บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

บทที่ 3 จะกล่าวถึงสารเคมีและเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย รวมถึงวิธีการเตรียมตัวอย่างและการทดสอบพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตระบบต่างๆ ที่ศึกษา

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 พอลิโพรพิลีน (Polypropylene, PP)

ในการศึกษานี้ใช้ PP (Mophen HP400K) ของบริษัท HMC Polymers ซึ่งมีค่าอัตราการไหล (melt flow rate) เท่ากับ 4 กรัมต่อ 10 นาที และความหนาแน่นเท่ากับ 0.90 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

3.1.2 พอลิเอทธิลีนความหนาแน่นสูง (High density polyethylene, HDPE)

ใช้พอลิเมอร์ HDPE ชื่อการค้า POLENE เกรด V1160 ของบริษัท IRPC โดยมีค่าอัตราการไหลเท่ากับ 15 กรัมต่อ 10 นาที

3.1.3 Polypropylene-graft-maleic anhydride (PP-g-MA)

PP-g-MA (Fusabond MZ-109D) ซึ่งใช้เป็นสารเสริมสภาพเข้ากันได้ สั่งซื้อจากบริษัท Chemical Innovation และมีค่าอัตราการไหลเท่ากับ 120 กรัมต่อ 10 นาที และมีอุณหภูมิการหลอมเหลวเท่ากับ 162 $^{\circ}$C

3.1.4 Polyethylene-graft-maleic anhydride (PE-g-MA)

PE-g-MA (Fusabond E MB100D) ซึ่งใช้เป็นสารเสริมสภาพเข้ากันได้ สั่งซื้อจากบริษัท Chemical Innovation โดยมีค่าค่าอัตราการไหลเท่ากับ 2 กรัมต่อ 10 นาที

3.1.5 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO)

ZnO ใช้ในการวิจัยสั่งซื้อจากบริษัท S.R.LAB ซึ่ง ZnO ที่ใช้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 250 nm และในขณะที่ ZnOที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 71 nm สั่งซื้อจากบริษัท Aldrich โดย ZnO มีลักษณะเป็นผงสีขาว

3.1.6 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide, TiO_2)

TiO_2 ซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 47.5 nm ใช้ในการเตรียม HDPE/TiO_2 นาโนคอมโพสิต และ TiO_2 ซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 42.3 nm ใช้ในการเตรียม PP/TiO_2 นาโนคอมโพสิต สั่งซื้อจากบริษัท Aldrich และ TiO_2 ซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 130 nm สั่งซื้อจากบริษัท S.R.LAB ใช้ในการเตรียม HDPE/TiO_2 และ PP/TiO_2 นาโนคอมโพสิต โดยมีลักษณะเป็นผงสีขาว

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ (Twin screw extruder)

เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ใช้ในการผสมนาโนคอมโพสิตของ HDPE/TiO_2, PP/ZnO และ PP/TiO_2 ทั้งในระบบที่มีและไม่มีสารเสริมสภาพเข้ากันได้ด้วยเทคนิคการหลอมผสมโดยใช้เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ สามารถควบคุมอุณหภูมิและความเร็วรอบของสกรูได้ ตัวเครื่องประกอบด้วยสกรูสองตัวทำให้สามารถควบคุมการผสมพอลิเมอร์คอมโพสิตให้เข้ากันได้ดีขึ้น เนื่องจากการกระจายตัวของส่วนประกอบ มีการให้ความร้อนของเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่และกำหนดตามความยาวของสกรูโดยตัวให้ความร้อนไฟฟ้าในแต่ละโซน

3.2.2 เครื่องขึ้นรูปแบบอัด (Compression molding machine)

เครื่องขึ้นรูปแบบอัดใช้ในการขึ้นรูปชิ้นงานของ HDPE/TiO_2, PP/ZnO และ PP/TiO_2 นาโนคอมโพสิต ทั้งในระบบที่มีและไม่มีสารเสริมสภาพเข้ากันได้โดยการใช้การอัดที่ความดันสูงและมีการควบคุมอุณหภูมิที่เหมาะสมตามพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตแต่ละชนิด

3.2.3 เครื่องทดสอบอเนกประสงค์ (Universal testing machine)

