

### บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย

#### 3.1 วัตถุดิบ

วัตถุดิบหลักที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือเม็ดพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ(LDPE) เกรด EL-Lene LD 1902FA จากบริษัทไทยพอลิเอทิลีน (1993) จำกัด และแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO<sub>3</sub>) เกรด Omyacarb 1T ของบริษัทสุรินทร์ ออมย่า เคมิคอล (ประเทศไทย) จำกัด โดยที่สมบัติของวัตถุดิบทั้งสองแสดงในตาราง 3.1 และ 3.2 ซึ่งทำการทดสอบโดยบริษัทผู้ผลิตวัตถุดิบนั้น ๆ

ตารางที่ 3.1 แสดงสมบัติของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเกรด EL-Lene LD 1902FA

สมบัติ	วิธีทดสอบ	ผลการทดสอบ	หน่วย
<b>สมบัติของเม็ดพลาสติก</b>			
Melt Flow Rate	ASTM D1238 @190°C, 2.16 kg	2.00	g/10 min.
Density	ASTM D1505	0.919	g/cm <sup>3</sup>
Melting Point	ASTM D2117	110	°C
Vicat Softening Point	ASTM D1525	92	°C
Brittleness Temperature	ASTM D746	< -70	°C
<b>สมบัติของฟิล์มที่แปรรูปจากเม็ดพลาสติก</b>			
Tensile Strength at Yield	ASTM D638	MD:-, TD:120	kg/cm <sup>2</sup>
Tensile Strength at Break	ASTM D638	MD:230, TD:190	kg/cm <sup>2</sup>
Tensile Modulus, 2% Secant	ASTM D638	MD;2500, TD:2800	kg/cm <sup>2</sup>
Elongation at Break	ASTM D638	MD:620, TD:840	%
Elmendorf Tear Strength	ASTM D1922	MD:370, TD:100	G
Dart Impact Strength	ASTM D1709	150	G
Haze	ASTM D1003	6	%
Gloss	ASTM D2457	55	%

MD: Machine Direction, TD: Transverse Direction

ตารางที่ 3.2 แสดงสมบัติของแคลเซียมคาร์บอเนต ( $\text{CaCO}_3$ ) เกรด Omyacarb 1T

สมบัติ	วิธีทดสอบ	ผลการทดสอบ	หน่วย
Dry Brightness (R457)	WI-QC-02-01	93.76	%
Wet Brightness (Rz)	WI-QC-02-01	66.93	%
Mean Particle Size (d 50%)	Mastersizer 2000	1.98	Micron
Top Cut (d 98%)	Mastersizer 2000	8.50	Micron
DOP. Absorption	WI-QC-02-08	21.65	g DOP/100g $\text{CaCO}_3$
Moisture Content	WI-QC-02-10	0.2	%

### 3.2 ขั้นตอนการเตรียมส่วนผสม

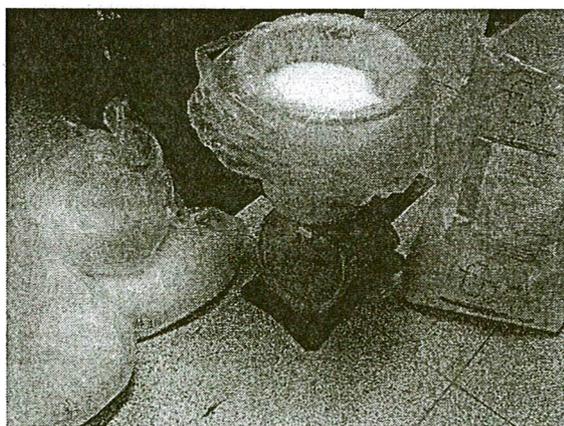
ทำการชั่งน้ำหนักวัตถุดิบทั้งสอง คือพอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ(LDPE) และแคลเซียมคาร์บอเนต ( $\text{CaCO}_3$ ) ตามสัดส่วนที่ออกแบบไว้ 4 สูตรการผลิต และจำนวนแต่ละสูตรคือ 20 กิโลกรัม ซึ่งสูตรการผสมทั้ง 4 สูตรเป็นดังนี้:

สูตรที่ 1  $\text{CaCO}_3$  0% และ LDPE 100%

สูตรที่ 2  $\text{CaCO}_3$  10% และ LDPE 90%

สูตรที่ 3  $\text{CaCO}_3$  25% และ LDPE 75%

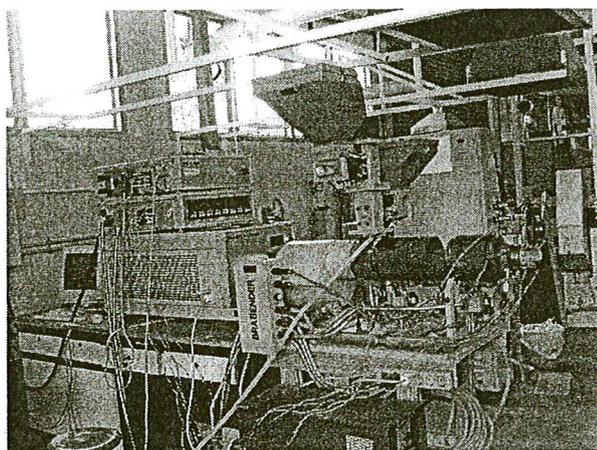
สูตรที่ 4  $\text{CaCO}_3$  50% และ LDPE 50%



