บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี

ตารางที่ 3.1 แสดงรายการสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มพอลิเอธิลีนและฟิล์มพอลิเอธิลีนนาโนคอมโพสิท

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการดำเนินงานวิจัย

สารเคมี	ผู้ผลิต	ลักษณะเฉพาะ
พอลิเอธิลีน ชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น (LLDPE)	DOWLEX	1210G
พอลิเอธิลีน ชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE)	SCG Co.Ltd.	LD1905F
สารประกอบเปอร์ออกไซด์ (Dicumyl peroxide)	Arkema Inc.	เกรดสำหรับใช้กับงานด้านอาหาร (Food grade) [ชื่อการค้า : Luperox DI]
สารเติมแต่งนาโน (Cloisites)	SOUTHERN CLAY PRODUCTS, INC.	Cloisite ชนิดต่างๆ 30B,15A, 20A, 25A
มาเลอิคแอนไฮไดรด์	Fluka Co.Ltd.	AR grade
สารต้านทานการเสื่อมภาพทางความร้อนหรือแอนติออกซิแดนซ์	Ciba Specialty (Thailand) Co.Ltd.	Tinnuvin P, Irgafos 168

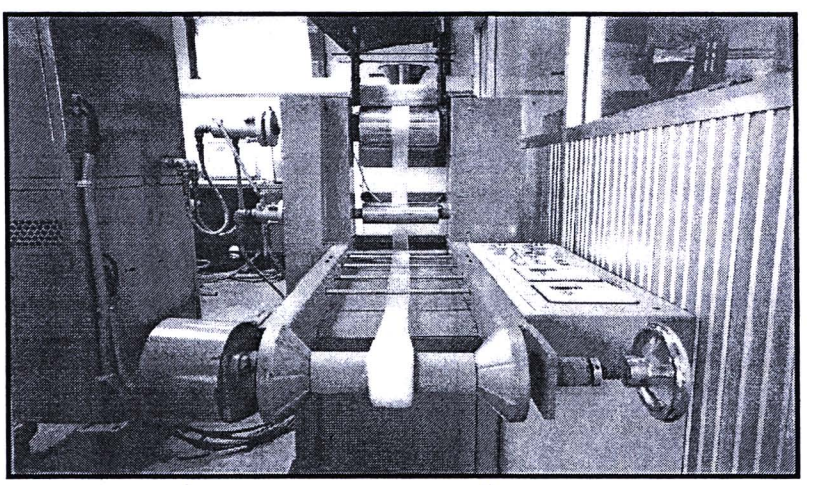
3.2 การผสมพอลิเมอร์กับสารเติมแต่งต่างๆ และการขึ้นรูปฟิล์ม

1. ผสมเม็ดพลาสติกพอลิเอธิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น (LLDPE) และพอลิเอธิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (อัตราส่วนร้อยละ 75/25 โดยน้ำหนัก) เข้ากับสารเคมีต่างๆ ตามสูตรที่ระบุไว้ในตารางที่ 3.2 ด้วยเครื่องปั่นผสมความเร็วสูง (High speed mixer)

ตารางที่ 3.2 สูตรการผสมพอลิเมอร์และสารเคมีต่างๆ สำหรับผลิตฟิล์มนาโนคอมโพสิท

ชนิดของสารเคมี	สัดส่วนโดยน้ำหนัก (เทียบกับพอลิเมอร์ 100 ส่วน)
LLDPE/LDPE (75/25 % w/w)	100
Cloisite	0, 3, 5

2. นำของผสมดังกล่าวมาขึ้นรูปเป็นฟิล์มด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ (Twin screw extruder) (Haake Polylab Rheomex รุ่น CTW 100P) ที่ความเร็วรอบต่างๆ (80 100 และ 120 รอบต่อนาที) โดยใช้ช่วงอุณหภูมิในการขึ้นรูปฟิล์ม ดังนี้
    - อุณหภูมิของห้องหลอมเหลวในช่วงป้อนเม็ดพลาสติก (Feed zone) เท่ากับ 170 องศาเซลเซียส
    - อุณหภูมิของห้องหลอมเหลวในช่วงอัด (Compression zone) เท่ากับ 180 องศาเซลเซียส
    - อุณหภูมิของห้องหลอมเหลวในช่วงหลอมเหลว (Metering zone) เท่ากับ 190 องศาเซลเซียส
    - อุณหภูมิของห้องหลอมเหลวในช่วงหัวขึ้นรูป (Die zone) เท่ากับ 200 องศาเซลเซียส
3. พอลิเมอร์หลอมที่ไหลออกจากหัว Die จะผ่านลูกกลิ้งหล่อเย็น และถูกม้วนเก็บโดยชุดม้วนเก็บฟิล์ม (รูปที่ 3.1)
4. ม้วนฟิล์มเอธิลีนออคทีนโคพอลิเมอร์ ที่ได้จะนำไปทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติด้านการขวางกั้นแก๊สออกซิเจนและไอน้ำ และปริมาณการย้ายที่ (migrate) ของสารเคมีในฟิล์มบรรจุอาหารลงสู่อาหารชนิดต่างๆ



รูปที่ 3.1 กระบวนการผสมและขึ้นรูปฟิล์มแบบอัดรีด

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
ห้องสมุดงานวิจัย

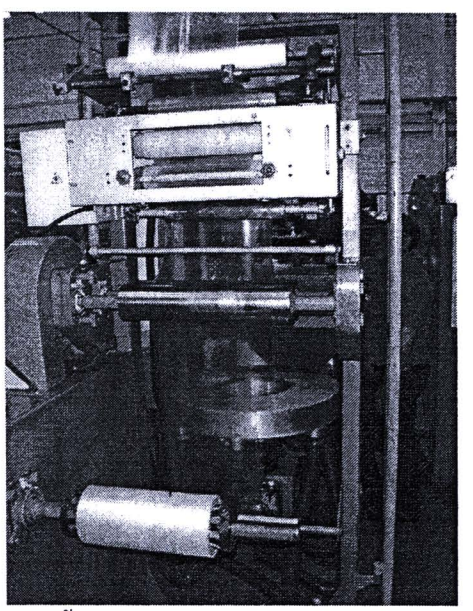
3.3 การเป่าขึ้นรูปฟิล์ม

เตรียม masterbatch ที่ประกอบด้วยพอลิเอธิลีนคอมปาวด์ (LLDPE/LDPE) ผสมกับสาร Cloisite20A (ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก) โดยใช้เครื่องผสมแบบอัดรีด (twin screw extruder) ที่สภาวะอุณหภูมิใน barrel จาก feed zone ไปยัง die zone เท่ากับ 160, 170, 180, และ 190 องศาเซลเซียส ตามลำดับ และใช้ความเร็วรอบในการหมุนของสกรูเท่ากับ 100 rpm

จากนั้นนำ masterbatch ที่ได้ไปทำการเจือจางอีกครั้ง โดยการผสมเข้ากับเม็ดพลาสติกพอลิเอธิลีน (LLDPE/LDPE) เพื่อให้ได้สัดส่วนสารนาโนเคลย์สุดท้ายเท่ากับร้อยละ 3 ส่วนเมื่อเทียบกับพอลิเมอร์ทั้งหมด 100 ส่วน โดยใช้เครื่องผสมแบบอัดรีดที่สภาวะเดิม และจาก extrudate ที่ได้ เมื่อเย็นตัวลงในอ่างน้ำ จะทำการตัดเม็ด อบแห้ง และเก็บไว้ จากนั้น นำเม็ดพอลิเอธิลีนนาโนคอมโพสิท ไปทำการขึ้นรูปโดยกระบวนการ การอัดรีด blown film process โดยใช้เครื่อง Shang-Sui 1000 P (ดังรูปที่ 3.2) ที่สภาวะแสดงดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงสภาวะอุณหภูมิที่ใช้ในการขึ้นรูป

Dry zone	Zone 1	Zone 2	Feed zone
190 องศาเซลเซียส	180 องศาเซลเซียส	180 องศาเซลเซียส	170 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.2 การทดลองเป่าขึ้นรูปฟิล์มโดยกระบวนการการอัดรีดเป่าฟิล์มในโรงงาน

3.4 การทดสอบสมบัติเชิงกล

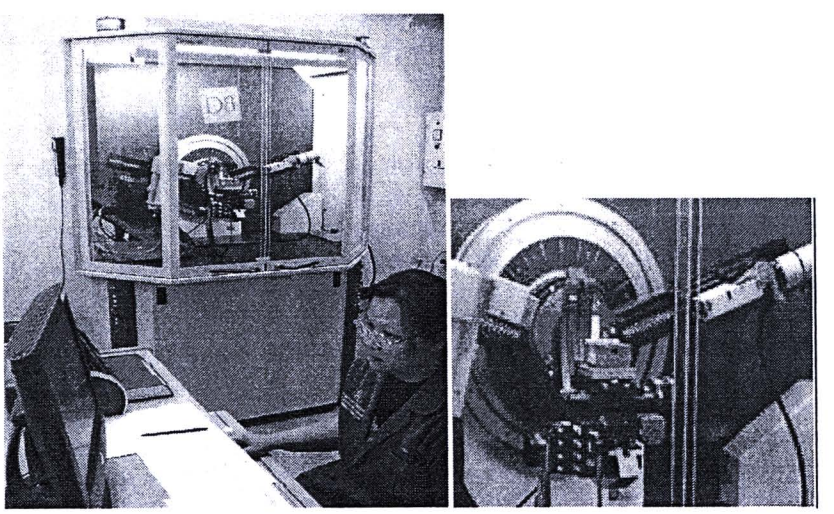
ตัดแผ่นฟิล์มนาโนคอมโพสิทชนิดต่างๆ ที่ได้จากการขึ้นรูปให้มีขนาด 25 x 75 มิลลิเมตร ตามมาตรฐาน ASTM -D 882-95a จากนั้นนำมาทดสอบสมบัติเชิงกล โดยทำการดึงด้วยเครื่อง Universal testing machine โดยใช้ความเร็วในการดึง 100 มิลลิเมตรต่อนาที และนำค่าที่ได้ไปคำนวณหาค่าการทนต่อแรงดึง ค่าการยืดตัว และค่ามอดูลัส

3.5 การทดสอบสมบัติด้านความร้อน

นำตัวอย่างฟิล์มนาโนคอมโพสิทชนิดต่างๆ มาทดสอบสมบัติทางความร้อน ด้วยเครื่อง Differential scanning calorimeter (DSC) [NETZSCH รุ่น DSC 200 F3 และ Mettler Toledo รุ่น DSC1] ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ที่อัตราการไหลของไนโตรเจน 20.0 ml/min (ในช่วง Heat up) และ 50.0 ml/min (ในช่วง cool down) อุณหภูมิในการทดสอบ คือ -40 ถึง 300 องศาเซลเซียส และอัตราการให้ความร้อน คือ 20 °C/min

3.6 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

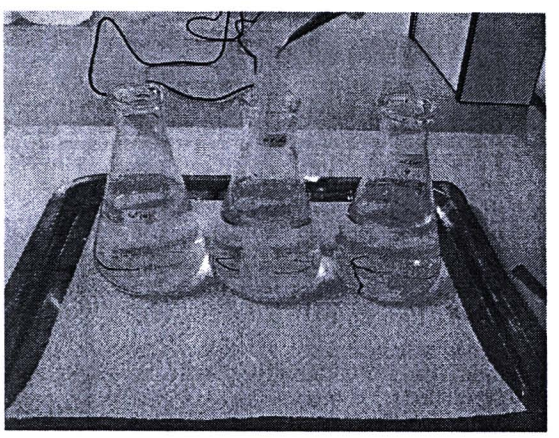
ทำการตรวจสอบโครงสร้างการกระจายตัวของนาโนเคลย์ในพอลิเมอร์เมทริกซ์ โดยใช้เทคนิค X-ray diffraction (XRD) [D8 Discover diffractometer จาก Bruker (Madison, WI) Axis] (**รูปที่** 2.4) โดยใช้รังสีเอกซ์แบบ Cu K_α radiation ที่ความยาวคลื่น 1.541 Å ทำการเก็บข้อมูลในช่วงระหว่าง 2 ถึง 60 ° โดยเพิ่มขึ้นทีละ 0.02° โดยใช้ X-ray generator.



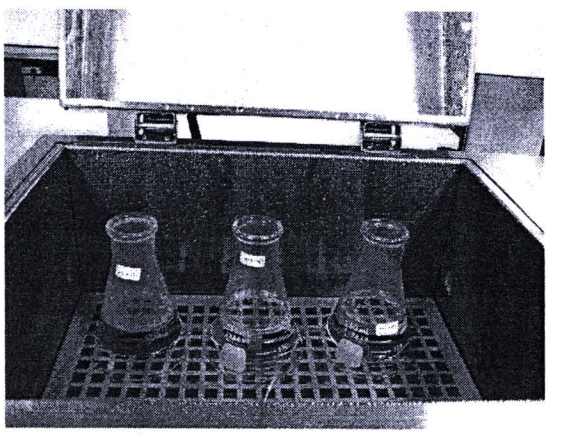
รูปที่ **3.3** เครื่อง X-ray diffractometer

3.7 การทดสอบด้านการย้ายที่ของสารเคมีลงสู่อาหาร

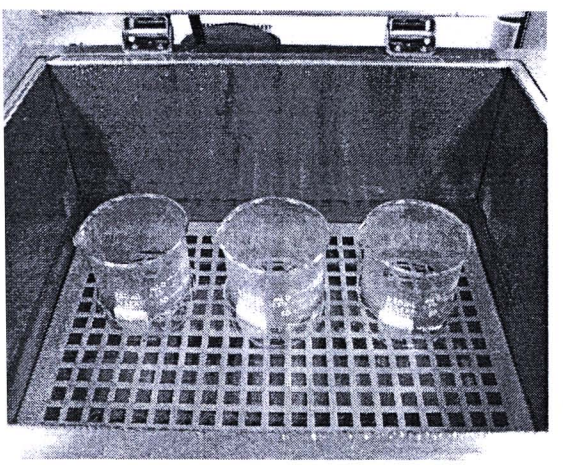
ตัดฟิล์ม LLDPE นาโนคอมโพสิท เป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า จากนั้นนำไปวางไว้ในภาชนะที่บรรจุ food simulant ชนิดต่างๆ แล้วตั้งทิ้งไว้ใน thermostat control chamber ที่อุณหภูมิ 60 ± 0.5 °C เป็นเวลา 30 นาที (ยกเว้นในกรณีที่ใช้ n-heptane เป็น food simulant จะใช้สภาวะ 25 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที) จากนั้นนำฟิล์มตัวอย่างแยกออกไป และนำ simulant ที่ได้ไปทำการระเหยสารออก โดยใช้ rotary evaporator จากนั้นนำสารตกค้างที่เหลืออยู่ในภาชนะไปทำการอบที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ก่อนนำไปเก็บไว้ใน desiccators เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และทำการชั่งน้ำหนัก โดยรายงานผลเป็นน้ำหนักเทียบกับพื้นที่ผิวของฟิล์ม ซึ่งการทดลองขั้นต่างๆแสดงดังรูปที่ 3.4



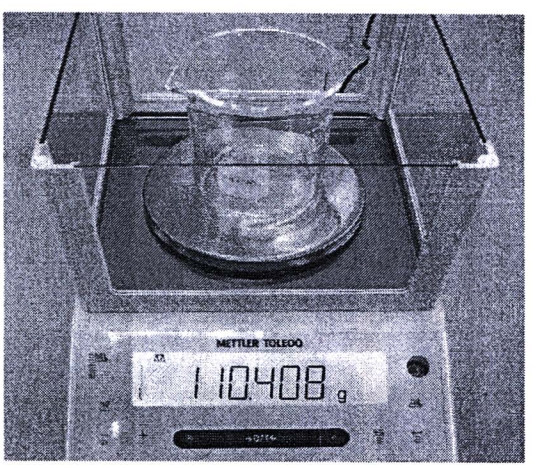
ฟิล์มพอลิเอธิลีนในสาร simulants ต่างๆ



ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 ± 0.5 °C เป็นเวลา 30 นาที



นำสารละลายที่เหลือไประเหยแห้ง



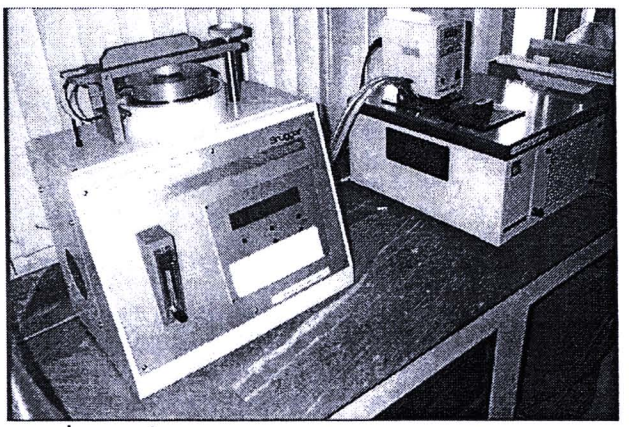
อบแห้งและปล่อยให้เย็น ชั่งน้ำหนักสารที่เหลือ

รูปที่ 3.4 การทดลอง migration test

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

3.8 การทดสอบด้านการทนต่อการซึมผ่านของออกซิเจน

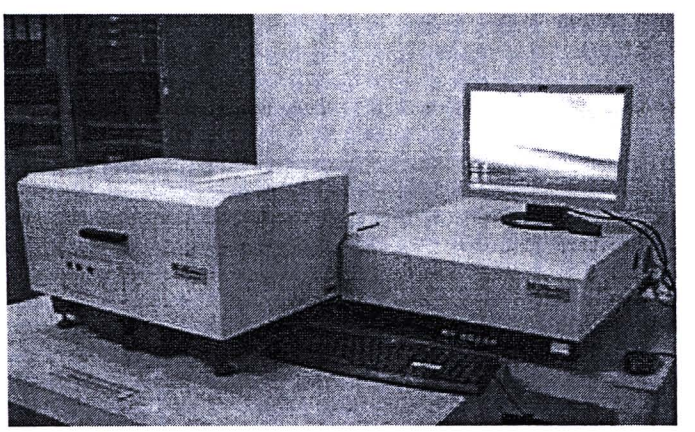
ทดสอบโดยอิงมาตรฐาน ASTM D3985-06 โดยใช้วิธี coulometric ด้วยเครื่อง Oxtran equipment (รูปที่ 3.5) ที่อุณหภูมิ 23 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 0% โดยใช้ ความดัน 1 บรรยากาศ (atm) โดยใช้แก๊สออกซิเจนที่มีความบริสุทธิ์สูง



รูปที่ 3.5 เครื่องทดสอบการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน

3.9 การทดสอบสมบัติด้านการส่องผ่านแสง

นำฟิลม์พอลิเมอร์ชนิดต่างๆ ที่ได้จากการขึ้นรูปไปทำการทดสอบหาค่าการส่องผ่านแสง (light transmittance) โดยใช้เครื่อง UV-Visible spectrophotometer [Shimadzu-3100] (รูปที่ 3.6) โดยใช้ความยาวคลื่นในช่วง 190 – 2100 นาโนเมตร จากนั้นนำค่าการส่องผ่านแสงในช่วงตามองเห็น (400-800 nm) ไปคำนวณหาค่าเฉลี่ยร้อยละของการส่องผ่านแสง



รูปที่ 3.6 เครื่อง UV-visible spectrometer