การทดสอบชิ้นงานด้วยเครื่องทดสอบอเนกประสงค์ (LLOYD Instruments; LR 50K) นำชิ้นงานมาจับยึดด้วยหัวจับบนและหัวจับล่าง หัวจับบนติดตั้งไว้ที่ Crosshead ซึ่งสามารถเคลื่อนที่ขึ้น-ลงได้ด้วยกลไกการขับเคลื่อนภายในของเครื่องทดสอบ หัวจับล่างยึดติดตายตัวไว้ที่แท่นเครื่องด้านล่าง ในขณะที่ทำการทดสอบ ตัวอย่างทดสอบจะถูกดึงให้ยืดออกด้วยความเร็วทดสอบที่กำหนดไว้ กล่าวคือ วัสดุที่มีความแข็งมากๆหรือใช้แรงดึงสูงๆจะใช้แรงดึงที่ช้า ส่วนวัสดุที่มีความแข็งปานกลางถึงนิ่มจะใช้ความเร็วทดสอบเพิ่มขึ้นตามลำดับ ทำการดึงชิ้นทดสอบจนกระทั่งชิ้นทดสอบขาดออกจากกัน ในขณะเดียว กันกลไกในการวัดค่าการเปลี่ยนแปลงของชิ้นงานในขณะที่ยืดตัวออกก็จะทำการแสดงผลและบันทึกค่าต่างๆ เอาไว้

3.2.4 เครื่อง Pendulum impact tester

หลักการทำงานของเครื่อง Pendulum impact tester (Zwick/material testing August-Nagelstr.11.D-89079 Ulm Pendulum impact tester) มีดังนี้ คือ เมื่อปล่อยตุ้มน้ำหนักที่ทราบค่าที่แน่นอนให้เคลื่อนที่จาก ณ ความสูงที่กำหนด (ความสูงเริ่มต้น) มากระแทกชิ้นงานตัวอย่าง ณ จุดที่ต่ำที่สุดของการเหวี่ยง ในแนวเส้นโค้งครึ่งวงกลม หลังจากที่ตุ้มน้ำหนักกระแทกแล้วจะทำให้วัสดุเกิดการแตกหัก จากนั้นตุ้มน้ำหนักจะสามารถเคลื่อนที่ต่อไปได้ ซึ่งระยะความสูงที่ตุ้มน้ำหนักเคลื่อนที่ไปนั้นจะถูกนำไปคำนวณหาค่าความต้านทานต่อแรงกระแทก

3.2.5 เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA)

ใช้ในการวิเคราะห์สารโดยวัดการเปลี่ยนแปลงมวลสารเมื่อได้รับพลังงานความร้อน โดยในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (Perkin - Elmer ; TGA 7) ช่วงอุณหภูมิที่ใช้วัดคืออุณหภูมิห้อง จนถึง 600 °C และใช้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 10 °C/นาที ภายใต้สภาวะแก๊สไนโตรเจน

3.2.6 เครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM)

การใช้ SEM ทำโดยการใช้แสงละเอียดของอิเล็กตรอนกวาดผ่านพื้นผิวตัวอย่าง เมื่อแสงอิเล็กตรอนสัมผัสกับพื้นผิวของตัวอย่างจะทำให้เกิดความแตกต่างของความหนาแน่นของอิเล็กตรอนเป็นผลทำให้อิเล็กตรอนเกิดการกระเจิงและคายโฟตอน ซึ่งจะมีการตรวจจับอิเล็กตรอนเหล่านี้ การแก้ไขและปรับความสว่างของแสงที่สองที่กวาดผ่านพร้อมกันในท่อคาโธด (cathode ray tube (CRT)) สัญญาณที่รวบรวมได้ขนาดใหญ่จะทำให้เกิดเป็นจุดสว่างบนท่อคาโธด ในขณะที่สัญญาณขนาดเล็กจะทำให้เกิดจุดทึบ เนื่องจากเทคนิคนี้ต้องใช้ตัวอย่างที่เหนี่ยวนำอิเล็กตรอนได้ดี ดังนั้นจะเคลือบตัวอย่างด้วยโลหะ ซึ่งงานนี้ใช้ทองเป็นตัวเคลือบ ตัวอย่างที่เคลือบทองจะเก็บไว้ในที่แห้งก่อนนำไปทดลอง SEM และต้องพิจารณาเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมด้วยเนื่องจากถ้าพลังงานสูงเกินไปอาจทำให้ตัวอย่างไหม้ได้

