

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้ต้องการปรับปรุงความเข้ากันได้ระหว่างผงซีลี้อยไม้กับพอลิคาร์บอเนต จึงได้นำเอาสารก่อกวนไซเลนเข้ามาช่วยในการปรับปรุงพื้นผิวของผงซีลี้อยไม้ โดยทำการศึกษาผลของชนิดและปริมาณสารก่อกวนไซเลนที่มีผลต่อสมบัติต่างๆ ของคอมพอสิต นอกจากนี้ยังศึกษาผลของปริมาณผงซีลี้อยไม้ และผลของการใช้สารทำให้เกิดฟองในการขึ้นรูปเป็นวัสดุโพลีคอมพอสิตอีกด้วย โดยแบ่งงานวิจัยออกเป็น 3 ส่วนดังนี้

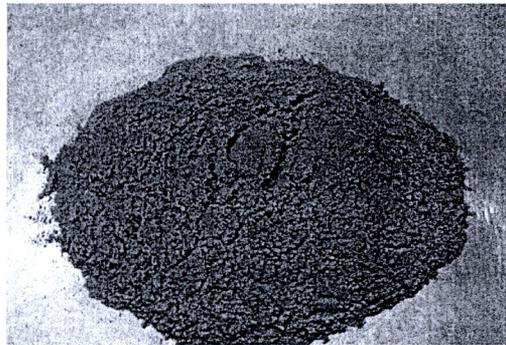
1. ส่วนแรกจะเป็นการเลือกไซเลนเพื่อใช้ในการปรับปรุงความเข้ากันได้ระหว่างผงซีลี้อยไม้กับพอลิคาร์บอเนต โดยทำการปรับเปลี่ยนชนิดและปริมาณของไซเลนที่ใช้กับวัสดุคอมพอสิต แล้วตรวจสอบผลจากการทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และสถานะวิทยา เพื่อที่จะสามารถเลือกชนิดและปริมาณของไซเลนที่เหมาะสมกับการขึ้นรูปวัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิคาร์บอเนตกับผงซีลี้อยไม้ได้

2. ส่วนที่สองจะเป็นการเลือกใช้ปริมาณผงซีลี้อยไม้ที่ทำให้สามารถขึ้นรูปวัสดุคอมพอสิตที่มีสมบัติในด้านต่างๆ ดีที่สุด โดยทำการปรับเปลี่ยนปริมาณการใช้ผงซีลี้อยไม้ แล้วตรวจสอบผลจากการทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และสถานะวิทยา

3. ส่วนสุดท้ายจะเป็นการเลือกสารทำให้เกิดฟองเพื่อใช้ในการขึ้นรูปวัสดุโพลีคอมพอสิตระหว่างผงซีลี้อยไม้กับพอลิคาร์บอเนต โดยทำการปรับเปลี่ยนชนิดและปริมาณของสารทำให้เกิดฟองที่ใช้กับวัสดุคอมพอสิต แล้วตรวจสอบผลจากการทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และสถานะวิทยา เพื่อที่จะสามารถเลือกชนิดและปริมาณของสารทำให้เกิดฟองที่เหมาะสมกับการขึ้นรูปเป็นวัสดุโพลีคอมพอสิตระหว่างพอลิคาร์บอเนตกับผงซีลี้อยไม้ได้

3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 ผงซีลี้อยไม้ (Sawdust) จากบริษัท วี พี วัสดุ จำกัด นำมาคัดแยกขนาดโดยผงซีลี้อยไม้ที่ใช้ในงานวิจัยมีขนาด 100-150 ไมครอน



ภาพที่ 14 พงชีเลื่อยไม้

3.1.2 พอลิคาร์บอเนต (Polycarbonate, PC) ชื่อทางการค้าคือ Lupilon เกรด MB2215R
 ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท ไทยพอลิคาร์บอเนต, ประเทศไทย



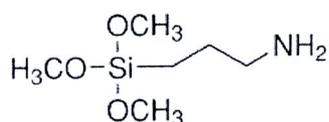
ภาพที่ 15 พอลิคาร์บอเนตเกรด MB2215R

ตารางที่ 3 แสดงคุณสมบัติของพลาสติกพอลิคาร์บอเนต

Properties	Value	Test method
Density	1.13 g/cm ³	ISO 1183
Melt Volume-Flow Rate	4-8 g/10 min	ISO 1133
Tensile strength	52.0 MPa	ISO 572-2
Tensile modulus	2,400 MPa	ISO 572-2

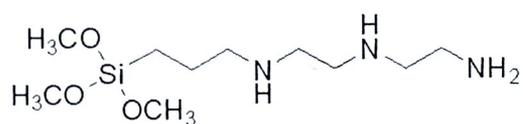
Flexural strength	82.0 MPa	ISO 178
Flexural modulus	2,500 MPa	ISO 178
Charpy notched impact strength (1/4" thick specimen)	80 kJ/m ²	ISO 179
Drying Temperature (4-8 hr)	80-90 °C	-
Processing temperature (injection molding)	210-270 °C	-

3.1.3 สารคู่ควบไซเลนชนิด γ -aminopropyl trimethoxysilane (Z-6011) จากบริษัท Sigma-Aldrich



ภาพที่ 16 แสดงสูตร โครงสร้างของสารคู่ควบไซเลนชนิด γ -aminopropyl trimethoxysilane

3.1.4 สารคู่ควบไซเลนชนิด N-(3-Trimethoxysilylpropyl) diethylenetriamine (TMS) จากบริษัท Sigma-Aldrich



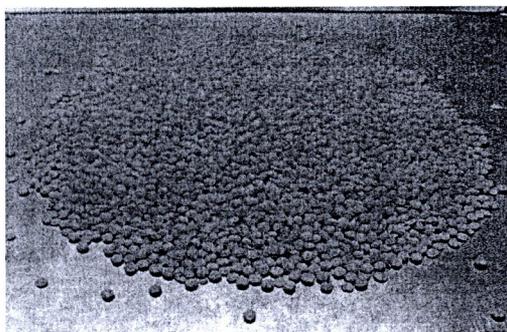
ภาพที่ 17 แสดงสูตร โครงสร้างของสารคู่ควบไซเลนชนิด N-(3-Trimethoxysilylpropyl) diethylenetriamine

3.1.5 โขเคียมไฮดรอกไซด์ จากบริษัท Ajax Finechem, Australia

3.1.6 กรดแอซิติค จากบริษัท Union Intraco, ประเทศไทย

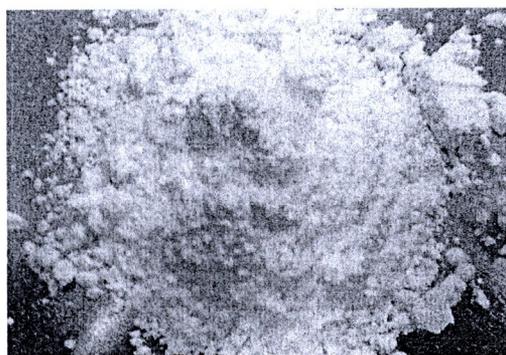
3.1.7 Laventin (wetting agent) จากบริษัท BASF SE Ludwigshafen, Germany

3.1.8 สารทำให้เกิดฟองชนิด Hydrocerol HK 40B จากบริษัท คลาเรียนท์ เคมีคอลส์ (ประเทศไทย) จำกัด