รูปที่ 3.1 แสดงการชั่งวัตถุดิบ โดยใช้ตาชั่งที่มีความละเอียด 0.1 กิโลกรัม

### 3.3 ขั้นตอนการผสมวัตถุดิบ (Compounding)

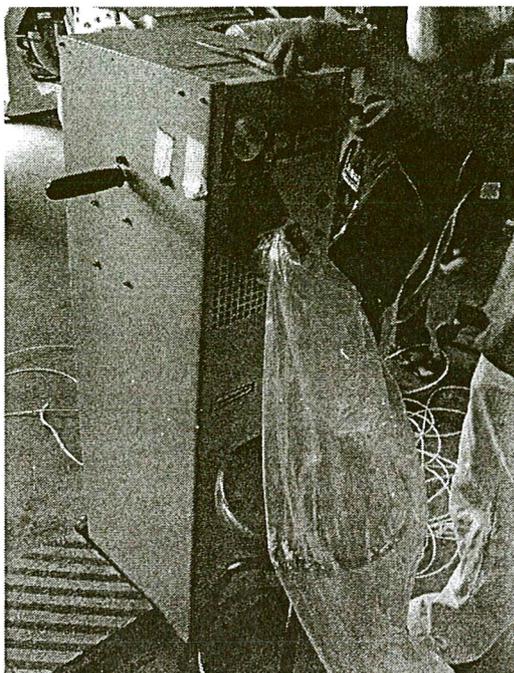
นำส่วนผสมในแต่ละสูตรไปทำการผสมเพื่อให้เป็นเนื้อเดียวกัน (Compound) ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (Twin screw extruder) ซึ่งมีค่าความยาวต่อเส้นผ่าศูนย์กลางคือ 20 (L:D 20) ดังแสดงในรูปที่ 3.2 โดยทำการตั้งอุณหภูมิของตัวเครื่องดังนี้ ๓ บริเวณจุดป้อนสาร (feed zone) 160 องศาเซลเซียส บริเวณหลอมเหลว (metering zone) 165 องศาเซลเซียส และบริเวณหัวปลายสุด (Die Zone) มีอุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส ความเร็วของรอบสกรูตั้งไว้ที่ 23 รอบ/นาที ทำให้สามารถผลิตส่วนผสมได้ 6 กิโลกรัม/ชั่วโมง ส่วนผสมจะไหลออกจากหัวตายผ่านไปยังอ่างน้ำเย็น ดังแสดงในรูปที่ 3.3 จากนั้นนำมาทำเป็นเม็ดด้วยเครื่องตัดเม็ดพลาสติก (Pelletizer) ดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.2 เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (Twin Screw Extruder) รุ่น DSE 25 ของบริษัท Brabender OHG Duisburg ประเทศเยอรมัน



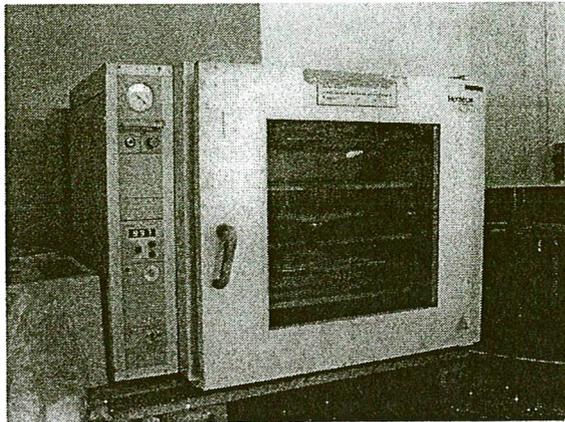
รูปที่ 3.3 ส่วนผสมเม็ดพลาสติกออกจากหัวตายและไหลผ่านอ่างน้ำเย็น



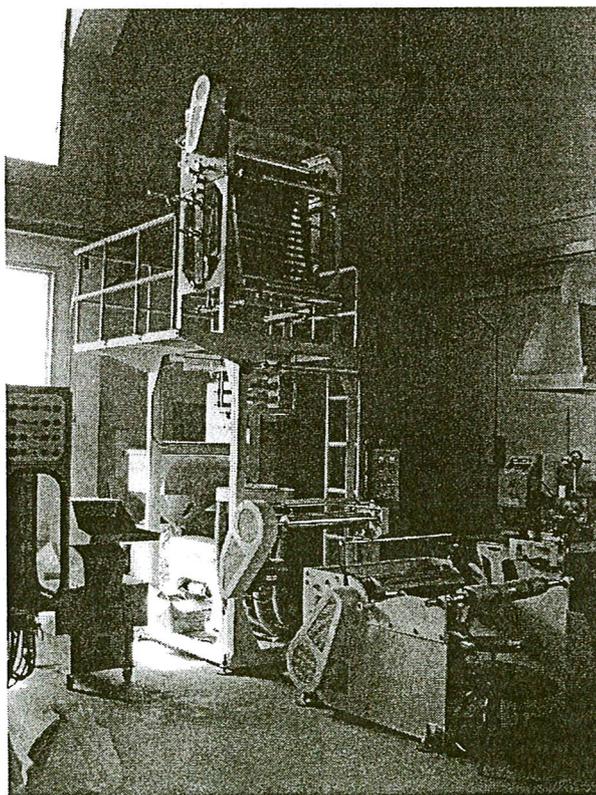
รูปที่ 3.4 เครื่องตัดเม็ดพลาสติก (Pelletizer) ของบริษัท Brabender OHG Duisburg ประเทศเยอรมัน

