

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงาน

การเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแลคติกแอซิดและพอลิবিวิธินซักซิเนตในโครงการวิจัยนี้ เพื่อประยุกต์ใช้ในกระบวนการฉีดขึ้นรูป ทำการเตรียมพอลิเมอร์ผสมด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ จากนั้นทดสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสม ซึ่งมีขั้นตอนการดำเนินงาน ดังนี้

3.1 แผนการดำเนินงาน

3.1.1 ศึกษาค้นคว้าข้อมูลและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

3.1.2 รวบรวมข้อมูลและวางแผนการดำเนินงาน

3.1.3 จัดหาวัตถุดิบและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.1.4 หาอัตราส่วนและสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแลคติกแอซิดและพอลิবিวิธินซักซิเนต

3.1.6 ทดสอบสมบัติต่างๆ ได้แก่

1. สมบัติทางกายภาพ ได้แก่ การไหลของพอลิเมอร์ ด้วยเครื่องทดสอบค่าดัชนีการไหลพอลิเมอร์ (Melt Flow Index)

2. สมบัติทางความร้อน ได้แก่ การวิเคราะห์หาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry)

3. สมบัติเชิงกล

- การทดสอบการทนต่อแรงดึง ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine

- การทนต่อแรงกระแทก ด้วยเครื่อง Impact Pendulum Tester

3.1.7 ทำการขึ้นรูปบรรจุภัณฑ์เครื่องสำอางจากพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแลคติกแอซิดและพอลิবিวิธินซักซิเนต

3.1.8 ทดสอบสมบัติตามมาตรฐานอุตสาหกรรม (ข้อมูลจากบริษัท) เช่น

- การบ่งอบบริเวณรอยต่อของตัวยึดเครื่องสำอาง

- การพิมพ์ติดสปีบริเวณผิวของชิ้นงาน

3.1.9 รวบรวมข้อมูลการทดสอบทางกายภาพ ทางเชิงกล และสมบัติอื่นๆ จากนั้นทำการวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.1.10 สรุปผลการทดลองและจัดทำรูปเล่มรายงาน

3.2 วัตถุดิบและเครื่องมือ

3.2.1 วัตถุดิบ

- 1) เม็ดพลาสติก PLA เกรด 3052D บริษัท Nature work
- 2) เม็ด PBS เกรด 1020MD บริษัท Showa High Polymer Co, Ltd (Bionolle®) Ire

Chemical (EnPol)

3.2.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

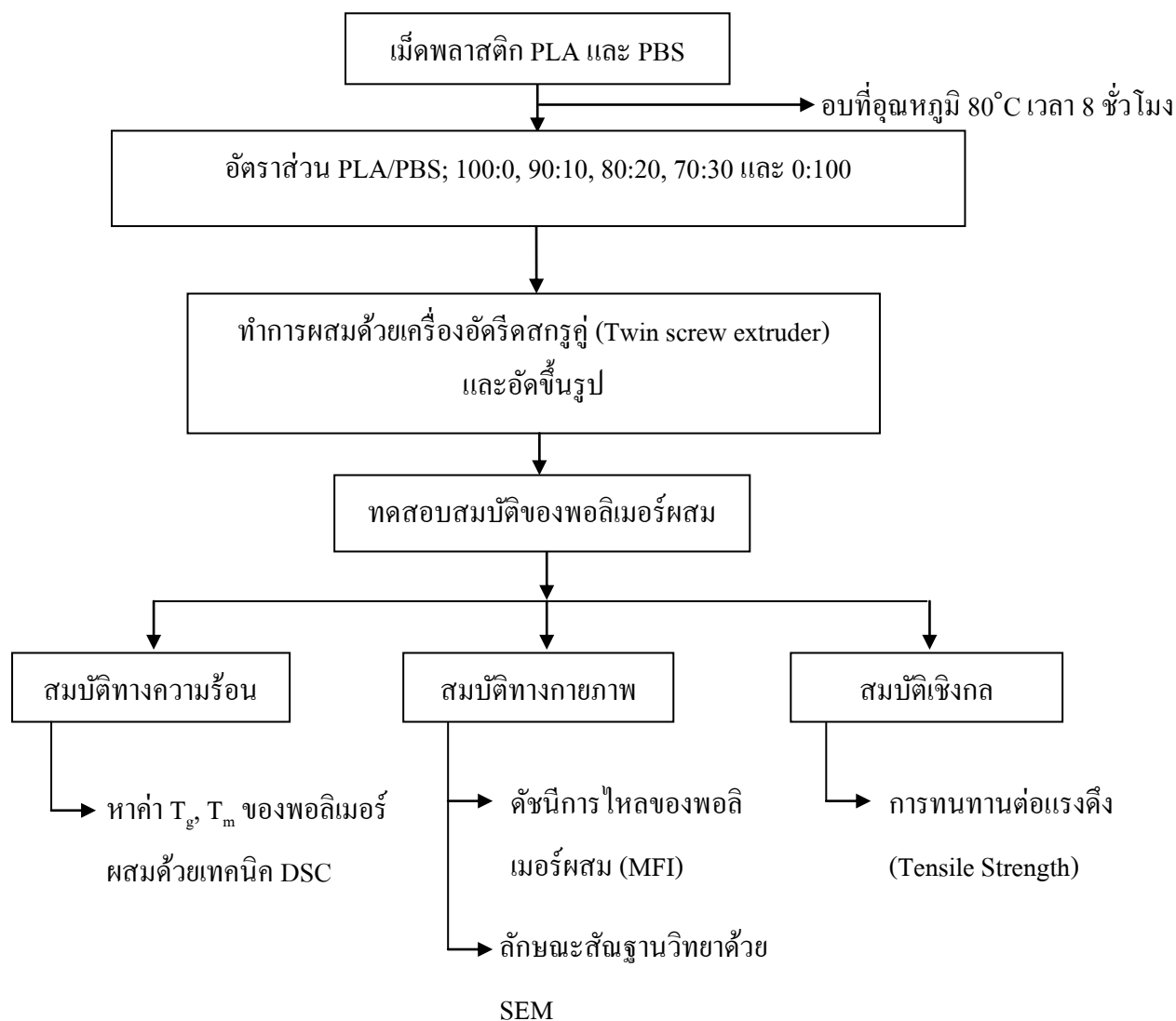
- 1) เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ รุ่น CTE-D16L512 จากบริษัท เจริญทัศน์ จำกัด
- 2) เครื่องตัดเม็ดพลาสติก
- 3) ตู้อบเม็ดพลาสติก (ชื่อทางการค้า approval Machine รุ่น ML-HD 100)
- 4) เครื่องอัดขึ้นรูป บริษัท Lab Tech Engineering

