร ความหนาชิ้นงาน 1 มิลลิเมตร โดยทำการวัด 2 แบบ คือ

1. วัด small amplitude oscillatory shear (SAOS) ที่ช่วงอุณหภูมิ 140-220°C แล้วตัดตัวอย่างพอลิเอทิลีน เพื่อใช้ในการทำ master curve ที่อุณหภูมิ 160°C ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ความถี่เชิงมุม 0.1-100 rad/s ขนาด % ความเครียด เท่ากับ 2 บันทึกผล
2. วัด steady shear ที่อุณหภูมิ 160°C ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน อัตราเฉือน 0.001-100 1/s บันทึกผล

2.4 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วย TEM

1. ทำการตัดตัวอย่างด้วยเครื่อง Ultramicrotome ที่อุณหภูมิ -80°C ให้เป็นแผ่นบาง ความหนาประมาณ 130-150 นาโนเมตร วางบน Copper grid ทำการเคลือบด้วยคาร์บอน
2. นำมาตรวจสอบด้วยเครื่อง transmission electron microscopy (TEM) รุ่น FEI Tecnai G² 20 (FEI Co., Eindhoven, Netherlands) ที่ 200 kV