ภาพที่ 18 สารทำให้เกิดฟองชนิด Hydrocerol HK 40B

3.1.9 สารทำให้เกิดฟองชนิด 5-Phenyl-1H-Tetrazole จากบริษัท Sigma-Aldrich



ภาพที่ 19 สารทำให้เกิดฟองชนิด 5-Phenyl-1H-Tetrazole

3.1.10 Deionized water จากภาควิชาเทคโนโลยีชีวภาพ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร

3.1.11 Diisononyl phthalate ใช้เป็นพลาสติกไซเซออร์ จากบริษัท Sigma-Aldrich

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการดำเนินงานวิจัย

3.2.1 เครื่อง Twin screw extruder ของบริษัท Enmach CO., LTD

3.2.2 เครื่อง Injection molding ของบริษัท Elite Precision Machinery รุ่น E80A

3.2.3 เครื่อง Compression molding ของบริษัท Labtech Engineering รุ่น LP-S-50

3.2.4 เครื่องผสมความเร็วสูง (High Speed Internal Mixer) บริษัท เอ็นแมช จำกัด

3.2.5 เครื่อง Universal testing Machine ของบริษัท ซิมาสุ รุ่น Autograph AG-I

3.2.6 เครื่องทดสอบความทนทานต่อแรงกระแทก (Instrumented Impact Tester) Zwick

3.2.7 เครื่องทดสอบ Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR) ของบริษัท Bruker Optic รุ่น Vertex70

3.2.8 เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ของบริษัท CamScan รุ่น MX 2000

3.2.9 เครื่อง Thermal Gravimetric Analyzer (TGA) ของบริษัท PERKIN ELMER รุ่น TGA 7HT

3.2.10 เครื่อง Hot Disk Constant Analyzer รุ่น TPS2500 Hot disk AB

3.3 วิธีการดำเนินงานวิจัย

ตารางที่ 4 แสดงองค์ประกอบของสารเคมีที่ใช้ในการปรับปรุงพื้นผิวผงซีลีเนียมและใช้ในการขึ้นรูปวัสดุคอมพอสิต

ระบบการทดลอง	ความเข้มข้นของสารเคมีที่ใช้					
	ผงซีลีเนียม (w/w)	โซเดียมไฮดรอกไซด์ (w/w)	γ -Aminopropyl trimethoxy silane (w/w)	N-(3-Trimethoxysilyl propyl) diethylenetriamine (w/w)	Hydrocerol HK 40B (phr)	5-Phenyl-1H-Tetrazole (phr)
Neat PC	-	-	-	-	-	-
PC/W-Untreated	10	-	-	-	-	-
PC/W-NaOH	10	4.0	-	-	-	-
PC/W-Z6011 1.0	10	-	1.0	-	-	-
PC/W-TMS0.5	10	-	-	0.5	-	-
PC/W-TMS1.0	10	-	-	1.0	-	-
PC/W-	10	-	-	1.5	-	-

TMS1.5						
PC/W-TMS2.0	10	-	-	2.0	-	-
PC/W20-TMS0.5	20	-	-	0.5	-	-
PC/W30-TMS0.5	30	-	-	0.5	-	-
PC/W-H0.5	10	-	-	0.5	0.5	-
PC/W-H1.0	10	-	-	0.5	1.0	-
PC/W-H1.5	10	-	-	0.5	1.5	-
PC/W-H2.0	10	-	-	0.5	2.0	-
PC/W-P0.5	10	-	-	0.5	-	0.5
PC/W-P1.0	10	-	-	0.5	-	1.0
PC/W-P1.5	10	-	-	0.5	-	1.5
PC/W-P2.0	10	-	-	0.5	-	2.0



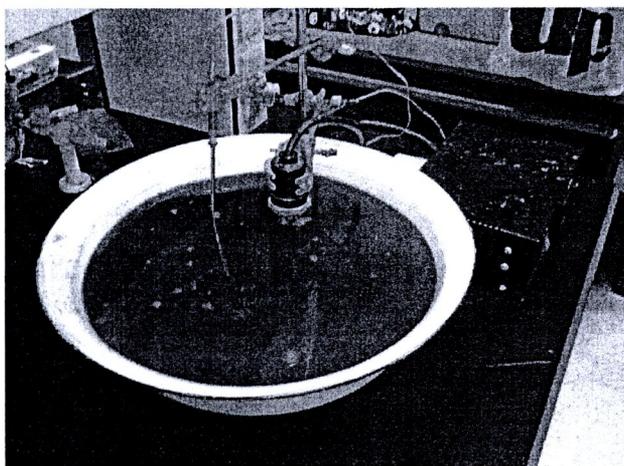
ภาพที่ 20 เครื่องคัดแยกขนาด (Sieve Shaker)

3.3.1 การคัดเลือกรักษาผงซีลี้อยไม้

ทำการคัดเลือกรักษาของผงซีลี้อยไม้ก่อนการนำมาใช้ โดยนำผงซีลี้อยไม้ใส่ในตะแกรง sieve และเครื่อง sieve ดังภาพที่ 20 เพื่อให้ผงไม้ที่ใช้มีขนาดใกล้เคียงกัน โดยขนาดของผงซีลี้อยไม้ที่ต้องการมีขนาดอยู่ในช่วง 100 ถึง 150 ไมโครเมตร

3.3.2 การปรับปรุงผิวผงซีลี้อยไม้โดยการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Caustic soda)

หลังจากทำการคัดเลือกรักษาของผงซีลี้อยไม้แล้ว ก็จะนำผงซีลี้อยไม้ที่ได้มาทำการล้างด้วยน้ำสะอาด โดยการให้ความร้อนแก่น้ำสะอาดด้วย thermostat จนน้ำสะอาดมีอุณหภูมิถึง 50°C นำผงซีลี้อยไม้แช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 10 นาที เพื่อล้างพวกสิ่งสกปรกออกไป ในขณะที่รอเวลาล้างผงซีลี้อยไม้ ให้ทำการเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ 4% o.w.f. และ laventin 1% o.w.f. เติมน้ำลงไปอัตราส่วน 1:25 เมื่อเทียบกับน้ำหนักของผงซีลี้อยไม้ จากนั้นให้เทน้ำที่ใช้ล้างผงซีลี้อยไม้แล้วทำการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้าไปแทน ทำการให้ความร้อนด้วย thermostat ณ อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 30 นาที ทำการกวนผงซีลี้อยไม้ที่แช่อยู่เป็นระยะ เพื่อให้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์สามารถย่อยสลายพวกเฮมิเซลลูโลส แวกซ์ เพคตินและลิกนินออกไปจากพื้นผิวของผงซีลี้อยไม้ได้อย่างทั่วถึง เมื่อครบเวลาที่กำหนดแล้วก็เอาผงซีลี้อยไม้ออกมาจากสารละลาย โดยทำการกรองด้วยผ้าขาว และทำการล้างผงซีลี้อยไม้ด้วยน้ำสะอาดเพื่อล้างโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกไป โดยจะทำการล้างจนกว่าผงซีลี้อยไม้จะมีค่า pH เป็นกลาง (ทำการเช็คด้วยกระดาษลิตมัส) จากนั้นนำผงซีลี้อยไม้ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80°C เพื่อไล่ความชื้น ทำการชั่งน้ำหนักทุกๆ 6 ชั่วโมง จนกว่าผงซีลี้อยไม้จะมีน้ำหนักคงที่ นำผงซีลี้อยไม้ที่แห้งแล้วบางส่วนไปทดสอบหาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FTIR เพื่อยืนยันผลของการปรับปรุงผิวเส้นใยด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ผงซีลี้อยไม้ที่เตรียมได้จากขั้นตอนนี้จะนำไปใช้ในการขึ้นรูปเป็นวัสดุคอมพอสิต PC/W-NaOH



ภาพที่ 21 แสดงการปรับปรุงผิวผงซีลื้ออไม้ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์

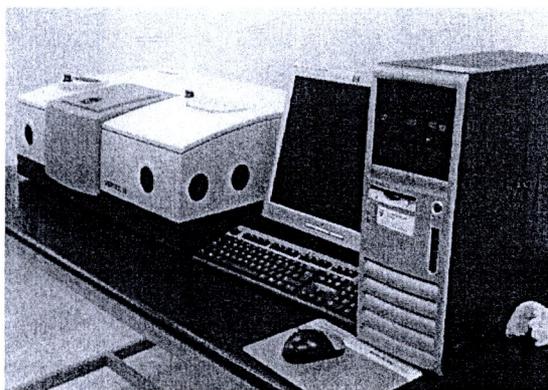
3.3.3 การปรับปรุงผิวผงซีลื้ออไม้ด้วยสารคู่ควบไซเลน

สารคู่ควบไซเลนที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีด้วยกัน 2 ชนิด คือ N-(3-Trimethoxysilylpropyl) diethylenetriamine และ γ -aminopropyl trimethoxysilane (Z-6011) ขั้นตอนการปรับปรุงพื้นผิวของผงซีลื้ออไม้ เริ่มด้วยการเตรียมผงซีลื้ออไม้ที่ได้ทำการคัดเลือกขนาดแล้ว โดยนำไปผ่านขั้นตอนการล้างด้วยน้ำสะอาด จากนั้นนำผงซีลื้ออไม้ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80°C เพื่อไล่ความชื้น ทำการชั่งน้ำหนักทุกๆ 6 ชั่วโมง จนกว่าผงซีลื้ออไม้จะมีน้ำหนักคงที่ ทำการเตรียมสารคู่ควบไซเลน โดยเตรียมน้ำปราศจากไอออน (Deionized water) ในสัดส่วนที่เท่ากับปริมาณผงซีลื้ออไม้ (สัดส่วนผงซีลื้ออไม้ต่อน้ำปราศจากไอออนเป็น 1กรัม:1มิลลิลิตร) จากนั้นทำการหยดกรดอะซิติกลงในน้ำปราศจากไอออนโดยใช้กรดอะซิติกปริมาณ 1.0% โดยน้ำหนักของผงซีลื้ออไม้ ในขณะที่หยดจะทำการกวนสารละลายอยู่ตลอดเวลาโดยใช้ magnetic bar หลังจากหยดกรดอะซิติกเสร็จให้ทำการกวนสารละลายต่อไปเป็นเวลาประมาณ 5 นาที เพื่อให้กรดเกิดการแตกตัวได้ทั่วถึง ซึ่งกรดอะซิติกจะช่วยให้ไซเลนแตกตัวเป็นไซลานอลได้ง่ายขึ้น จากนั้นนำสารคู่ควบไซเลนหยดลงไป โดยในการศึกษาผลของชนิดสารคู่ควบไซเลนนี้จะใช้สารคู่ควบไซเลนแต่ละชนิดในปริมาณ 1.0% โดยน้ำหนักของผงซีลื้ออไม้ ระหว่างที่ทำการหยดสารคู่ควบไซเลน ก็จะทำการคนสารละลายอยู่ตลอดเวลาจนกระทั่งสารคู่ควบไซเลนถูกหยดจนหมดและสารละลายรวมเป็นเนื้อเดียวกัน หลังจากนั้นกวนสารละลายต่อไปเป็นเวลา 5 นาที เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส นำสารละลายไซเลนที่เตรียมได้มาพ่นลงบนผิวของผงซีลื้ออไม้ที่ผ่านการอบจนมีน้ำหนักคงที่แล้ว มาทำการผสมด้วยเครื่องปั่นผสมความเร็วสูง (High Speed Internal Mixer) ด้วยความถี่ใบกวน 25

เอิร์ส เป็นเวลา 5 นาที นำผงซีลี้อยไม้จากการผสมดังกล่าวอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้นและให้อุณหภูมิเป็นตัวเร่งให้เกิดปฏิกิริยาได้ดีขึ้น

3.3.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงซีลี้อยไม้

ผงซีลี้อยไม้ที่ยังไม่ได้ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว และที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยวิธีต่างๆแล้ว จะถูกนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR) เพื่อตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันใหม่ที่เกิดขึ้นและเป็นการยืนยันผลของการปรับปรุงพื้นผิว

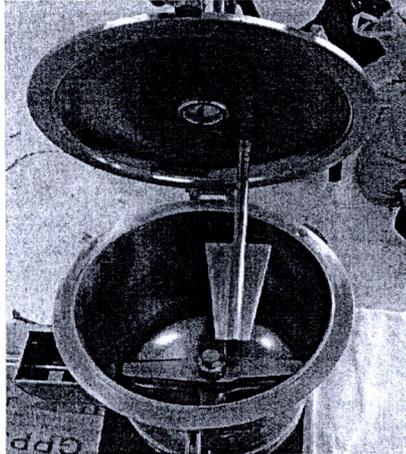


ภาพที่ 22 แสดงเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR)

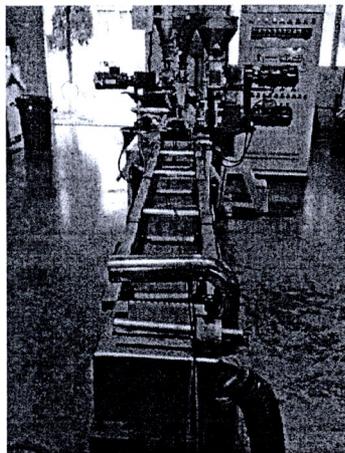
3.3.5 การผสมวัสดุเพื่อขึ้นรูป

นำเม็ดพลาสติกพอลิคาร์บอเนตมาทำการอบไล่ความชื้นด้วยตู้อบ โดยใช้อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำเม็ดพลาสติกพอลิคาร์บอเนตที่ผ่านการอบแล้วมาทำการผสมเบื้องต้นกับผงซีลี้อยไม้และ diisononyl phalate ปริมาณ 3% wt (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเม็ดพอลิคาร์บอเนต) เพื่อช่วยให้เม็ดพอลิคาร์บอเนตไหลได้ง่ายขึ้น และสำหรับการทดลองในส่วนที่ 3 จะมีการใส่สารทำให้เกิดฟองผสมเข้าไปด้วย โดยเครื่องปั่นผสมความเร็วสูง (High Speed Internal Mixer) ดังแสดงในภาพที่ 23 ด้วยความถี่รอบกวน 25 เอิร์ส เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำเม็ดพอลิคาร์บอเนตที่ผ่านการผสมในเบื้องต้นแล้วมาทำการผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่อง twin screw extruder โดยตั้งค่าอุณหภูมิภายในกระบอกหลอมเป็น 180, 180, 190, 200, 200, 210, 210, 210, 210 แล้วใช้ความเร็วรอบการหมุนของสกรูเท่ากับ 100 รอบ/นาที สำหรับการทดลองในส่วนที่ 1 จะใช้ผงซีลี้อยไม้ในปริมาณ 10%wt โดยน้ำหนักของพอลิคาร์บอเนต และการทดลองในส่วน

ที่ 2 จะปรับเปลี่ยนการใช้ผงซีลี้อยู่ไม้เป็น 10, 20 และ 30%wt โดยน้ำหนักของพอลิคาร์บอเนตคอมพอสิตที่ได้ออกมาจะอยู่ในรูปเม็ด extruded จากนั้นก็นำไปอบไล่ความชื้น ณ อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



ภาพที่ 23 แสดงเครื่องปั่นผสมความเร็วสูง (High Speed Internal Mixer)



ภาพที่ 24 แสดงเครื่องอัดรีดชนิดเกลียวคู่ (twin screw extruder) ที่ใช้ในงานวิจัย

3.3.6 การขึ้นรูปชิ้นงานคอมพอสิต

3.3.6.1 การฉีดขึ้นรูป (Injection molding)

ในการทดสอบสมบัติเชิงกลของการทดลองส่วนที่ 1 และ 2 ชิ้นงานคอมพอสิตที่นำมาทดสอบจะทำการขึ้นรูปด้วยวิธีฉีดขึ้นรูป (injection molding) โดยนำเม็ด extruded ที่ได้จากขั้นตอนการผสมวัสดุมาทำการฉีดขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดพลาสติกเข้าแม่พิมพ์ (Injection molding machine) ของ Elite Precision Machinery co. eld. รุ่น E-80A เป็นชิ้นงาน Dog bone specimen flexural specimen และ impact specimen อย่างละ 15 ชิ้น เพื่อทดสอบสมบัติการทนต่อแรงดึง สมบัติการทนต่อแรงโค้งงอ และสมบัติการทนต่อแรงกระแทก โดยสถานะในการฉีดขึ้นรูปแสดงดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 แสดงสถานะในการฉีดขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดพลาสติกเข้าแม่พิมพ์

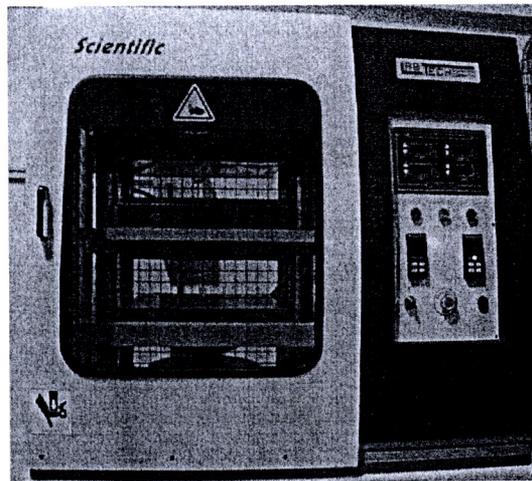
สถานะ	PC composite
อุณหภูมิ Hopper (°C)	190
อุณหภูมิช่วงกลางสกรู (°C)	200
อุณหภูมิช่วงหัวฉีด (°C)	220
ความดันในการฉีด (Bar)	80
ความดันอัดย้า (Bar)	80
ความดันในการปลดชิ้นงาน (Bar)	35
เวลาในการหล่อเย็น (s)	20

3.3.6.2 การอัดขึ้นรูป (Compression molding)

ในการทดสอบสมบัติการนำความร้อน และการทดสอบสมบัติเชิงกลของการทดลองส่วนที่ 3 ชิ้นงานคอมพอสิตที่นำมาทดสอบจะทำการขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูป (compression molding) โดยนำเม็ด extruded ที่ได้จากขั้นตอนการผสมวัสดุมาทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่อง Compression molding machine ดังภาพที่ 25 โดยสถานะในการอัดขึ้นรูปแสดงดังตารางที่ 6 โดยชิ้นงานสำหรับการทดสอบสมบัติการนำความร้อนจะขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทรงสี่เหลี่ยมขนาด 5×5×1 ซม.

ตารางที่ 6 แสดงสถานะที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปชิ้นงานคอมพอสิต

พารามิเตอร์	การทดลอง ส่วนที่ 1 และ 2	การทดลองส่วนที่ 3	
	Thermal Conductivity	Thermal Conductivity	Impact Test
อุณหภูมิ (°C)	230	230	230
เวลา Preheat (min)	20	15	7
เวลา Pressing (min)	5	2	2
เวลา Full press (min)	10	2	2
เวลา Cooling (min)	3	3	3
ความดันที่ใช้ (Bar)	158	30	30



ภาพที่ 25 แสดงเครื่อง Compression Molding ที่ใช้ในงานวิจัย

3.3.7 การทดสอบสมบัติทางกายภาพ (Physical Properties)

3.3.7.1 การวัดค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์

ในที่นี้จะทำการวัดค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ตามมาตรฐาน ASTM D 792 โดยการนำชิ้นงานมาทำการไล่ส่วนที่เป็นวัฏภาคก๊าซภายในชิ้นงานออกจนหมด แล้วจึงนำมาทำการชั่งน้ำหนักในอากาศ และชั่งน้ำหนักในของเหลวที่เหมาะสมได้แก่ Ethanol ซึ่งเป็นสารที่ไม่ทำ

ละลายสารตัวอย่างและมีความหนาแน่นน้อยกว่าชิ้นงานตัวอย่าง จากนั้นนำค่าน้ำหนักที่ชั่งได้ในอากาศ น้ำหนักที่ชั่งได้ใน Ethanol และความหนาแน่นของ Ethanol มาคำนวณค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน

ในการวิเคราะห์ความหนาแน่นสัมพัทธ์ชิ้นงาน สามารถทำได้โดยชั่งน้ำหนักของชิ้นงานตัวอย่างในอากาศและในของเหลวมาตรฐานซึ่งในงานวิจัยนี้จะใช้ Ethanol ซึ่งมีค่าความหนาแน่น 0.970 กรัมต่อมิลลิลิตร และคำนวณค่า Specific gravity (Relative density) จากความสัมพันธ์

$$\text{Sp gr } 23/23^{\circ}\text{C} = a \times d / (a + w - b) \quad \dots\dots\dots (6)$$

- โดยที่ a คือ Apparent weight of specimen. Without wire or sinker, in air
- b คือ Apparent weight of specimen. (and/or wire or sinker, if used) completely immersed and of the wire partially immersed in liquid
- w คือ Apparent weight of totally immersed sinker (if used) and of partially immersed wire.
- d คือ Density of immersion liquid

3.3.7.2 การทดสอบอัตราการไหลของคอมพอสิต (Melt Flow Index)

เป็นการทดสอบคุณสมบัติการไหลตัวของพลาสติกเหลวที่ขึ้นรูปได้ ตามมาตรฐาน ASTM D 1238 (MFI, Melt Flow Index) โดยให้แท่งน้ำหนัก (Piston) กดกระทำกับพลาสติกเหลวที่อยู่ในกระบอกทดสอบ พลาสติกเหลวก็จะไหลผ่านหัวคายออกมา หลังจากนั้นก็นำพลาสติกที่ไหลออกมาไปชั่งน้ำหนักเทียบกับเวลา 10 นาที ก็จะได้ค่าของ MFI ของพลาสติก ซึ่งมีหน่วยเป็น กรัม /10 นาที ซึ่งในการทดสอบจะทำที่อุณหภูมิ 230°C โดยใช้ Piston ขนาด 2,160 g

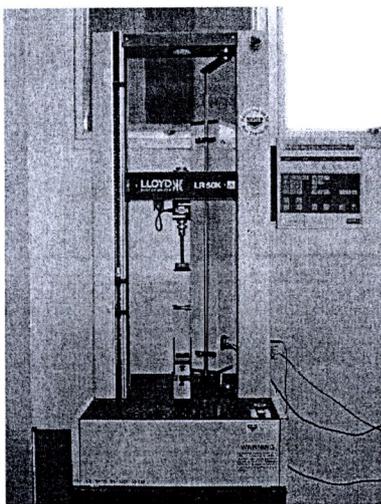
3.3.8 การทดสอบสมบัติเชิงกล (Mechanical Properties)

3.3.8.1 การทดสอบสมบัติความต้านทานแรงดึง (Tensile Properties)

การทดสอบสมบัติความต้านทานแรงดึง (Tensile Properties) จะเป็นการบอกถึงความแข็งแรงของวัสดุเมื่อได้รับแรงดึง เป็นการวัดความทนทานของวัสดุที่รับแรงคงที่หรือได้รับแรงอย่างช้า ๆ ซึ่งสามารถบ่งบอกความแข็งแรงของการยึดเกาะระหว่างผงซีเมนต์กับพอลิคาร์บอเนตได้ ชิ้นงานที่ใช้ทดสอบจะเป็นชิ้นงานแบบ Dog bone ตามมาตรฐาน ASTM D638 ความยาวเกจ 50 มิลลิเมตร ซึ่งขึ้นรูปด้วยวิธีฉีดขึ้นรูป (injection molding) ชิ้นงานคอมพอสิตจะถูกนำไปทดสอบด้วยเครื่องทดสอบแรงดึง Universal testing machine รุ่น LR 50K ของบริษัท LLOYD Instruments ดังภาพที่ 23 โดยก่อนนำไปทดสอบชิ้นงานจะถูกนำไปวัดความกว้างและความหนาของชิ้นงานบริเวณเกจด้วยเวอร์เนียคาลิเปอร์เพื่อให้ทราบถึงพื้นที่ในการรับแรง ในการทดสอบจะใช้ความเร็วในการดึง (cross head speed) 50 มิลลิเมตรต่อนาที ด้วยน้ำหนักกด 50 กิโลนิวตัน โดยผลการทดสอบที่ต้องการในงานวิจัยนี้คือค่ามอดูลัสแรงดึง (tensile modulus), ค่าความต้านทานแรงดึงสูงสุด (Ultimate tensile strength)

- ค่ามอดูลัสแรงดึง (tensile modulus) คือความชันของกราฟระหว่างความเค้นและความเครียด (stress – strain curve) ในช่วงบริเวณที่เป็นอีลาสติก (elastic) ค่ามอดูลัสจะเป็นการวัดความแข็งแรงของวัสดุ โดยวัสดุที่มีมอดูลัสสูงจะมีความสามารถในการรักษารูปร่างจากการรับแรงได้ดี

- ค่าความต้านทานแรงดึงสูงสุด (ultimate tensile strength) คือ ค่าความเค้นสูงสุดที่วัสดุจะสามารถรับได้



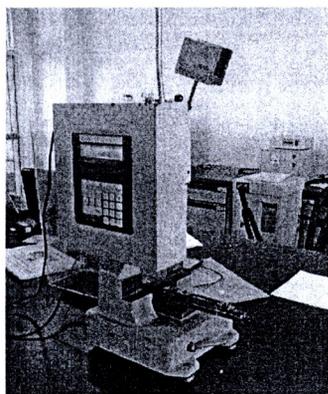
ภาพที่ 26 แสดง Universal testing machine ของ LLOYD Instruments รุ่น LR 50K

3.3.8.2 การทดสอบสมบัติความต้านทานแรงโค้งงอ (Flexural properties)

ในงานวิจัยนี้การทดสอบสมบัติความต้านทานแรงโค้งงอ (flexural properties) จะทำการทดสอบการทดสอบแบบ 3 จุด (3-points bending) ด้วยเครื่อง Universal testing machine ของ LLOYD Instruments รุ่น LR 50K เช่นเดียวกับการทดสอบสมบัติความต้านทานแรงดึง โดยทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D790 ซึ่งชิ้นงานคอมพอสิตที่นำมาทดสอบจะถูกขึ้นรูปด้วยวิธีฉีดขึ้นรูป (injection molding) ในการทดสอบจะเว้นระยะห่างระหว่างจุดรองรับที่ปลายทั้งสองด้าน (span length) เท่ากับ 100 มิลลิเมตร ใช้ความเร็วในการกด 2.8 มิลลิเมตรต่อนาที วัดความกว้างและความหนาของชิ้นงานบริเวณเกจด้วยเวอร์เนียคาลิเปอร์ โดยผลการทดสอบที่ต้องการในงานวิจัยนี้คือค่ามอดุลัสแรงโค้งงอ (flexural modulus) และความทนทานต่อการโค้งงอ (flexural strength) ของวัสดุ

3.3.8.3 การทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงกระแทก (Impact Properties)

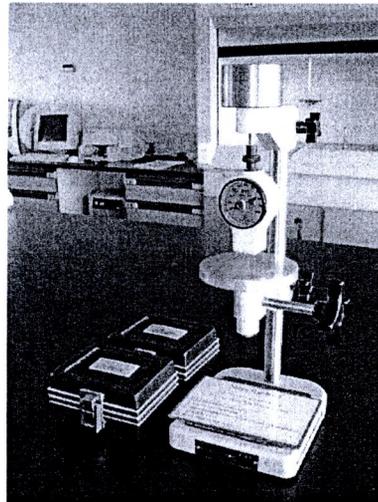
การทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงกระแทก (Impact strength) จะทดสอบเพื่อดูถึงความสามารถในการดูดซับพลังงานของวัสดุก่อนที่จะเกิดการแตกหักเมื่อได้รับแรงอย่างทันทีทันใด โดยชิ้นงานที่ใช้ทดสอบในการทดลองส่วนที่ 1 และ 2 จะขึ้นรูปด้วยวิธีฉีดขึ้นรูป (injection molding) ส่วนชิ้นงานที่ใช้ทดสอบในการทดลองส่วนที่ 3 จะขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูป (compression molding) ซึ่งจะใช้การทดสอบแบบ Notched izod impact test ตามมาตรฐาน ASTM D256 วิธีดังกล่าวจะมีการทำรอยบากที่ชิ้นงาน โดยการทดสอบจะใช้เครื่องทดสอบแบบค้อนเหวี่ยง (Pendulum impact tester) ของ Zwick รุ่น B5102.202 ใช้ลูกตุ้ม (Pendulum) ขนาด 4 จูล ดังภาพที่ 27



ภาพที่ 27 แสดงเครื่อง Impact Tester ของบริษัท Zwick

3.3.8.4 การทดสอบสมบัติความแข็ง (Hardness)

เป็นการทดสอบสมบัติความแข็งที่พื้นผิวของวัสดุ โดยจะทำการใช้เครื่องทดสอบ Durometer กดบนผิวชิ้นทดสอบ ทำให้เกิดรอยบุ๋มถาวร (Permanent Indentation) แล้ววัดขนาดความโตหรือความลึกของรอยบุ๋ม โดยนำชิ้นงานที่มีความหนาอย่างน้อย 6 mm ตาม ASTM D2240 มาทำการทดสอบด้วยเครื่อง Durometer Hardness ชนิด Shore D ใช้น้ำหนักกด 5 กิโลกรัม ดังรูปที่ 28 โดยนำชิ้นงานทดสอบวางลงบนแท่นทดสอบได้เครื่องมือวัดที่มีค้อนน้ำหนักวางอยู่ด้านบน แล้วดันชิ้นงานขึ้นไปติดกับหัวกดจนค้อนน้ำหนักยกขึ้นประมาณ $\frac{1}{4}$ นิ้ว จึงอ่านค่าที่ได้จากสเกลแล้วบันทึก ณ ตำแหน่งการทดสอบอื่นของชิ้นงานทั้งหมด 5 จุด โดยในงานวิจัยนี้จะใช้หัวกดชนิด Shore D ในการวัดค่าความแข็งบริเวณพื้นผิวของชิ้นงาน



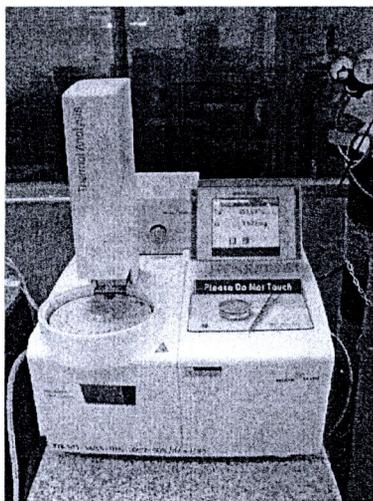
ภาพที่ 28 แสดงเครื่อง Shore Durometer Hardness

3.3.9 การทดสอบสมบัติทางความร้อน (Thermal Properties)

3.3.9.1 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของวัสดุที่ใช้ในงานวิจัย

การศึกษาพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของวัสดุที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ซึ่งได้แก่ พอลิคาร์บอนเนต ผงขี้เลื่อยไม้ สารทำให้เกิดฟองทั้งสองชนิด (Hydrocerol HK 40B และ Phenyl-1H-Tetrazole) และคอมพอสิตแต่ละชนิด จะใช้เครื่อง Thermal Gravimetric Analyzer (TGA) ในการวิเคราะห์แต่ละครั้งจะใช้สารในปริมาณ 3-5 มิลลิกรัมบรรจุลงใน pan โดยใช้ microbalance จากนั้นนำ pan เข้าสู่เครื่อง TGA โดยใช้ระบบ Temperature Scan หาความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารที่สลายตัวไป (% weight loss) กับอุณหภูมิ ทำการทดสอบที่

อุณหภูมิสัมประสิทธิ์ 50°C แล้วจึงเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ภายใต้บรรยากาศของก๊าซของไนโตรเจน เพื่อทดสอบหาการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักของตัวอย่างเมื่อได้รับความร้อน แล้วนำไปวิเคราะห์ความเสถียรทางความร้อนของวัสดุ ซึ่งจะทำให้ทราบอุณหภูมิที่สารแต่ละชนิดเกิดการสลายตัว เพื่อที่จะสามารถหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการใช้งานและขึ้นรูปคอมพอสิตได้



ภาพที่ 29 แสดงเครื่อง Thermal Gravimetric Analyzer (TGA) ที่ใช้ในงานวิจัย

3.3.9.2 การทดสอบสมบัติการนำความร้อน (Thermal Conductivity)

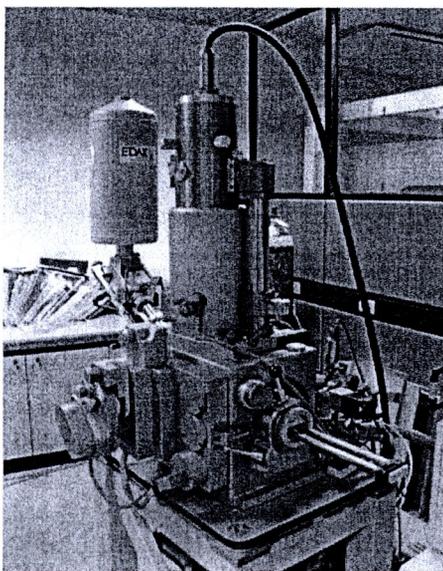
การทดสอบสมบัติการนำความร้อน (Thermal Conductivity) เป็นการวิเคราะห์หาค่าสัมประสิทธิ์ในการนำความร้อนของวัสดุคอมพอสิต โดยขึ้นงานที่ใช้การทดสอบจะขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูป (compression molding) ซึ่งจะทำให้การทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C177 โดยใช้ชิ้นงานจำนวน 2 ตัวอย่าง ทำการวัดด้วยด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อน (Thermal Constant Analyser) โดยใช้เซนเซอร์ TCR 4.693e-3 และใช้โปรแกรม Hot disk ในการควบคุมการทำงานของเครื่อง



ภาพที่ 30 แสดงเครื่อง Thermal constant analyzer

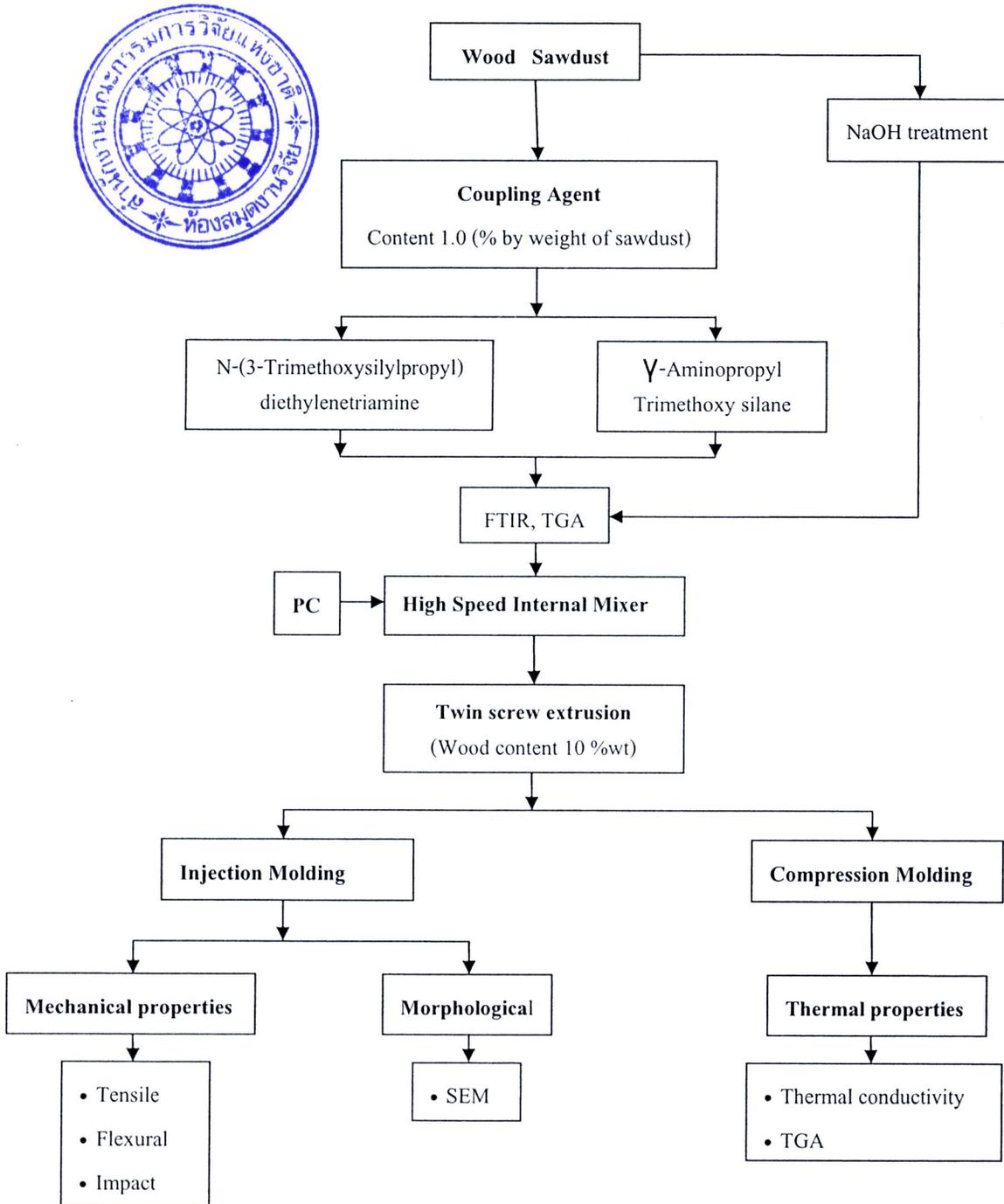
3.3.10 การวิเคราะห์ลักษณะ โครงสร้างสัณฐานวิทยา (Morphology)

ในการวิเคราะห์โครงสร้างสัณฐานวิทยาของพื้นผิวชิ้นงานที่แตกหัก จะทำการวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ซึ่งเป็นกล้องที่ใช้ส่องดูวัตถุขนาดเล็กมากๆ ให้เห็นใหญ่ขึ้นได้กว่าเดิมถึงสองแสนเท่า เทคนิคนี้อาศัยการโฟกัสลำอิเล็กตรอนกราดลงบนผิวชิ้นงาน อิเล็กตรอนที่ตกกระทบกับผิวชิ้นงานจะถูกถ่ายทอดผ่านระบบตรวจวัดและอิเล็กทรอนิกส์ปรากฏบนจอภาพ ในการเตรียมชิ้นงานนั้นจะใช้ชิ้นงานที่เกิดการแตกหักอย่างทันทีทันใด โดยอาจนำชิ้นงานทดสอบแช่ในโตรเจนเหลวจนกระทั่งชิ้นงานแข็งตัว หลังจากนั้นนำชิ้นทดสอบมาหักเพื่อนำผิวหน้าที่เกิดจากการหักชิ้นทดสอบมาติดกับ stub แล้วทำการเคลือบผิวหน้าด้วยทอง แล้วจึงส่องดูบริเวณพื้นผิวที่เกิดการแตกหัก ในการทดสอบ SEM นี้จะทำให้เราได้เห็นถึงลักษณะการแตกหักของชิ้นงาน การกระจายตัวของผงซีลีออยไม้อยู่ในเนื้อพอลิเมอร์เมทริกซ์ รวมถึงโครงสร้างเซลล์โฟมซึ่งอยู่ในการทดลองส่วนที่ 3 ผลที่ได้จะทำให้เราสามารถวิเคราะห์ประสิทธิภาพในการยึดติดกันระหว่างพื้นผิวระหว่างผงซีลีออยไม้อะและเนื้อพอลิเมอร์ และลักษณะโครงสร้างของเซลล์โฟมที่เกิดขึ้นได้

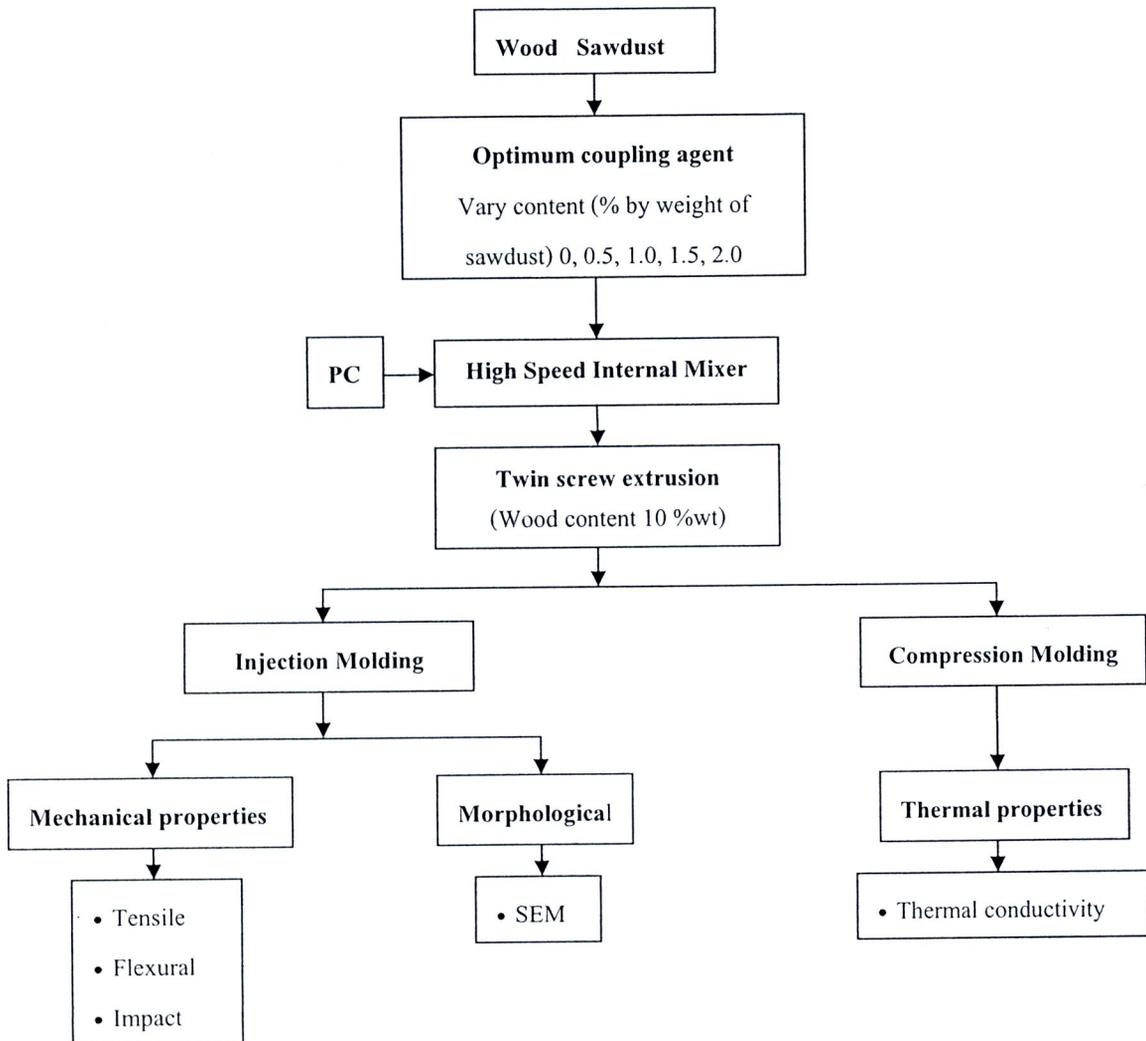


ภาพที่ 31 แสดงเครื่อง Scanning Electron Microscope ที่ใช้ในงานวิจัย

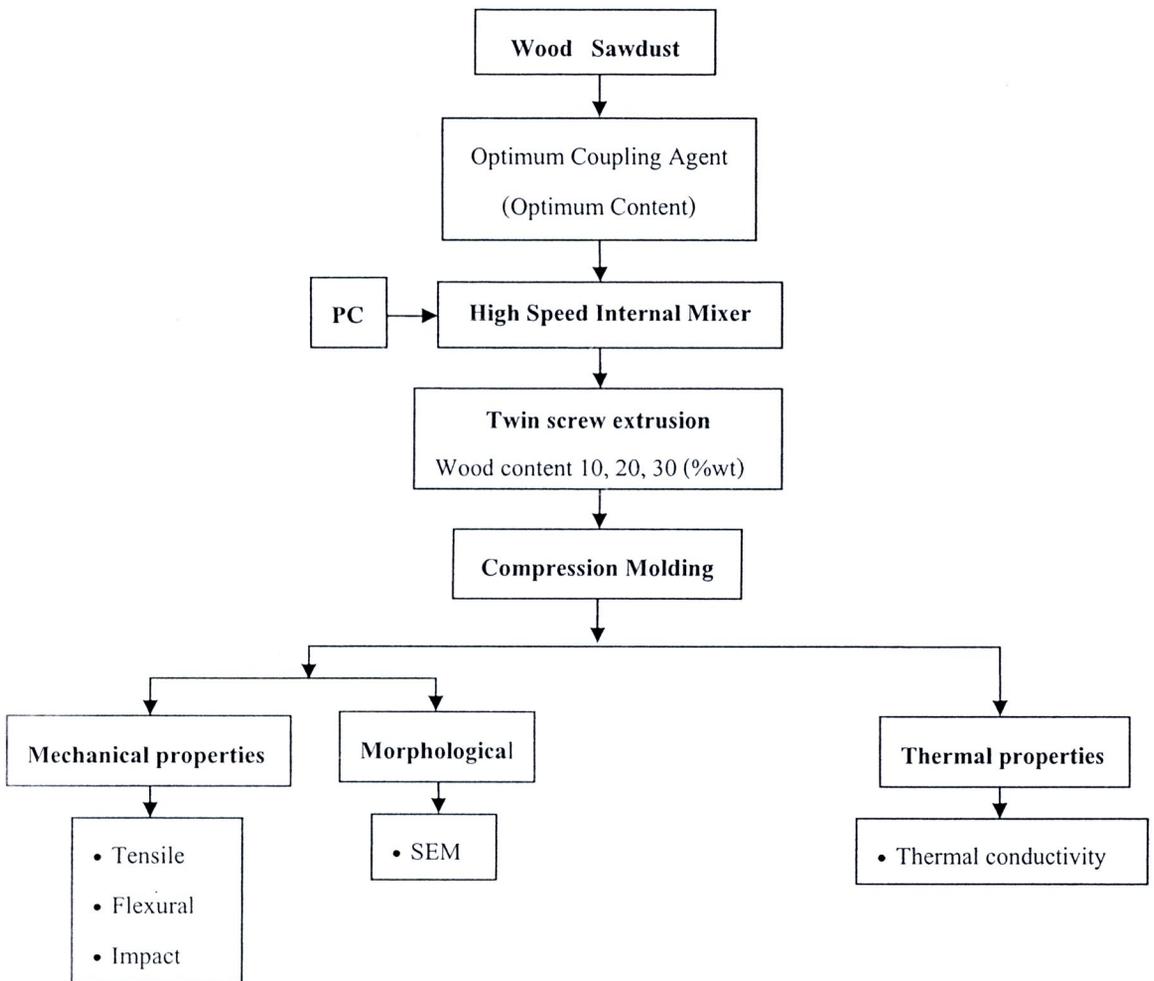
3.4 แผนภูมิการดำเนินงานวิจัยโดยย่อ



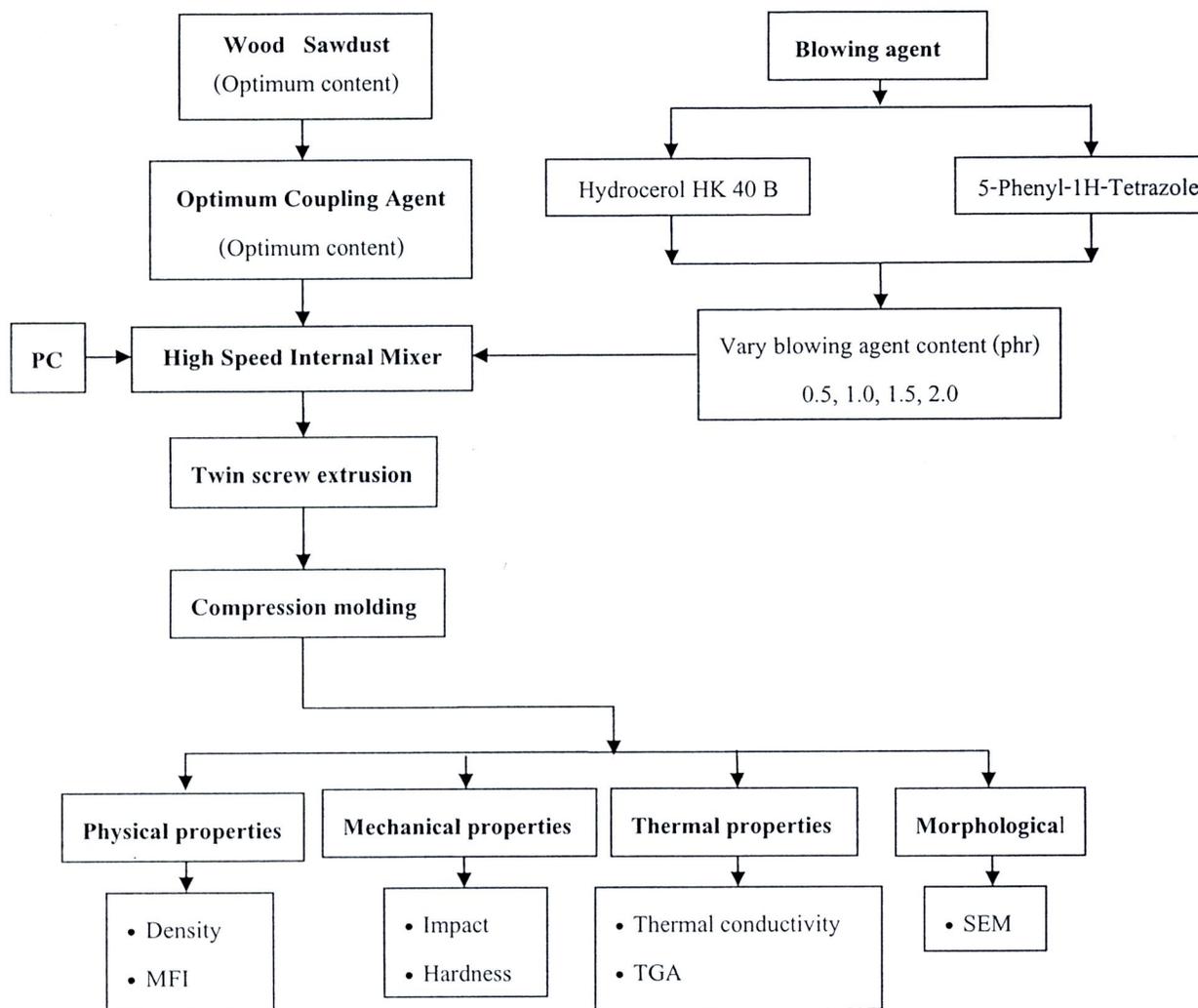
ภาพที่ 32 แผนผังแสดงการแนวทางและขั้นตอนการศึกษาผลของชนิดสารคู่ควบไพลีนที่มีต่อสมบัติต่างๆ ของคอม โพลีต



ภาพที่ 33 แผนผังแสดงการแนวทางและขั้นตอนการศึกษาผลของปริมาณสารคู่ควบไซเลนที่มีต่อสมบัติต่างๆ ของคอม โพลีต



ภาพที่ 34 แผนผังแสดงการแนวทางและขั้นตอนการศึกษาผลของปริมาณผงขี้เลื่อยไม้ต่อสมบัติต่างๆ ของคอมโพสิต



ภาพที่ 35 แผนผังแสดงการแนวทางและขั้นตอนการศึกษาของชนิดและปริมาณของสารทำให้เกิดฟองที่มีต่อสมบัติต่างๆ ของคอมโพสิต