3.2.3 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ

- 1) เครื่องทดสอบทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry; DSC) ยี่ห้อ NETZSCH รุ่น DSC 200 F3 (ประเทศเยอรมนี)
- 2) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-S410LV (ประเทศญี่ปุ่น)
- 3) เครื่องทดสอบความทนทานต่อแรงดึง (Universal testing) Lloyd Machine รุ่น T30K
- 4) เครื่องทดสอบเครื่องวัดค่าดัชนีการไหล (Melt Flow Index; MFI) ยี่ห้อ Modula Flow Index รุ่น TELEX 220147 จากบริษัท CEAST (ประเทศอิตาลี)

3.3 ขั้นตอนการดำเนินงาน

ขั้นตอนการดำเนินงาน แสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสม

3.3.1 การเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแลกติกแอซิด และพอลิบิวทีลีนซัคซิเนต ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ขั้นตอนของการทดลองเป็นดังนี้

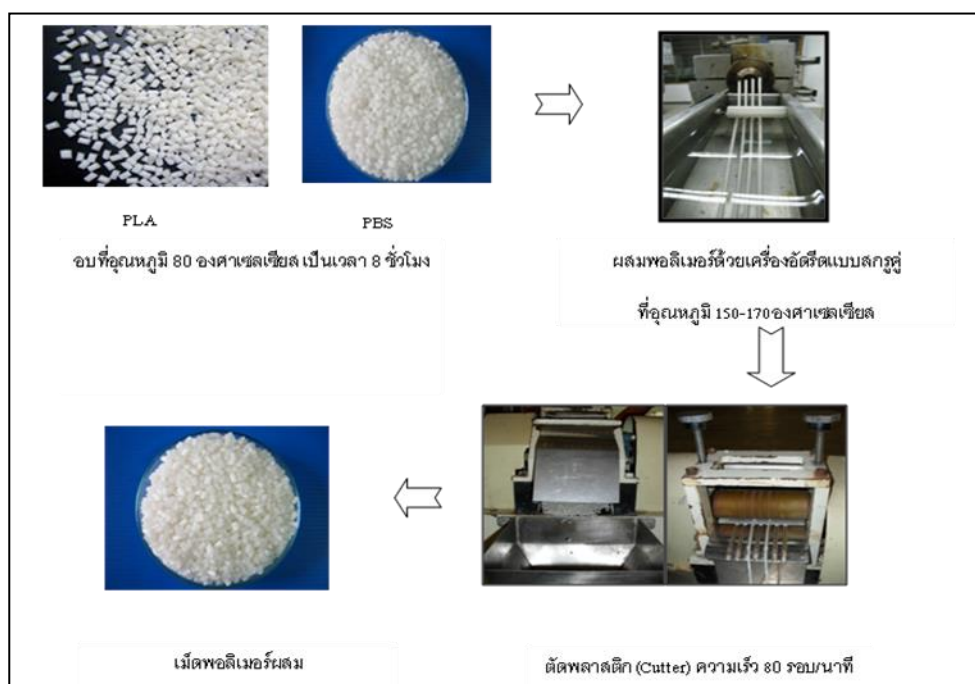
1. ขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PLA/PBS ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่

1) ชั่งน้ำหนักของพอลิเมอร์ระหว่าง PLA/ PBS ตามอัตราส่วนดังนี้ 100:0, 90:10, 80:20, 70:30 และ 0:100

2) นำเม็ด PLA และเม็ด PBS มาอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

3) ทำการหลอมผสมพลาสติกที่อัตราส่วนต่างๆ ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ โดยอุณหภูมิการผสมจาก Hopper ถึงหัว Die เป็น 150 – 170 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ที่ความเร็วรอบสกรู 80 รอบ/นาที

4) นำพลาสติกที่ผสมกันแล้วมาตัดเป็นเม็ดด้วยเครื่องตัดเม็ดพลาสติก แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ซึ่งขั้นตอนการเตรียมแสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PLA/PBS

2. ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานทดสอบสมบัติทางกายภาพและเชิงกลของพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PLA/PBS ด้วยเครื่องอัดขึ้นรูป

1) นำเม็ดพลาสติกที่ได้จากขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PLA/ PBS มาขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดขึ้นรูป โดยใส่ลงในแม่พิมพ์ขนาด $20 \times 20 \times 0.03$ เซนติเมตร จำนวน 150 กรัม เพื่อทำการอัดขึ้นรูป

2) อัดขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 นาที เพื่อให้เม็ดพลาสติกหลอมผสมกัน และหล่อเย็นที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 6 นาที

3) นำชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์ เพื่อนำไปเตรียมเป็นชิ้นทดสอบตามมาตรฐานการทดสอบ ซึ่งขั้นตอนการเตรียมแสดงดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการอัดขึ้นรูปพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PLA/PBS ด้วยเครื่องอัดขึ้นรูป

3.4 การทดสอบสมบัติทางความร้อน ทางกายภาพ และสมบัติเชิงกล

3.4.1 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

1. การทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC)

- การเตรียมตัวอย่างทดสอบ

ตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบ จะเป็นเม็ด หรือ เป็นชิ้นส่วนของสารตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ ทำการชั่งน้ำหนักสารตัวอย่างให้มีน้ำหนักประมาณ 5-10 มิลลิกรัม บรรจุสารตัวอย่างลงในภาชนะบรรจุสารตัวอย่าง (Pan) ทำการอัดแน่นจนอากาศไม่สามารถเข้าไปได้ แล้วทำการทดสอบ

- สภาพะการทดสอบ

อัตราการเพิ่มความร้อน $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ จากอุณหภูมิ 30°C จนถึง 250°C โดยการรักษาอุณหภูมิที่ 250°C เป็นเวลา 5 นาที เพื่อกำจัด Thermal history แล้วลดความร้อน $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ จากอุณหภูมิ 250°C ลงมาจนถึง 30°C แล้วทำการวิเคราะห์ผลที่ได้

- วิธีการทดสอบ

1) เปิดชุดทดสอบ DSC ซึ่งประกอบด้วยคอมพิวเตอร์ใช้สำหรับพล็อตกราฟและบันทึกข้อมูล ด้วยระบบควบคุม DSC (DSC Controller)

2) บรรจุสารตัวอย่างลงในภาชนะบรรจุสาร แล้วทำการอัดแน่นจนอากาศไม่สามารถเข้าไปได้ นำไปใส่ในเตา (Furnace) ของเครื่อง DSC ซึ่งมี 2 เตา โดยเตาที่ 1 สำหรับใส่ภาชนะเปล่าเพื่อเป็นตัวอ้างอิง และเตาที่ 2 ใช้สำหรับใส่ภาชนะที่บรรจุสารตัวอย่างเพื่อทำการทดสอบ

3) ปิดฝาครอบเครื่อง DSC

4) กำหนดตัวแปร (Parameter) และเงื่อนไข (Condition) ที่ต้องการในเครื่อง

5) เริ่มทำการเดินเครื่อง DSC และเปิดก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่ระบบ คอมพิวเตอร์จะทำการวิเคราะห์อุณหภูมิตามเงื่อนไขที่ตั้งไว้เมื่อถึงเวลาสุดท้ายจะมีเสียงสัญญาณเตือน คอมพิวเตอร์จะหยุดการวิเคราะห์ผล

6) ปิดวาล์วถังก๊าซไนโตรเจนและนำภาชนะบรรจุสารตัวอย่างออกจากเตาเครื่อง DSC บันทึกข้อมูล จากนั้นจะเริ่มทำการทดสอบตัวอย่าง

3.4.2 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ

1. การทดสอบค่าดัชนีการไหล (Melt Flow Index, MFI)

- วิธีการทดสอบ

- 1) ก่อนทำการทดสอบควรทำความสะอาดกระบอกลูกสูบและลูกสูบด้วยตัวทำละลายร้อน แล้วเช็ดสิ่งสกปรกทั้งหมดออก
- 2) ตั้งอุณหภูมิเครื่องทดสอบที่ 190 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที หรือจนกระทั่งอุณหภูมิคงที่
- 3) บรรจุสารตัวอย่าง โดยมีน้ำหนักประมาณ 8 กรัม ลงในกระบอกลูกสูบ
- 4) นำน้ำหนักกด 2.16 กิโลกรัม มาวางลงบนก้านกดน้ำหนัก จากนั้นเริ่มจับเวลาเมื่อพอลิเมอร์ผสมไหลออกมาจากหัวคายน์แต่ละชิ้น ตั้งทิ้งไว้ 10 วินาที
- 5) เก็บตัวอย่างจากหัวคายน์ อย่างน้อย 5 ตัวอย่าง
- 6) ปลดปล่อยหัวคายน์ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนัก และคำนวณหาค่าดัชนีการไหล

การคำนวณหาค่า MFI

$$MFR = 10W / T \quad (3.1)$$

กำหนดให้ MFI = ค่าดัชนีการหลอมไหล (g/10 min)

W = ค่าน้ำหนักเฉลี่ยของพลาสติกหลอม

T = ช่วงเวลาที่ตัดของพลาสติกหลอมไหล

2. การทดสอบลักษณะพื้นฐานวิทยาของพอลิเมอร์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

แบบส่องกราด

- เตรียมตัวอย่างทดสอบ

เตรียมตัวอย่างโดยการนำชิ้นงานที่ได้จากการอัดขึ้นรูป มาหักออกเป็นชิ้นเล็กๆ ตัดลงบน Stub จากนั้นนำทำการเคลือบด้วยชุดอุปกรณ์ Auto Fine Coater เพื่อเคลือบโลหะให้ไฟฟ้าสามารถผ่านลงไปบนพอลิเมอร์ได้ จากนั้นจะได้ชิ้นงานพร้อมทดสอบ

- วิธีการทดสอบ

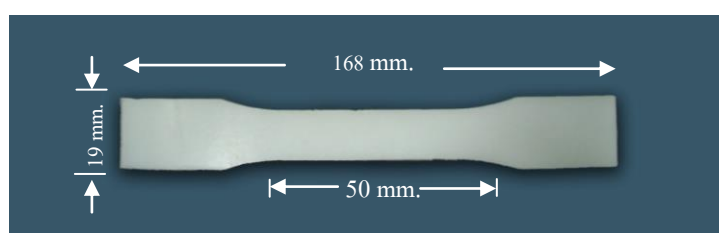
- 1) เปิดช่องใส่ตัวอย่างทดสอบ กดปุ่ม VENT รอจนไฟแสดงสถานะนิ่ง จากนั้นใส่ตัวอย่างอย่างช้าๆ ยึดตัวอย่างกับแท่นยึดตัวอย่างให้แน่น แล้วปิดช่องใส่ตัวอย่าง
- 2) กำหนดความสูงของตัวอย่าง กดปุ่ม EVAC รอให้ไฟแสดงสถานะ HT Ready รอจนแสดงไฟสีเขียว
- 3) กำหนดกระแสไฟฟ้า 5 กิโลโวลต์ ทดสอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ
- 4) กดปุ่ม SCAN 1 หรือ 2 ทำการเลือกภาพบริเวณที่ต้องการโดยการเลื่อนตัวอย่างไปตรงตำแหน่งที่ต้องการดู โดยปรับเลื่อนแกน และปรับกำลังขยายที่ต้องการ โดยปรับที่ Mag+ และ Mag-
- 5) เมื่อได้ตำแหน่งที่ต้องการแล้ว กดปุ่ม FOCUS เพื่อปรับรูปให้ชัดขึ้น หรือปรับที่ปุ่ม Stig X และ Stig Y
- 6) กดปุ่ม SCAN 3 หรือ 4 เพื่อทำการบันทึกภาพที่ปรับเรียบร้อยแล้ว จากนั้นทำการบันทึกภาพลงคอมพิวเตอร์

3.4.3 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกล

1. การทดสอบการทนทานต่อแรงดึง (Tensile Strength)

- เตรียมตัวอย่างทดสอบ

ชิ้นงานตัวอย่างการทดสอบความทนทานต่อแรงดึง เตรียมได้จากการนำชิ้นงานพอลิเมอร์ผสมที่ได้จากการเตรียมให้เป็นแผ่นในขั้นตอนการอัดขึ้นรูป มาตัดเป็นรูปคัมเบลด้วยเครื่องตัดชิ้นงานพลาสติกหือ Ceast ขนาด 19×168×3 มิลลิเมตร แสดงดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ชิ้นงานสำหรับทดสอบความทนทานต่อแรงดึง

- วิธีการทดสอบ

- 1) นำชิ้นงานคัมเบล มาติดหมายเลขแต่ละชิ้นงานทดสอบให้ชัดเจน วัดความกว้างและความหนาของชิ้นงานที่นำมาทดสอบ โดยทำการวัดค่า 3 ช่วง คือ ช่วงต้น ช่วงกลาง และ ช่วงปลาย บันทึกค่าที่ได้เพื่อใช้ในการคำนวณ

- 2) ทำการวัด Gauge length แล้วทำเครื่องหมายแสดงช่วงของ Gauge length ไว้
- 3) นำชิ้นงานดัมเบลที่เตรียมไว้ไปทดสอบแรงดึง โดยใช้ความเร็วในการดึง 5 มิลลิเมตร/นาที และ Lode cell ขนาด 50 นิวตัน
- 4) บันทึกข้อมูล Tensile strength Young's modulus และ Percent strain at break และทำการทดสอบเช่นเดิมกับทุกชิ้นงาน ตัวอย่างละ 10 ชิ้น
- 5) นำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาพล็อตกราฟ หาความสัมพันธ์เปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน

2. การทดสอบความทนต่อแรงกระแทก (Izod impact) ตามมาตรฐาน ASTM

D 256-84

หลักการในการทดสอบเป็นการใช้แรงกระทำเคลื่อนที่ด้วยความเร็วกระแทกขึ้น ตัวอย่างทดสอบให้แตกหักในเวลาอันสั้น เพื่อศึกษาพฤติกรรมของวัสดุเมื่อถูกแรงกระแทก ความต้านทานแรงกระแทกจากการตีด้วยก้อนในรูปของพลังงานจลน์ ในหน่วยจูลต่อตารางเมตร เตรียมตัวอย่างทดสอบ

ชิ้นงานตัวอย่างการทดสอบความทนทานต่อแรงกระแทก เตรียมได้จากการนำชิ้นงานพอลิเมอร์ผสมที่ได้จากการเตรียมให้เป็นแผ่นด้วยการอัดขึ้นรูปแล้วนำมาตัดให้มีขนาด 12.7×63.5×3 มิลลิเมตร และนำมาทำรอยบากด้วยเครื่องทำรอยบากซึ่งมีขนาดรอยบากลึก 2.54 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.5 ชิ้นงานสำหรับทดสอบความทนทานต่อแรงกระแทก

วิธีการทดสอบ

- 1) วัดความกว้างและความหนาของชิ้นงานที่นำมาทดสอบ บริเวณด้านหลังรอยบากของชิ้นงาน บันทึกค่าที่ได้เพื่อใช้ในการคำนวณ
- 2) ทำการปล่อยก้อนให้ตกอย่างอิสระอ่านค่าพลังงานในหน่วยจูล เพื่อนำมาหักลบจากค่าพลังงานที่อ่านได้เมื่อทำการทดสอบชิ้นงาน

- 3) ทำการทดสอบเพื่อเปรียบเทียบสมบัติการรับแรงกระแทกของชิ้นงานด้วยวิธีการทดสอบแบบ Izod impact testing โดยนำชิ้นงานยึดกับฐานของเครื่องทดสอบให้แน่น หันด้านที่มีรอยบากเข้าหาค้อน ขนาด 2 จูล แล้วทำการปล่อยค้อนตกลงมากระแทกชิ้นงาน
- 4) บันทึกค่าพลังงานที่ได้จากเครื่อง ในหน่วย จูล และทำการทดสอบเช่นเดียวกันกับทุกชิ้นงาน
- 5) คำนวณหาค่าพลังงานเฉลี่ยต่อพื้นที่ของรอยแตก ในหน่วย kJ/m