### 3.4 ขั้นตอนการขึ้นรูปแผ่นฟิล์ม

นำเม็ดพลาสติกที่ผสมแล้ว (Compound) ทั้ง 4 สูตร ไปอบในตู้อบ (รูปที่ 3.5) เพื่อกำจัดความชื้น โดยอุณหภูมิของการอบคือ 100 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการอบคือ 4 ชั่วโมง จากนั้นนำมาเป่าขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มด้วยเครื่องอัดรีดแบบเป่า (Blowing film extruder) ดังแสดงในรูปที่ 3.6 ซึ่งทำการตั้งอุณหภูมิของตัวเครื่องดังนี้ ณ บริเวณจุดป้อนสาร(Feed zone) 163 องศาเซลเซียส บริเวณหลอมเหลว (Metering zone) โซน1 และโซน 2 เท่ากับ 165 องศาเซลเซียส และบริเวณหัวปลายสุด (Die zone) มีอุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และควบคุมความกว้างของฟิล์มที่ผลิตไว้ที่ 45 เซนติเมตร และความหนาของฟิล์ม 0.02 มิลลิเมตร และในระหว่างทำการเป่าฟิล์มให้ปรับเปลี่ยนอัตราส่วนการยืดฟิล์มขณะขึ้นรูปของพลาสติกแต่ละสูตรผสม 4 ค่า คือ 100% 135% 150% และ 170%



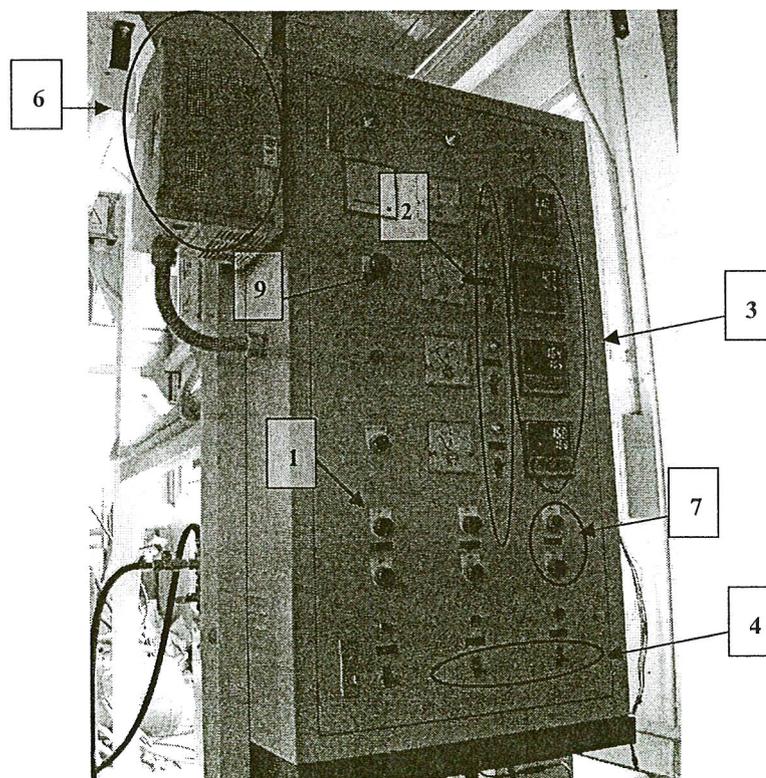
รูปที่ 3.5 ตู้อบที่ใช้ในการอบเม็ดพลาสติกที่ผสมกันแล้ว (Compound)



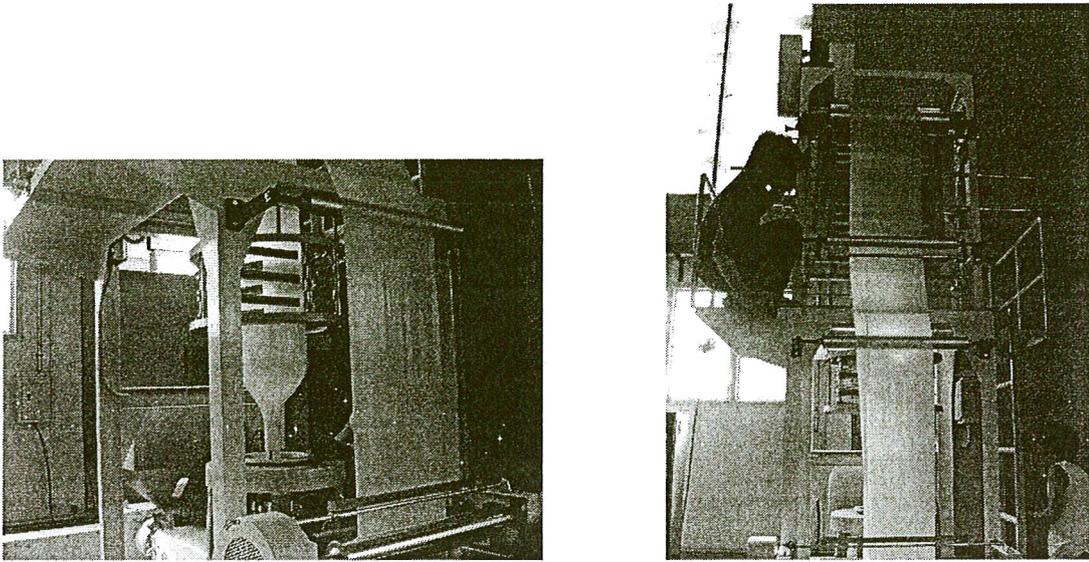
รูปที่ 3.6 เครื่องอัดรีดแบบเป่า (Blow Film Extruder) รุ่น AH40 บริษัท AR Product Ltd.  
ประเทศไทย

### 3.4.1 ขั้นตอนการปฏิบัติงานของเครื่องอัดรีดแบบเป่า รุ่น AH40 (ดูรูปที่ 3.7-3.9 ประกอบ)

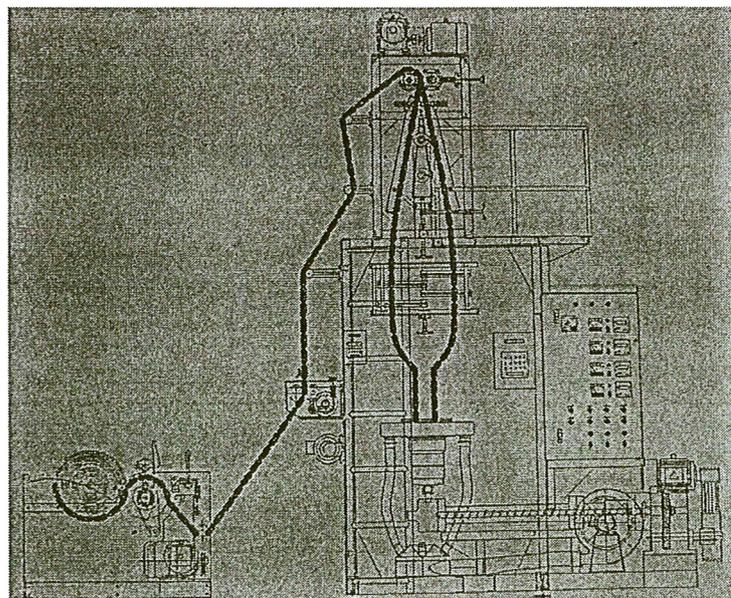
1. เปิดสวิตช์จ่ายไฟเข้าเครื่องอัดรีดแบบเป่า
2. เปิดสวิตช์เครื่องทำความร้อน ทั้ง 4 เครื่อง
3. ตั้งอุณหภูมิทั้ง 4 โซนดังนี้ ณ บริเวณจุดป้อนสาร (Feed zone) 163°C และ 165°C สำหรับบริเวณหลอมเหลว (Metering zone) โซน1 และโซน 2 ส่วนบริเวณหัวปลายสุด (Die zone) 170 °C
4. เปิดลมเข้าเครื่องอัดรีด 1 และ 2
5. รออุณหภูมิให้ได้ตามที่ตั้งไว้ประมาณ 45-60 นาที
6. เปิดสวิตช์ควบคุมอัตราเร็วของลูกกลิ้งและสกรู
7. เปิดสวิตช์ปั๊มลมเข้าไปในเครื่องอัดรีด
8. นำฟิล์มที่ออกจากหัวเป่าเดินตามลูกกลิ้ง เหมือนในแผนภาพการเป่าฟิล์ม (รูปที่ 3.9) และทำการปรับความกว้างของฟิล์มตามต้องการ
9. ถ้าเกิดเหตุฉุกเฉินให้ทำการกดปุ่ม Emergency



รูปที่ 3.7 แสดงแผงควบคุมขั้นตอนการปฏิบัติงานของเครื่องอัดรีดแบบเป่า รุ่น AH40



รูปที่ 3.8 แสดงฟิล์มพลาสติกขณะทำการเป่าฟิล์มด้วยเครื่องอัดรีดแบบเป่า  
(Blow film extruder)



รูปที่ 3.9 แผนภาพแสดงเส้นทางการผ่านของแผ่นฟิล์มที่เป่าได้

### 3.5 การทดสอบสมบัติของแผ่นฟิล์ม

นำตัวอย่างแผ่นฟิล์มที่ผลิตได้ภายใต้เงื่อนไขสภาวะต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.3 ไปทำการทดสอบสมบัติต่างๆ ดังนี้

- สมบัติเชิงกล ได้แก่ สมบัติความทนแรงดึง และสมบัติการยืดตัวของแผ่นฟิล์ม
- อัตราการซึมผ่านของไอน้ำ
- อัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจน
- ดูโครงสร้างจุลภาคและพื้นผิวของแผ่นฟิล์มโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ

ส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

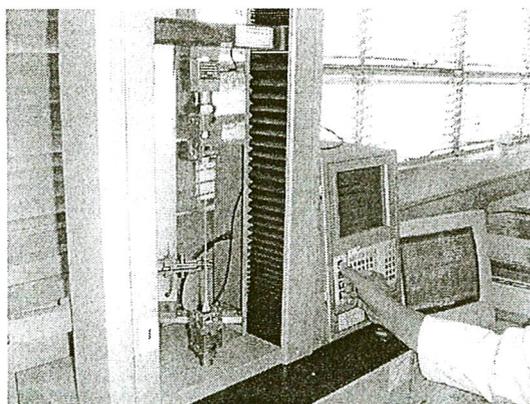
ตารางที่ 3.3 แสดงจำนวนตัวอย่างและเงื่อนไขสภาวะในการผลิตแผ่นฟิล์ม

ตัวอย่าง	องค์ประกอบส่วนผสม ของแผ่นฟิล์ม (%)		อัตราส่วนการยืด ฟิล์มขณะขึ้นรูป (%)
	CaCO <sub>3</sub>	LDPE	
1	0	100	100
2	0	100	135
3	0	100	150
4	0	100	170
5	10	90	100
6	10	90	135
7	10	90	150
8	10	90	170
9	25	75	100
10	25	75	135
11	25	75	150
12	25	75	170
13	50	50	100
14	50	50	135
15	50	50	150
16	50	50	175

### 3.5.1 การทดสอบสมบัติความทนแรงดึง (Tensile strength) และสมบัติการยืดตัว (Elongation) ของแผ่นฟิล์ม

การเตรียมตัวอย่างและการตั้งค่าเครื่องทดสอบให้ยืดหลักตามมาตรฐานการทดสอบ ASTM D882 ซึ่งเป็นมาตรฐานสำหรับทดสอบฟิล์มพลาสติกที่มีความหนาไม่เกิน 1.0 มิลลิเมตร มีวิธีการทดสอบดังนี้

ตัดแผ่นฟิล์มตามแนวเครื่องจักร (Machine direction, MD) เป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าที่มีขนาดกว้าง 1 นิ้ว ยาว 6 นิ้ว ความหนา 0.02 มิลลิเมตร สำหรับการทดสอบสมบัติความทนแรงดึงและสมบัติการยืดตัวตามแนวเครื่องจักรและตัดแผ่นฟิล์มตามแนวขวาง (Transverse direction, TD) สำหรับการทดสอบสมบัติความทนแรงดึงและสมบัติการยืดตัวตามแนวขวาง จากนั้นนำไปขึ้นงานตัวอย่างเข้าเครื่องทดสอบความทนแรงดึง (รูป 3.10) และจากนั้นทำการตั้งความเร็วของความเครียดเริ่มต้น (Initial strain rate) 10 มิลลิเมตรต่อนาทีและระยะห่างของตัวจับตัวอย่าง (Grip separation) 50 มิลลิเมตร และอัตราการเพิ่มระยะห่างของตัวจับตัวอย่าง (Rate Of grip separation) 500 มิลลิเมตรต่อนาที รายละเอียดวิธีทดสอบ ASTM D882 ดูในภาคผนวก ค.

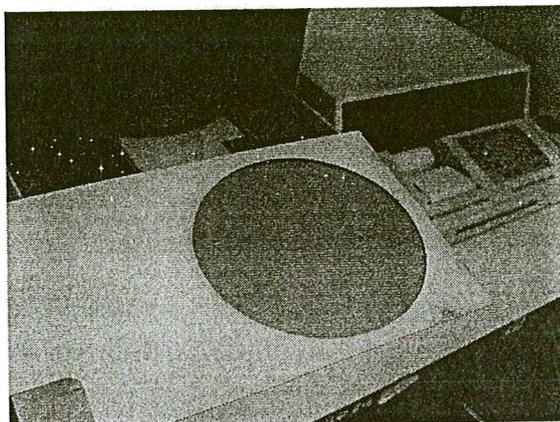


รูปที่ 3.10 เครื่องทดสอบสมบัติความทนแรงดึงและสมบัติการยืดตัวของแผ่นฟิล์ม

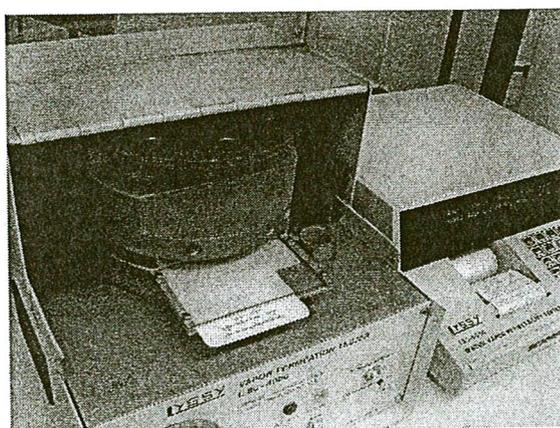
### 3.5.2 การทดสอบอัตราการซึมผ่านของไอน้ำ (Water vapor transmission rate, WVTR)

การทดสอบการซึมผ่านของไอน้ำยึดตามมาตรฐานการทดสอบ ASTM E398 โดยขั้นตอนแรกให้ตัดชิ้นงานตัวอย่างแผ่นฟิล์มให้ได้ขนาดเหมาะสมกับตัวเครื่องทดสอบโดยตัดเป็นวงกลมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 8 เซนติเมตร (รูปที่ 3.11) จากนั้นนำตัวอย่างใส่เข้าไปในเครื่องทดสอบ ในการทดสอบครั้งนี้ใช้เครื่องมือทดสอบรุ่น Lyssy L80-4000 ของบริษัท LYSSY AG ประเทศสวิสเซอร์แลนด์ (รูปที่ 3.12) และทำการเปิดอากาศแห้งเข้าไปในตัวเครื่อง เพื่อให้

ภายในตัวเครื่องและแผ่นตัวอย่างแห้งหรืออยู่ในสภาวะที่มีความชื้นต่ำ จากนั้นทำการตั้งค่าเครื่องมือทดสอบ โดยมีสภาวะการทดสอบดังนี้ อุณหภูมิ 38°C และมีความชื้นสัมพัทธ์ 90 % เพื่อเริ่มต้นการวัดอัตราการซึมผ่านของไอน้ำ รายละเอียดวิธีทดสอบ ASTM E398 ดูในภาคผนวก ค.



รูปที่ 3.11 ชิ้นงานตัวอย่างก่อนที่จะนำเข้าเครื่องทดสอบอัตราการซึมผ่านของไอน้ำ

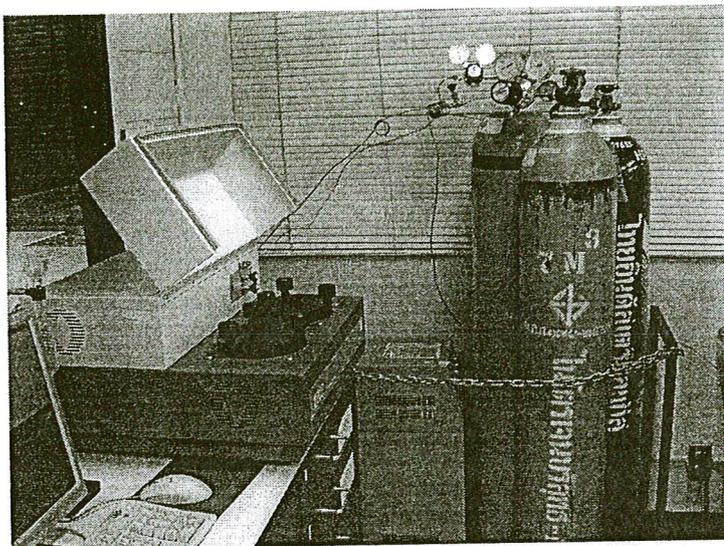


รูปที่ 3.12 เครื่องทดสอบอัตราการซึมผ่านของไอน้ำ

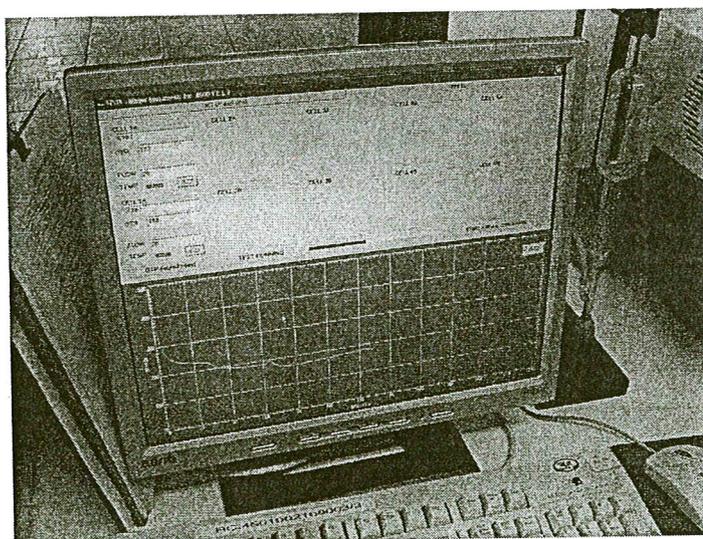
### 3.5.3 การทดสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจน (Oxygen transmission rate, OTR)

การทดสอบการซึมผ่านของออกซิเจนให้ยึดตามมาตรฐานการทดสอบ ASTM D 3985 โดยเริ่มจากการไล่ความชื้นภายในระบบทดสอบโดยใช้ก๊าซไนโตรเจน จากนั้นนำชิ้นงานตัวอย่างบรรจุลงในเครื่องทดสอบ และทำการไล่อากาศที่อยู่ภายในเครื่องอีกครั้งด้วยก๊าซไนโตรเจนด้วยอัตรา

การไหลประมาณ 50 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 4 นาที จากนั้นลดอัตราการไหลลงมาที่ 5 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที ตั้งค่าของเครื่องทดสอบให้ได้ตามค่ามาตรฐาน คืออุณหภูมิ 23 °C และความชื้นสัมพัทธ์ 0 % แล้วเริ่มทำการวัดอัตราการซึมผ่านของออกซิเจน รายละเอียดวิธีทดสอบ ASTM E3985 ดูในภาคผนวก ค.



รูปที่ 3.13 เครื่องทดสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจน



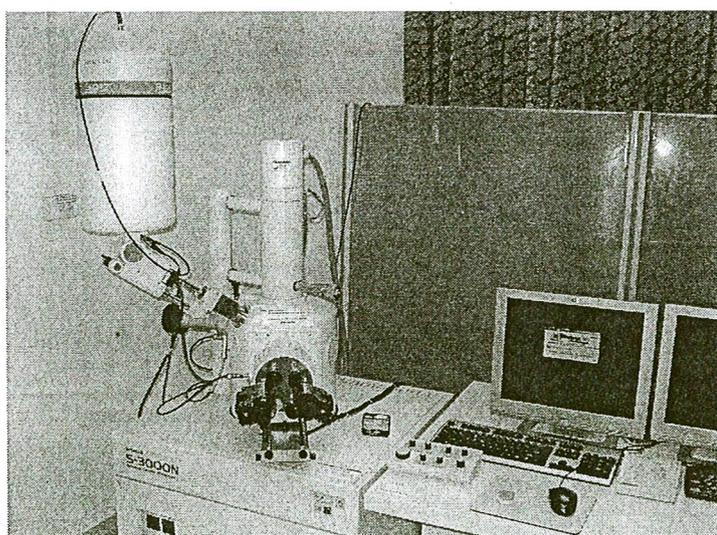
รูปที่ 3.14 หน้าจอแสดงผลการทดสอบการซึมผ่านของออกซิเจน

### 3.5.4 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างสำหรับการตรวจสอบพื้นผิวของแผ่นฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) (ดูรูป 3.15-3.21 ประกอบ)

3.5.4.1 ทำการล้างและตัดตัวอย่าง (Washing and cutting) ที่จะนำมาศึกษาเพื่อกำจัดฝุ่นผง โดยการล้างด้วยน้ำยาที่เป็นกลาง เช่น น้ำเกลือ หรือ สารละลายยิปซัมเฟอรัสจากนั้นก็เลือกตัดเอาเฉพาะส่วนที่ต้องการศึกษาด้วยใบมีดที่สะอาดและมีความคมให้ได้ขนาดกว้าง 1 เซนติเมตร และยาว 1 เซนติเมตรโดยประมาณ

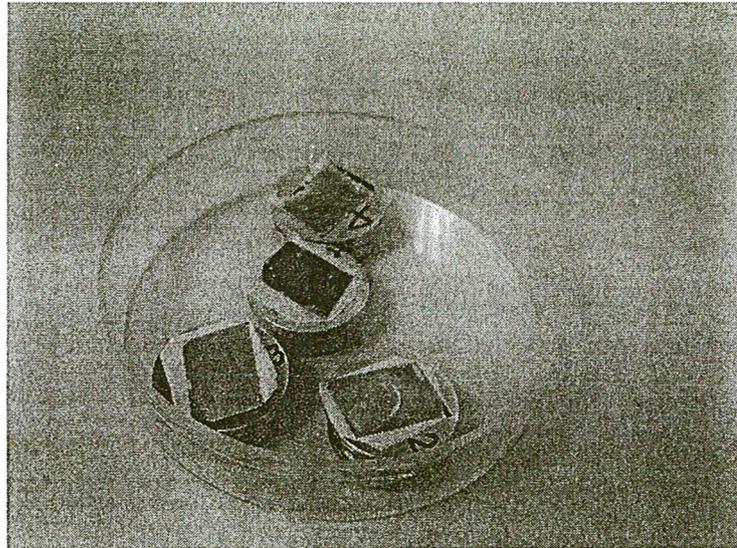
3.5.4.2 การขจัดน้ำออกและการทำให้แห้ง (Dehydration and drying) กระบวนการขจัดน้ำออกจะแตกต่างกับการทำให้แห้ง โดยการขจัดน้ำออกคือการเอาของเหลวอื่นเข้ามาแทนที่น้ำ ส่วนการทำให้แห้งนั้นคือการเอาของเหลวนั้นออกจากตัวอย่าง

3.5.4.3 การฉาบผิวตัวอย่างด้วยโลหะหนัก (Metal coating) โดยนำตัวอย่างแห้งไปวางบนแท่นรองรับที่เรียกว่า Stub ที่ใช้ทั่วไปเป็นแท่นทองเหลือง เชื่อมผิวของตัวอย่างให้ติดกับแท่นด้วยกาวที่มีโลหะผสม เช่น Silver paste หรือมีผงถ่านผสม (รูปที่ 3.16) เพื่อช่วยเป็นสื่อนำประจุอิเล็กตรอน จากนั้นนำตัวอย่างบนบนแท่นรองรับนี้ไปทำการฉาบด้วยคาร์บอน เพื่อเพิ่มการนำประจุอิเล็กตรอน และป้องกันตัวอย่างถูกทำลายด้วยความร้อนจากแสงอิเล็กตรอน การฉาบผิวนี้นี้ทำโดยการเผาโลหะให้ร้อนจนระเหยเป็นไอมาจับบนผิวบนผิวหน้าของตัวอย่างอย่างสม่ำเสมอ โดยใช้เครื่องมือที่เรียกว่าเครื่องทำระเหยแบบสุญญากาศ (Vacuum evaporator) จากนั้นนำตัวอย่างที่ทำการฉาบด้วยคาร์บอนมาทำการฉาบด้วยโลหะอีกครั้ง โดยใช้ทอง (Au) ซึ่งจะช่วยเพิ่มการนำประจุของอิเล็กตรอน (ดูรูปที่ 3.17)

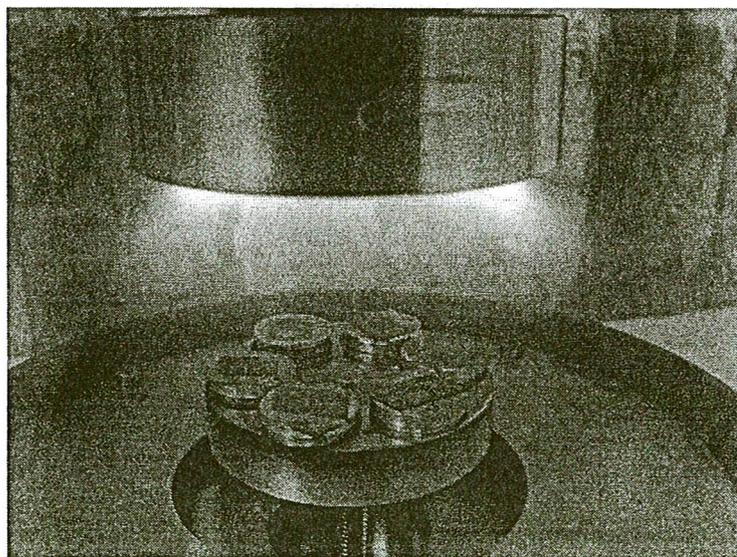


รูปที่ 3.15 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น S-3000N ของบริษัท Hitachi, ประเทศญี่ปุ่น

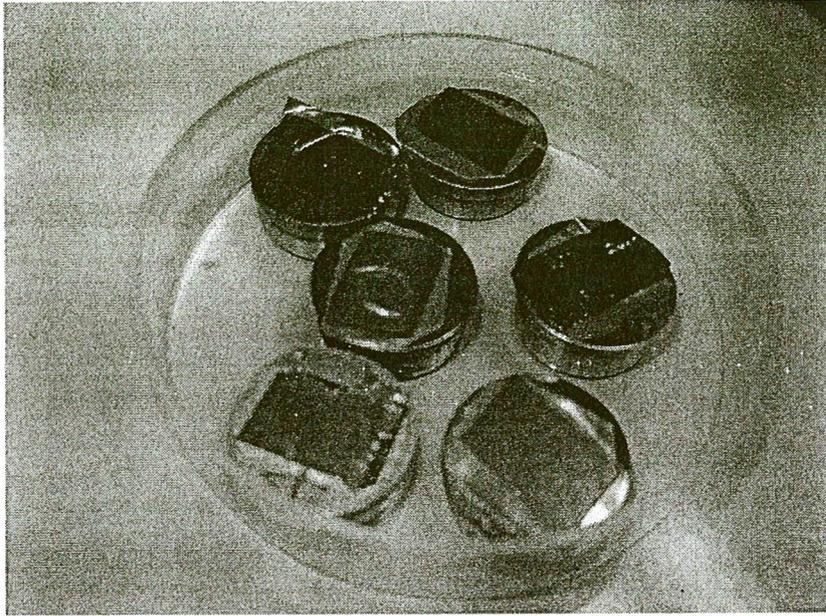
3.5.4.4 นำชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านการเคลือบทองแล้ว (รูปที่ 3.18) ติดเข้ากับฐานรองรับ (รูปที่ 3.19) แล้วใส่เข้าไปในเครื่อง SEM เพื่อทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (รูปที่ 3.20) และทำการหาดำแหน่งและขนาดของภาพที่ต้องการโดยใช้อุปกรณ์ช่วยสำหรับหาดำแหน่งและขนาดของภาพ (รูปที่ 3.21)



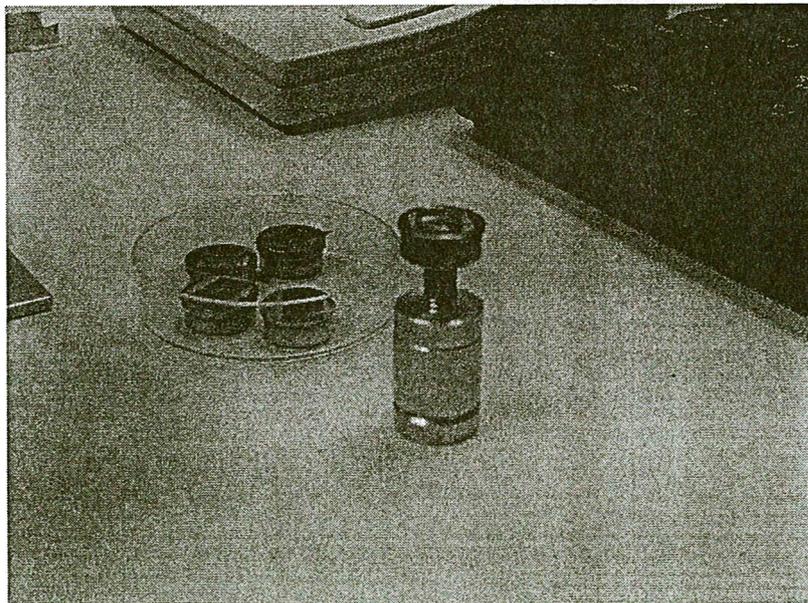
รูปที่ 3.16 การติดตัวอย่างไว้บนแท่นรองรับ (Stub)



รูปที่ 3.17 แสดงภาพขณะทำการเคลือบทองบนผิวของตัวอย่าง



รูปที่ 3.18 ชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านขั้นตอนการเคลือบทองแล้ว



รูปที่ 3.19 ตัวอย่างที่เคลือบทอง ติดบนแท่นเพื่อนำไปส่องด้วยกล้องSEM



รูปที่ 3.20 นำตัวอย่างใส่เข้าเครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูปที่ 3.21 คอมพิวเตอร์และอุปกรณ์ที่ใช้ควบคุมกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด