

บทที่ 2

วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 ระเบียบวิธีวิจัย

เส้นใยป่านสรณารายณ์ที่ใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตจะอยู่ในรูปของเส้นใยสั้น มีทั้งชนิดที่ไม่ได้ปรับสภาพพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลนและปรับสภาพพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน

2.1.1 การผสมเส้นใยกับพอลิเมอร์

ผสมเส้นใยกับพอลิเมอร์ในอัตราส่วนต่างๆ โดยน้ำหนัก เช่น 10, 20 และ 30 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก โดยใช้เครื่องบดผสมภายใน (internal mixer)

2.1.2 การเตรียมชิ้นทดสอบโดยการขึ้นรูปแบบฉีด

นำเส้นใยกับพอลิเมอร์ที่ผสมได้มาขึ้นรูปแบบฉีด โดยเปลี่ยนตัวแปรที่ใช้ในการขึ้นรูป ได้แก่ อุณหภูมิแม่พิมพ์ (molding temperature) อุณหภูมิการหลอม (melting temperature) ความเร็วในการฉีด (injection speed) ความเร็วสกรู (screw speed) และความดันคงค้าง (holding pressure)

2.1.3 การทดสอบสมบัติของพอลิเมอร์คอมโพสิต

สมบัติทางความร้อน ได้แก่

- อุณหภูมิหลอมเหลว และ ปริมาณผลึกโดยใช้ Differential Scanning Calorimetry (DSC)

- อุณหภูมิการเสื่อมสลาย โดยใช้ TGA

- อุณหภูมิการบิดเบี้ยวของชิ้นงาน (heat distortion temperature) โดยใช้ HDT Tester

สมบัติทางกระแสวิทย์ ได้แก่

- ดัชนีการไหล

- ความหนืดที่อัตราเฉือนต่างๆ

สมบัติทางกล ได้แก่

- ความทนต่อแรงดึง โดยใช้เครื่อง Universal Testing Machine

- ความทนต่อแรงกระแทก โดยใช้เครื่อง Impact Tester

ลักษณะทางสัณฐานวิทยา

2.2 วัสดุและวิธีการทดลอง

2.2.1 วัตถุดิบ

เส้นใยที่ใช้ในการศึกษาครั้งนี้จะใช้น้ำเส้นใยที่มีอยู่ในประเทศ ซึ่งซื้อจากกลุ่มแม่บ้านหนึ่งตำบลหนึ่งผลิตภัณฑ์ ต.บ้านเก่า อ. ด่านขุนทด จ. นครราชสีมา ซึ่งจะต้องนำป่านไปผ่านการเตรียม

ด้วยขั้นตอนต่างๆ ก่อน ได้แก่ เส้นใยที่ผ่านการสกัดด้วยตัวทำละลายผสมและการทำอัลคาไลน์เซชัน (Cleaned: CL) และเส้นใยที่ผ่านการปรับสภาพพื้นผิวทำโดยการใช้สารประสานไซเลน (Silanetreated: ST)

พอลิพรอพิลีนที่ใช้ในการทดลองนี้เป็นเกรดที่ใช้ในทางการค้า เกรด PP 700J จากบริษัท ไทยพอลิพรอพิลีน จำกัด สารเคมีที่ใช้สำหรับเตรียมเส้นใย ได้แก่ เมทิลแอลกอฮอล์ เบนซีน โซเดียมไฮดรอกไซด์ เอทิลแอลกอฮอล์ กรดอะซิติก รายละเอียดเพิ่มเติมอื่นๆ ได้ระบุไว้ในโครงการวิจัยที่ 1 การเตรียมเส้นใยป่านสรนารายณ์สำหรับพอลิเมอร์คอมโพสิต: พอลิพรอพิลีนคอมโพสิต อีพอกซีคอมโพสิต และ คอมโพสิตจากพอลิเอสเตอร์แบบไม่อิ่มตัว เนื่องจากโครงการวิจัย เรื่อง การผลิตพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่างเส้นใยป่านสรนารายณ์กับพอลิพรอพิลีนเป็นหนึ่งใน 5 โครงการวิจัยย่อย ในแผนงานวิจัยเรื่องการผลิตพอลิเมอร์คอมโพสิตจากเส้นใยป่านสรนารายณ์ โดยการดำเนินงานในส่วนของการเตรียมเส้นใยป่านสรนารายณ์สำหรับพอลิเมอร์คอมโพสิตนั้นได้ดำเนินการในโครงการที่ 1 การเตรียมเส้นใยป่านสรนารายณ์สำหรับพอลิเมอร์คอมโพสิต: พอลิพรอพิลีนคอมโพสิต อีพอกซีคอมโพสิต และ คอมโพสิตจากพอลิเอสเตอร์แบบไม่อิ่มตัว

2.2.2 การเตรียมเส้นใย

นำเส้นใยป่านที่อยู่ในรูปเส้นใยยาวประมาณ 2 เมตร คัดเฉพาะส่วนโคนประมาณ 2 ใน 3 ส่วนของความยาวทั้งหมด นำส่วนโคนนั้นมาตัดให้ได้ขนาดความยาว 2 มิลลิเมตร เส้นใยป่านที่ได้ในขั้นตอนนี้เรียกว่า เส้นใยป่านที่ไม่ผ่านการทำความสะอาดเบื้องต้น (nonpretreated: NP) ขั้นตอนต่อไปจะนำไปสกัดด้วยตัวทำละลายผสมโดยวิธีการต้ม (boiling method) ซึ่งจะเป็นการกำจัดองค์ประกอบพวกไขมัน (wax) และสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำอื่นๆ

การสกัดด้วยตัวทำละลายผสม

การสกัดด้วยตัวทำละลายผสมจะใช้วิธีการต้ม (boiling method) ตัวทำละลายที่ใช้คือ เมทานอล (methanol) กับเบนซีน (benzene) ที่อัตราส่วน 1:1 อัตราส่วนตัวทำละลายต่อเส้นใยคือ 10:1 (liquor ratio 10:1) ระยะเวลาในการต้ม 3 ชั่วโมง เส้นใยป่านที่ต้มเสร็จแล้วจะนำไปอบที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน เพื่อกำจัดน้ำและตัวทำละลาย หลังจากนั้นก็จะนำไปทำอัลคาไลน์เซชันในขั้นตอนต่อไป

การทำอัลคาไลน์เซชัน

สารที่ใช้ในขั้นตอนนี้คือ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขั้นตอนการทำอัลคาไลน์เซชันเริ่มจาก เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก อัตราส่วนของสารละลายต่อเส้นใย คือ 10:1 นำเส้นใยป่านแช่ในสารละลายโซเดียมและกวนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง เสร็จแล้วนำมาล้างด้วยน้ำให้ได้ค่า pH

ประมาณ 7 และนำไปอบให้แห้งที่ 80 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ข้ามคืนแล้วเก็บในเคสเคเตอร์ เส้นใยที่ได้ในขั้นตอนนี้เรียกว่า เส้นใยที่ผ่านการสกัดด้วยตัวทำละลายผสมและการทำอัลคาไลน์เชชัน (cleaned: CL) ซึ่งเป็นเส้นใยป่านที่ใช้ในโครงการย่อยที่ 2 นี้

การปรับสภาพพื้นผิวด้วยสารประสานใยเลน

สารประสานใยเลนที่ใช้คือ VTES และ OTMS การเตรียมเริ่มจาก เตรียมสารละลายใยเลนความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก วิธีการเตรียมสารละลายใยเลนมีรายละเอียดดังนี้

- Vinyltriethoxysilane: ละลายใยเลนด้วยน้ำกลั่น ปรับ pH ของสารละลายด้วยกรดอะซิติกให้ได้ pH 3.5

- Octadecyltrimethoxysilane: ละลายใยเลนในตัวทำละลายผสมระหว่างเอทานอลและน้ำ (90 เปอร์เซ็นต์เอทานอลโดยน้ำหนัก) ปรับสารละลายให้ได้ pH 3.5 ด้วยกรดอะซิติก

นำเส้นใยป่านมาแช่ในสารละลายใยเลน เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง อัตราส่วนระหว่างสารละลายใยเลนกับเส้นใยคือ 10 ต่อ 1 ขณะที่แช่จะทำการกวนด้วยตลอดเวลารายละเอียดเพิ่มเติมอื่นๆ ในการเตรียมเส้นใยได้ระบุไว้ในโครงการที่ 1 การเตรียมเส้นใยป่านสรณารายณ์สำหรับพอลิเมอร์คอมโพสิต: พอลิโพรพิลีนคอมโพสิต อีพอกซีคอมโพสิต และ คอมโพสิตจากพอลิเอสเตอร์แบบไม่อิ่มตัว

2.2.3 การเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิต

การผสมระหว่างเส้นใยกับพอลิโพรพิลีนจะใช้เครื่องบดผสมภายใน (internal mixer) ของบริษัท HAAKE ประเทศไทย จำกัด ชนิดของโรเตอร์คือ ROLLER ROTOR3000 ความเร็วรอบ 50 รอบต่อนาที อุณหภูมิที่ใช้คือ 170 องศาเซลเซียส โดยจะใส่พอลิโพรพิลีนก่อนประมาณ 5 นาที แล้วจึงใส่เส้นใยลงไป รวมเวลาทั้งหมด 13 นาที หลังจากนั้นจะนำไปบดเพื่อฉีดเป็นชิ้นทดสอบต่างๆ ด้วยเครื่องฉีด CLF- 80T บริษัท CHUAN LIH FA โดยปัจจัยต่างๆ ที่ใช้ในการฉีดตามตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ปัจจัยในการฉีดขึ้นรูป

Injection speed (%)	Screw speed (%)	Holding pressure (%)	Molding temperature (°C)	Melting temperature (°C)
50	50	50	25	175

2.2.4 การทดสอบสมบัติของพอลิเมอร์คอมโพสิต

2.2.4.1 สมบัติทางความร้อน อุณหภูมิหลอมเหลว และ ปริมาณผลึก

พอลิเมอร์คอมโพสิตที่เตรียมจากเครื่องบดผสมภายในและนำไปบดแล้ว จะนำไปทดสอบอุณหภูมิหลอมเหลวและปริมาณผลึกโดยใช้เทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) เครื่องที่ทดสอบเป็นของบริษัท Perkin Elmer รุ่น DSC 7 ในการทดสอบจะทำการให้ความร้อนแก่ตัวอย่างที่อุณหภูมิ 25-180 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราเร็ว 10 องศาต่อนาที หลังจากนั้นทำการหล่อเย็น จากอุณหภูมิ 180-25 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราเร็ว 10 องศาต่อนาที ปริมาณผลึกคำนวณจาก

$$\% \text{ crystallinity} = (\Delta H_{\text{sample}} / \Delta H_f^0 w) \times 100$$

ΔH_{sample} คือ heat of fusion ของตัวอย่าง

ΔH_f^0 ที่ใช้คำนวณมีค่าเท่ากับ 207.1 จูลต่อกรัม

w คือ สัดส่วนโดยน้ำหนัก (mass fraction) ของพอลิโพรพิลีนในพอลิเมอร์คอมโพสิต

อุณหภูมิการเสื่อมสลาย

การทดสอบทำโดยเครื่อง Thermogravimetric analysis (TGA) ยี่ห้อ TA Instrument รุ่น SDT 2960 โดยจะให้ความร้อนแก่ตัวอย่าง (10-20 มิลลิกรัม) ด้วยอัตราเร็ว 20 องศาต่อนาที ตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 600 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะแก๊สไนโตรเจน

อุณหภูมิการบิดเบี้ยวของชิ้นงาน

ชิ้นงานที่ฉีดขึ้นรูปแล้วจะนำไปทดสอบหาค่าอุณหภูมิการบิดเบี้ยวของชิ้นงานโดยใช้เครื่องทดสอบ HDT รุ่น HDV 1 Manual DTVL/VICAT ที่อัตราเร็ว 120 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง

2.2.4.2 สมบัติทางกระแสวิทยา

ดัชนีการไหล

ค่าดัชนีการไหล (melt flow index : MFI) ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ทดสอบโดยด้วยเครื่องทดสอบยี่ห้อ Kayeness เวลาการหลอม 360 วินาที น้ำหนักกด 2.160 กิโลกรัม

ความหนืดที่อัตราเฉือนต่าง ๆ

การทดสอบค่าความหนืดที่อัตราเฉือนต่างๆ จะทดสอบโดยเครื่อง Kayness capillary rheometer ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เวลาการหลอม 360 วินาที และค่าอัตราเฉือนระหว่าง 10-1000 s⁻¹

2.2.4.3 สมบัติทางกล

ความทนต่อแรงดึง

ชิ้นงานที่ได้จากการฉีดขึ้นรูปแล้วจะนำไปทดสอบสมบัติการทนต่อแรงดึง ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine (UTM) ยี่ห้อ Instron รุ่น 5565 เซลล์วัดแรง (load cell) ขนาด 5 กิโลนิวตัน (kN), ความยาวของเกท (gauge length) 80 เซนติเมตร ความเร็วในการดึง 10 มิลลิเมตร ต่อนาที

ความทนต่อแรงดัด

การทดสอบเป็นการทดสอบดัดงอแบบ 3 จุด (three point bending) ซึ่งใช้เครื่องทดสอบเกี่ยวกับการทดสอบความทนต่อแรงดึง โดยใช้ระยะกว้างระหว่างแท่งค้ำยัน (support span) เท่ากับ 56 มิลลิเมตร อัตราเร็วในการกด 15 มิลลิเมตรต่อนาที ชิ้นงานที่ทดสอบเป็นชิ้นทดสอบการทนต่อแรงดึงนำมาตัดปลายทั้งสองข้างออกให้เหลือความยาวประมาณ 70 มิลลิเมตร

ความทนต่อแรงกระแทก

การทดสอบการทนต่อแรงกระแทกจะใช้เครื่อง Basic Pendulum Impact (BPI) บริษัท Atlas polymer evaluation products 2.7 จูล

2.2.4.4 ลักษณะทางสัณฐานวิทยา

ลักษณะทางสัณฐานวิทยาศึกษาโดยใช้เครื่อง Scanning electron microscope (SEM) รุ่น JSM 6400 ที่ 10 keV โดยชิ้นตัวอย่างที่นำมาศึกษานั้นเป็นชิ้นทดสอบการทนต่อแรงดึงนำมาหักด้วยไนโตรเจนเหลว และนำไปเคลือบด้วยทอง