3.3 วิธีการเตรียมตัวอย่าง

3.3.1 การเตรียมนาโนคอมโพสิตระหว่าง HDPE และ TiO_2

ก่อนทำการผสมนำเม็ดพลาสติก HDPE และ TiO_2 ไปอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเก็บไว้ในโถดูดความชื้น จากนั้นนำ HDPE และ TiO_2 ที่อบแล้วมาผสมโดยใช้เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ผสมกันในอัตราส่วนต่างๆ กัน ในการผสมจะใช้สภาวะของการผสมเดียวกันในเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่คือ อุณหภูมิจะอยู่ระหว่าง 135-170 °C และความเร็วของสกรู 50 รอบ

ต่อนาที ผสมโดยการเปลี่ยนแปลงขนาดอนุภาค TiO_2 คือ 47.5 nm และ 130 nm ในอัตราส่วนความเข้มข้นของ TiO_2 เท่ากับ 0, 0.5, 1.0, 2.0 และ 4.0% โดยน้ำหนัก ตามลำดับ หลังจากนั้นเก็บตัวอย่างแต่ละตัวใส่ถุงพลาสติก จะได้พอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตที่ความเข้มข้นต่างๆ

จากนำพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตที่ได้นำมาอบที่อุณหภูมิ 110 °C ระยะเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นเก็บตัวอย่างไว้ในโถดูดความชื้นและนำมาขึ้นรูปด้วยเครื่องขึ้นรูปแบบอัดที่อุณหภูมิ 165 °C ชิ้นงานที่ขึ้นรูปแล้วจะนำไปทดสอบสมบัติด้านต่างๆ

3.3.2 การเตรียมนาโนคอมโพสิตระหว่าง PP และ ZnO เพื่อศึกษาผลของสภาวะการผสม

นำเม็ดพอลิเมอร์ PP และผง TiO_2 ไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นเก็บไว้ในโถดูดความชื้นเพื่อป้องกันความชื้น ก่อนทำการผสมด้วยวิธีการผสมแบบหลอมด้วยความร้อนโดยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ โดยเตรียม PP/TiO_2 นาโนคอมโพสิตที่ความเข้มข้นของ TiO_2 เท่ากับ 0%, 0.5%, 1.0%, 2.0%, 4.0% โดยน้ำหนัก สภาวะการผสมโดยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่อุณหภูมิในการผสมอยู่ ระหว่าง 160-220 °C และศึกษาสภาวะการผสม 2 แบบ คือ ความเร็วของสกรูและจำนวนรอบของการผสม โดยมีการเตรียมตัวอย่างพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตที่สภาวะการผสมแต่างๆ ดังนี้ ความเร็วของสกรูเท่ากับ 50 และ 100 รอบต่อนาที และจำนวนรอบของการผสมจำนวน 1 รอบทำโดยการผสม PP และ TiO_2 ที่ผ่านเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่เพียงครั้งเดียว ที่ความเร็วของสกรูเท่ากับ 50 รอบต่อนาที แต่เมื่อจำนวนรอบของการผสม 2 รอบ ตัวอย่างพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตจะผ่านเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ 2 ครั้ง ที่ความเร็วของสกรูเท่ากับ 50 รอบต่อนาที ตัวอย่างพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตที่ออกมาจะตัดเป็นเม็ด หลังจากผสมจะทำการอบพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ก่อนนำไปขึ้นรูปด้วยเครื่องขึ้นรูปแบบอัดที่อุณหภูมิ 190 °C เป็นเวลา 20 นาที เป็นชิ้นงานรูปดัมเบลล์และแท่งสำหรับการทดสอบแรงดึงและการทดสอบแรงกระแทก

3.3.3 การเตรียมนาโนคอมโพสิตระหว่าง HDPE และ TiO_2 ขนาดอนุภาค 47.5 nm โดยมีการผสมสารเสริมสภาพเข้ากันได้ PE-g-MA

ก่อนทำการผสมนำเม็ดพลาสติก HDPE, สารเสริมสภาพเข้ากันได้ PE-g-MA และ TiO_2 ไปอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเก็บไว้ในโถดูดความชื้น จากนั้นนำ HDPE, PE-g-MA และ TiO_2 ที่อบแล้วมาผสมโดยใช้เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ผสมกันในอัตราส่วนต่างๆ กัน ในการผสมจะใช้สภาวะของการผสมเดียวกันในเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่คือ อุณหภูมิอยู่ระหว่าง 135-170 °C และความเร็วของสกรู 50 รอบต่อนาที จากนำพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตที่ได้นำมาอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นเก็บตัวอย่างไว้ในโถดูดความชื้นและนำมาขึ้นรูปด้วยเครื่องขึ้นรูปแบบอัดที่อุณหภูมิ 154 °C ชิ้นงานที่ขึ้นรูปแล้วจะนำไปทดสอบสมบัติด้านต่างๆ

3.3.4 การเตรียมนาโนคอมโพสิตระหว่าง PP และ ZnO ขนาดอนุภาค 71 nm โดยมีการผสมสารเสริมสภาพเข้ากันได้ PP-g-MA

อบเม็ด PP, PP-g-MA และ ZnO ที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ก่อนทำการผสมด้วยวิธีการผสมแบบหลอมด้วยความร้อนโดยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ ซึ่งจะเตรียม PP/ZnO นาโนคอมโพสิตที่ความเข้มข้นของ ZnO เท่ากับ 0.5, 1.0, 2.0 และ 4.0% โดยน้ำหนัก ที่มีและไม่มี PP-g-MA โดยใช้ความเข้มข้นของ PP-g-MA ที่ 1.0, 3.0, 5.0% โดยน้ำหนัก สภาวะการผสมโดยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ช้ช่วงอุณหภูมิ 160-210 °C และความเร็วของสกรู 50 รอบต่อนาที ตัวอย่างพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตที่ออกมาจะตัดเป็นเม็ด หลังจากผสมจะทำการอบพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ก่อนนำไปขึ้นรูปด้วยเครื่องขึ้นรูปแบบอัด ที่อุณหภูมิ 190 °C เป็นชิ้นงานรูปชิ้นงานรูปดัมเบลล์และแท่งสำหรับการทดสอบแรงดึงและการทดสอบแรงกระแทก

3.4 การทดสอบ

3.4.1 การทดสอบแรงดึง

การทดสอบแรงดึง ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 638 โดยใช้เครื่องทดสอบอเนกประสงค์ (LR 50k, Lloyd) การทดสอบใช้ความเร็วในการดึง 50.8 มิลลิเมตรต่อนาที สำหรับ HDPE/TiO_2 และ PP/ZnO นาโนคอมโพสิต ในขณะที่ PP/TiO_2 นาโนคอมโพสิต ทดสอบใช้ความเร็วในการดึง 50 มิลลิเมตรต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง การทดลองจะทำการทดสอบตัวอย่าง 5 ชิ้นแล้วนำค่ามาเฉลี่ยกัน

3.4.2 การทดสอบแรงกระแทก

การทดสอบแรงกระแทกเป็นไปตามมาตรฐาน ASTM D 6110-06 โดยใช้เครื่อง Charpy impact test และค่าที่ได้จะเป็นค่าเฉลี่ยของการทดสอบทั้งหมด 5 ตัวอย่าง

3.4.3 การศึกษารูปแบบโครงสร้าง (Morphology)

ในงานวิจัยนี้จะใช้ SEM จะศึกษารูปแบบโครงสร้างของนาโนคอมโพสิตและการกระจายตัวของอนุภาคโลหะออกไซด์ในเนื้อของพอลิเมอร์และรูปแบบโครงสร้างของพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตแต่ละชนิด ตัวอย่างจากการทดสอบการทนต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์และนาโนคอมโพสิตสำหรับวัด SEM จะเคลือบด้วยทองและเก็บไว้ในที่แห้งก่อนที่จะทำการทดลอง

3.4.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อน

ในงานวิจัยนี้จะใช้เครื่อง TGA เพื่อศึกษาสมบัติทางความร้อน เพื่อศึกษาการทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์และพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิต