บทที่ 3
วิธีการดำเนินงาน

การหาตัวเชื่อมประสานพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอแลกติกแอซิดและพอลิบิวธิลีนซัคซิเนตอดิเพทในโครงการวิจัยนี้ เลือกใช้พอลิบิวทิลีนอดิเพทเทอเลพทาเลท (Poly(butylene adipate terephthalate), PBAT) เป็นตัวเชื่อมประสาน ทำการเตรียมพอลิเมอร์ผสมด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ จากนั้นทดสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสม ซึ่งมีขั้นตอนการดำเนินงาน ดังนี้

3.1 แผนการดำเนินงาน

3.1.1 ศึกษาค้นคว้าข้อมูลและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

3.1.2 วางแผนการดำเนินงาน

3.1.3 จัดหาวัตถุดิบและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.1.4 เตรียมเม็ดพลาสติก PLA PBSA และ PBAT

3.1.5 เตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างผสมระหว่าง PLA และ PBSA โดยเติม PBAT เป็นตัวเชื่อมประสาน ที่อัตราส่วนต่างๆ ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (Twins screw-extruder) ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบ สกรู 80 รอบ/นาที ความดัน 4.5 บาร์

3.1.6 ตัดเม็ดพลาสติกด้วยเครื่องตัดพลาสติก (Cutter) ความเร็ว 50 รอบ/นาที

3.1.7 เตรียมชิ้นงานทดสอบด้วยเครื่องอัดขึ้นรูป (Compression molding)

3.1.8 ทดสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PLA/PBSA/PBAT ดังนี้

1) สมบัติทางกายภาพ (Physical properties)

- ดัชนีการไหลของพอลิเมอร์ (Melt flow index, MFI) ตามมาตรฐาน ASTM D 1238-98

- ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM)

2) สมบัติเชิงกล (Mechanical properties)

- ความทนทานต่อแรงดึง (Tensile strength) ตามมาตรฐาน ASTM D638-84

- ความทนทานต่อแรงกระแทก (Izod impact strength)ตามมาตรฐาน ASTM D256

3) ทดสอบสมบัติทางความร้อน (Thermal properties)

- เทคนิคดิฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิงแคลอรีเมทรี (Differential scanning calorimetry, DSC)

3.1.9 รวบรวมข้อมูลและวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.1.10 สรุปและจัดทำรูปเล่มรายงาน

3.2 วัตถุดิบและเครื่องมือ

3.2.1 วัตถุดิบ

1) เม็ดพลาสติก PLA เกรด 4042 D บริษัท Nature work

2) เม็ด PBSA เกรด Y100P บริษัท Showa High Polymer Co, Ltd (Bionolle®) Ire Chemical (EnPol)

3) เม็ดพลาสติก PBAT เกรดเป่าฟิล์ม BX7011 บริษัท BASF The Chemical Company (ประเทศจีน)

3.2.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1) เครื่องชั่งน้ำหนักที่มีความละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง (ชื่อทางการค้า Mettler Machine รุ่นAT 200)

2) เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่

3) เครื่องตัดเม็ดพลาสติก

4) ตู้อบเม็ดพลาสติก (ชื่อทางการค้า approval Machine รุ่น ML-HD 100)

5) เครื่องอัดขึ้นรูป บริษัท Lab Tech Engineering

6) เครื่องตัดชิ้นงานดัมเบลของพลาสติก รุ่น Ceast

3.2.3 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ

1) เครื่องทดสอบทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิงแคลลอรีเมทรี (Differential Scanning Calorimetry; DSC) ยี่ห้อ NETZSCH รุ่น DSC 200 F3 (ประเทศเยอรมนี)

2) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-S410LV (ประเทศญี่ปุ่น)

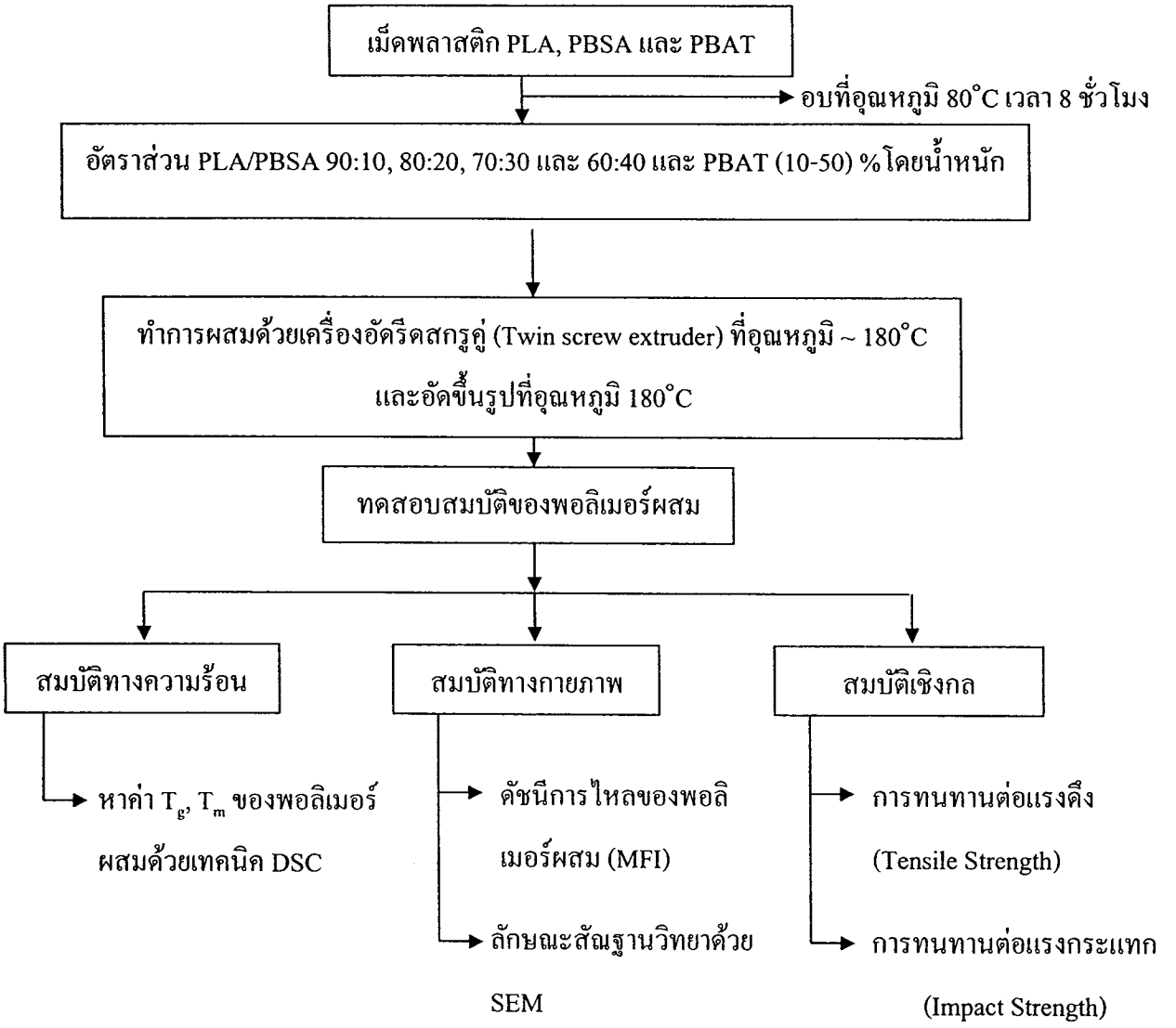
3) เครื่องทดสอบความทนทานต่อแรงดึง (Universal testing) Lloyd Machine รุ่น T30K

4) เครื่องทดสอบความทนทานต่อแรงกระแทก (Izod impact machine)

5) 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 แผนผังแสดงขั้นตอนการดำเนินงาน

3.3.1 การเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแลกติกแอซิด และพอลิบิวธิลีนซัคซิเนต โคอะดิเพท และพอลิบิวทิลีน อดิเพท เทอเลพทาเลท ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ขั้นตอนของการทดลองเป็นดังนี้

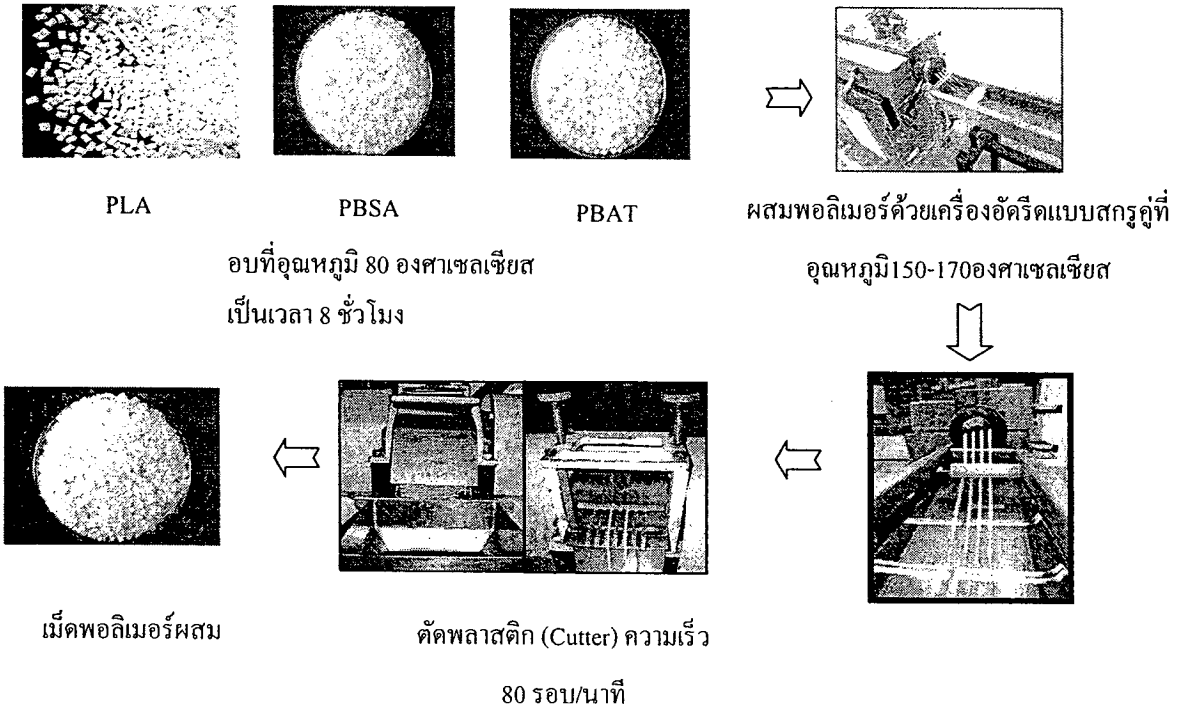
1. ขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PLA/PBSA/PBAT ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่

1) ชั่งน้ำหนักของพอลิเมอร์ระหว่าง PLA/ PBSA/PBAT ตามอัตราส่วน ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (Twins screw-extruder) ที่ อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบสกรู 80 รอบ/นาที ความดัน 4.5 บาร์

2) นำเม็ด PLA เม็ด PBSA และเม็ด PBAT 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 80องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ซึ่งขั้นตอนการเตรียมแสดงดังรูปที่ 3.2



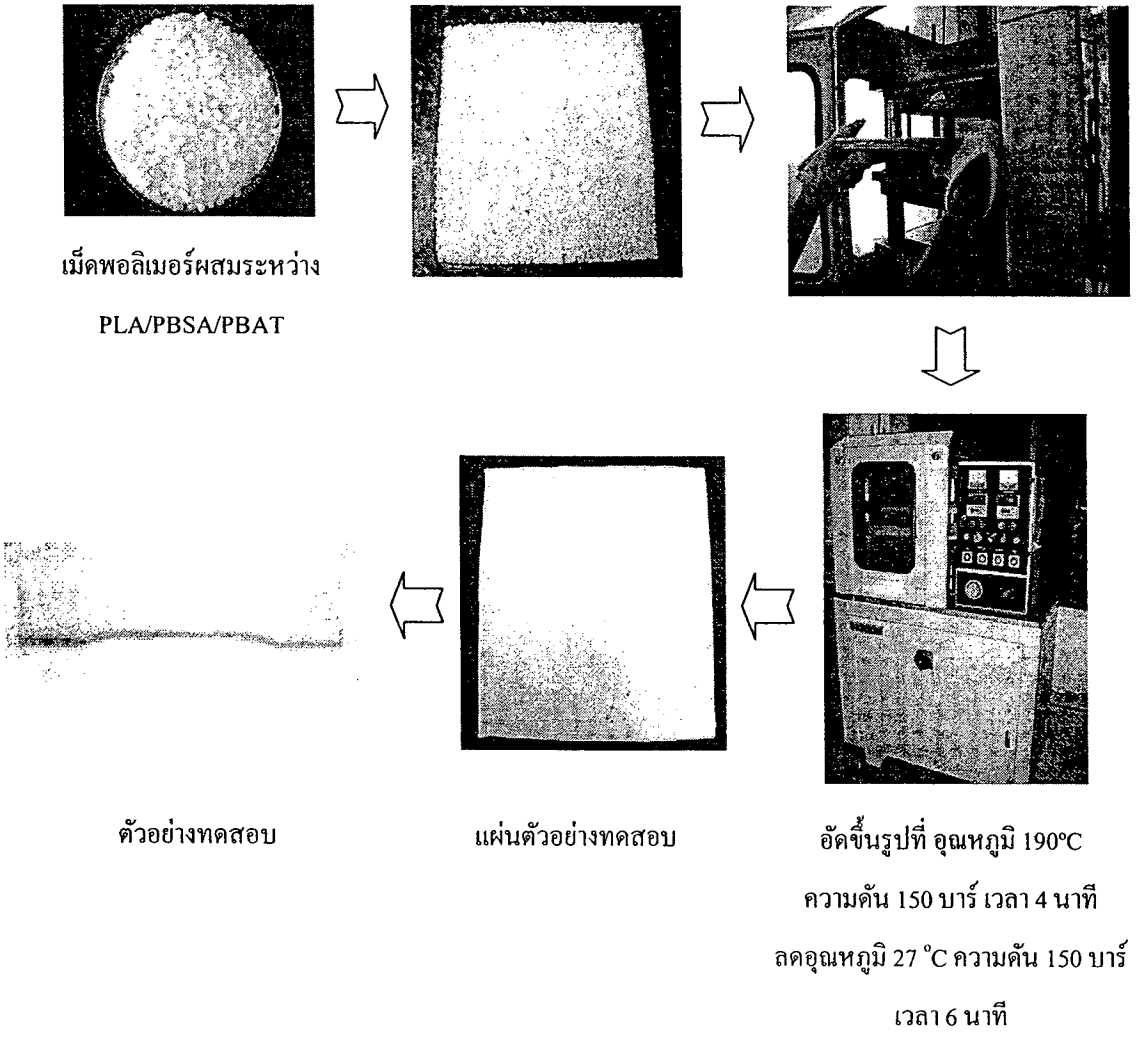
รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PLA/PBSA/PBAT

2. ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานทดสอบสมบัติทางกายภาพและเชิงกลของพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PLA/PBSA/PBAT ด้วยเครื่องอัดขึ้นรูป

1) นำเม็ดพลาสติกที่ได้จากขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PLA/PBSA/PBAT มาขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดขึ้นรูป โดยใส่ลงในแม่พิมพ์ขนาด 20×20×0.03 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/PBSA/PBAT ด้วยเครื่องอัดขึ้นรูป

3.4 การทดสอบสมบัติทางความร้อน ทางกายภาพ และสมบัติเชิงกล

3.4.1 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

1. การทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิงแคลอริมิเตอร์ (Differencial Scanning Calorimeter, DSC)

- การเตรียมตัวอย่างทดสอบ

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

- สภาวะการทดสอบ

อัตราการเพิ่มความร้อน 10°C/min จากอุณหภูมิ 30°C จนถึง 250°C โดยการรักษาอุณหภูมิที่ 250°C เป็นเวลา 5 นาที เพื่อกำจัด Thermal history แล้วลดความร้อน 10°C/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) ก่อนทำการทดสอบควรทำความสะอาดกระบอกสูบและลูกสูบด้วยตัวทำละลายร้อน แล้วเช็ดสิ่งสกปรกทั้งหมดออก

2) ตั้งอุณหภูมิเครื่องทดสอบที่ 190องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที หรือจนกระทั่งอุณหภูมิคงที่

3) บรรจุสารตัวอย่าง โดยมีน้ำหนักประมาณ 8 กรัม ลงในกระบอกสูบ

4) นำน้ำหนักกด 2.16 กิโลกรัม มาวางลงบนก้านกดน้ำหนัก จากนั้นเริ่มจับเวลาเมื่อพอลิเมอร์ผสมไหลออกมาจากหัวดายน์แต่ละชิ้น ตั้งทิ้งไว้ 10 วินาที

5) เก็บตัวอย่างจากหัวดายน์ อย่างน้อย 5 ตัวอย่าง

6) ปล่อยหัวดายน์ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนัก และคำนวณหาค่าดัชนีการไหล

<u>การคำนวณหาค่า MFI</u>

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

กำหนดให้

MFR = ค่าดัชนีการหลอมไหล (Melt Flow Rate in grams / 10 minutes)

W = ค่าน้ำหนักเฉลี่ยของพลาสติกหลอมไหล (everage weigh of extru dated in gram)

T = ช่วงเวลาที่ตัดของพลาสติกหลอมไหล (the extrusion time per sample in minutes)

2. การทดสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

- วิธีการทดสอบ

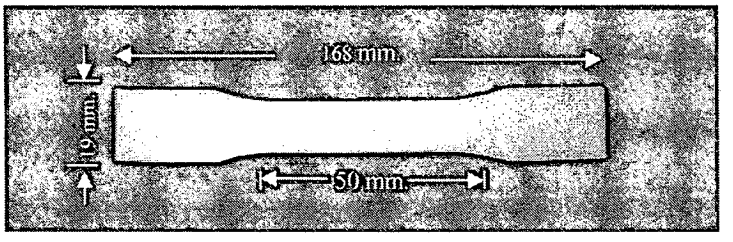
ทดสอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ ด้วยกระแสไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ ทำการเลือกภาพบริเวณที่ต้องการและถ่ายภาพ

3.4.3 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกล

1. การทดสอบการทนทานต่อแรงดึง (Tensile Strength)

- เตรียมตัวอย่างทดสอบ

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



รูปที่ 3.4 ชิ้นงานสำหรับทดสอบความทนทานต่อแรงดึง

- วิธีการทดสอบ

1) นำชิ้นงานดัมเบล 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

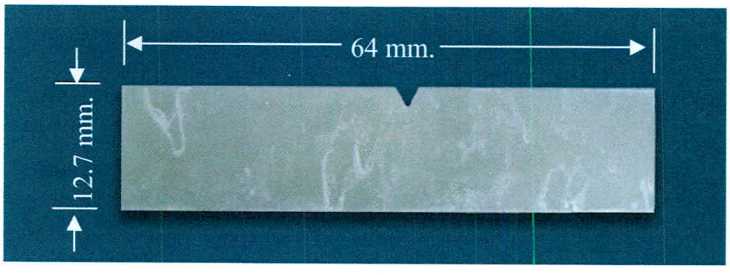
5) นำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาพล็อตกราฟ หาความสัมพันธ์เปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน

2. วิธีการทดสอบสมบัติความทนทานต่อแรงกระแทก ตามมาตรฐาน ASTM D 256-84

เป็นการใช้แรงกระทำเคลื่อนที่ด้วยความเร็วกระแทกชิ้นทดสอบให้แตกหักในเวลาอันสั้นเพื่อศึกษาพฤติกรรมของวัสดุเมื่อถูกแรงกระแทก การทดสอบแรงกระแทกแบบลูกตุ้มเหวี่ยงเป็นการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D256 แสดงความสามารถของวัสดุ ในการต้านทานแรงกระแทกจากการตีด้วยค้อน ซึ่งอยู่ในรูปของพลังงานจลน์ทั้งหมดที่จำเป็นเพื่อให้วัสดุเริ่มเกิดการแตกหัก (Initiate Fracture) และดำเนินต่อไปจนกระทั่งวัสดุขาดออกจากกัน การทดสอบนี้สามารถทำได้อย่างรวดเร็วเป็นการตรวจสอบคุณภาพของวัสดุที่ง่ายสำหรับเปรียบเทียบความเหนียวของวัสดุ ในการเตรียมตัวอย่างสำหรับทำการทดสอบนั้น จะทำการบากชิ้นงานก่อนการทดสอบ ทั้งนี้เนื่องจากรอยบากบนชิ้นงานจะทำหน้าที่น้ำหนักกด น้ำหนักกด 30 เป็นจุดที่แรงกระทำมาสะสมกัน (Stress Concentration) ทำให้การเปลี่ยนรูป (Deformation) ของชิ้นงานเกิดขึ้นได้ยาก เพราะการแตกขาดของชิ้นงานจะเกิดที่บริเวณรอยบากเท่านั้น ตามปกติค่าการทนต่อแรงกระแทก จะรายงานในหน่วยของพลังงานต่อความกว้างของชิ้นงาน เนื่องจากค่าการทนต่อแรงกระแทกขึ้นอยู่กับความหนาของชิ้นงานเช่นกัน ในการเปรียบเทียบค่าการทนต่อแรงกระแทกของชิ้นงานจากวัสดุที่ต่างกัน นิยมรายงานในหน่วยของจูลต่อตารางเมตร

- เตรียมตัวอย่างทดสอบ

ชิ้นงานตัวอย่างการทดสอบความทนทานต่อแรงกระแทก เตรียมได้จากการนำชิ้นงานพอลิเมอร์ผสมที่ได้จากการเตรียมให้เป็นแผ่นในขั้นตอนการอัดขึ้นรูป มาตัดด้วยเครื่องตัดชิ้นงานพลาสติกยี่ห้อ Ceast ขนาด 12.7×64×3 มิลลิเมตร แสดงดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 ชิ้นงานสำหรับทดสอบความทนทานต่อแรงกระแทก

- วิธีการทดสอบ

1) วัดความกว้างและความหนาของชิ้นงานที่นำมาทดสอบ บริเวณด้านหลังรอยบากของชิ้นงาน บันทึกค่าที่ได้เพื่อใช้ในการคำนวณ

2) ทำการทดสอบเพื่อเปรียบเทียบสมบัติการรับแรงกระแทกของชิ้นงานด้วยวิธีการทดสอบแบบ Izod impact testing โดยนำชิ้นงานยึดกับฐานของเครื่องทดสอบให้แน่น หันด้านที่มีรอยบากเข้าหาค้อน ขนาด 2 จูล แล้วทำการปล่อยค้อนตกลงมากระแทกชิ้นงาน

3) บันทึกค่าพลังงานที่ได้จากเครื่อง ในหน่วย จูล และทำการทดสอบเช่นเดียวกันกับทุกชิ้นงาน

4) คำนวณหาค่าพลังงานเฉลี่ยต่อพื้นที่ของรอยแตก ในหน่วย kJ/m^2