

บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย

3.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

สำหรับงานในวิจัยนี้ ได้ทำการดัดแปลงแป้งเพื่อทำการผสมกับ PLA คอมพาวด์ซึ่งรายการวัสดุ สารเคมี และอุปกรณ์เครื่องมือที่ใช้ในการดำเนินงานวิจัยสามารถแสดงรายละเอียดได้ดัง ตารางที่ 3.1 และ 3.2

ตารางที่ 3.1 รายการวัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการดำเนินงานวิจัย

วัสดุและสารเคมี	เกรดและหรือชื่อทางการค้า	ผู้ผลิตหรือผู้จำหน่าย
พอลิแลคติกแอซิด	NatureWork2002D	NatureWork Co.Ltd.
แป้งมันสำปะหลัง	ตราปลาไทยห้าดาว	E.C.T. international Co.Ltd.
กลีเซอรอล	Commercial grade	Bank trading Co.Ltd.
กลีเซอรอลไตรอะซิเทต	Triacetin (food grade)	Eastman Co.Ltd.
มาเลอิกแอนไฮไดรด์	Laboratory grade 98% (NT)	Fluka analytical/ACS Co.Ltd.
สารประกอบเปอร์ออกไซด์	Luperox231	Arkema Co.Ltd.

ตารางที่ 3.2 รายการอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการดำเนินงานวิจัย

อุปกรณ์และเครื่องมือ	ยี่ห้อ / รุ่น	รายละเอียด
เครื่องผสมระบบปิด (Internal mixer)	Brabender, 350/350E	ใบกวนแบบ Roller blades, ปริมาตรห้องผสม 370 cm ³
เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (Twinscrews extruder)	Brabender, DSE20	สกรูหมุนแบบ co-rotating อัตราการผลิต 0.6 ถึง 20 kg/h
เครื่องอัดขึ้นรูปร้อน (Compression molding machine)	Labtech, T16	อุณหภูมิสูงสุด 500°C ความดันสูงสุดที่กดอัดได้ 250 bar
เครื่องบดเม็ด (Grinding machine)	Retsch, SM100	ความเร็วในการหมุนของมอเตอร์ 1500 rpm

ตารางที่ 3.2 รายการอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการดำเนินงานวิจัย (ต่อ)

อุปกรณ์และเครื่องมือ	ยี่ห้อ / รุ่น	รายละเอียด
Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)	Perkin Elmer, Spectrum One	ตรวจสอบวัดความยาวคลื่นในช่วง $7800 - 350 \text{ cm}^{-1}$ แหล่งกำเนิดแสงเป็นลำแสงเดี่ยว
Dynamic Mechanical Thermal Analyzer (DMTA)	Netzsch, 242	ช่วงอุณหภูมิที่สามารถทดสอบได้ (-170) ถึง 600°C
Scanning Electron Microscope (SEM)	Jeol, JSM-5800	กำลังขยายสูงสุด 20,000 เท่า และ โวลต์เตจของกระแส 20 kV
Melt Flow Indexer (MFI)	Chun Yen, XRL-400A	ช่วงอุณหภูมิที่สามารถทดสอบได้ 50 ถึง 400°C เส้นผ่านศูนย์กลางกระบอกบรรจุพอลิเมอร์ 9.55 ± 0.025 มิลลิเมตร
เครื่องทดสอบการทนแรงดึง	LLOYD, LR50K	ช่วงค่าการทนแรงดึง อยู่ในช่วง 0 – 1000 N

แผนการดำเนินงานวิจัยโดยรวม สามารถแบ่งได้เป็น 4 ส่วนหลักๆ

ส่วนที่ 1 การเตรียม PLA คอมปาวด์

ส่วนที่ 2 การตัดแปลงแป้งมันสำปะหลัง

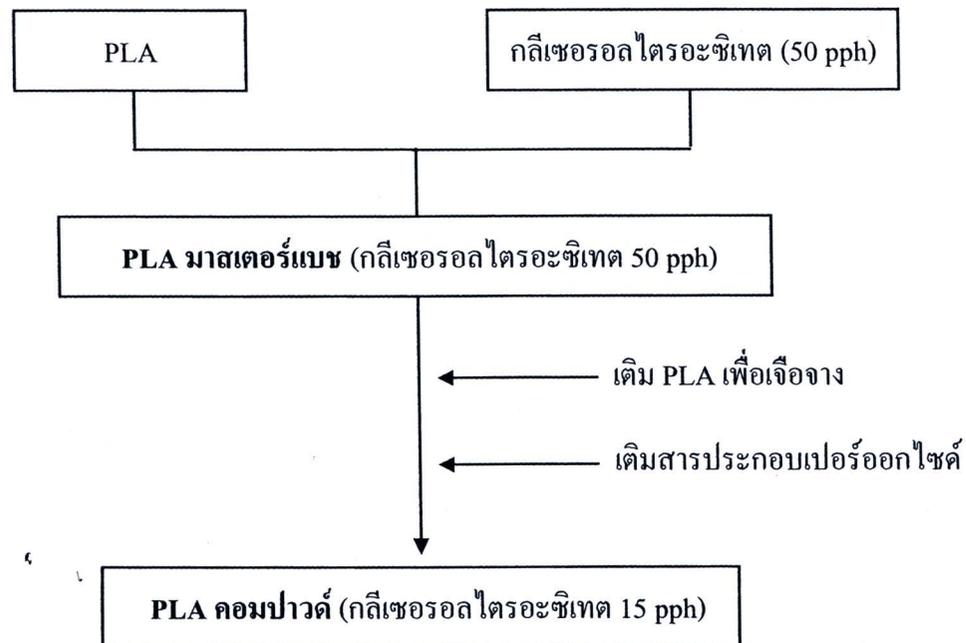
ส่วนที่ 3 การเตรียมพอลิเมอร์ผสม

ส่วนที่ 4 การทดสอบสมบัติและวิเคราะห์โครงสร้างของ MTPS และ พอลิเมอร์ผสม

โดยมีรายละเอียดของการทดลองแต่ละขั้นตอนดังนี้

3.2 การเตรียม PLA คอมปาวด์

ในขั้นตอนการเตรียม PLA คอมปาวด์ จะทำการเตรียมผ่านวิธีการทำเป็น PLA มาสเตอร์แบชก่อนเป็นอันดับแรก เนื่องจากในงานวิจัยที่ผ่านมา [2] พบว่าด้วยวิธีดังกล่าวจะช่วยทำให้กิลีเซอร์อล ไตรอะซิเทตซึ่งทำหน้าที่เป็นสารเสริมสภาพพลาสติก สามารถแทรกตัวเข้าไปอยู่ใน PLA ได้ดีกว่า โดยวิธีการเตรียมสามารถแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนย่อย ดังนี้ (รูปที่ 3.1)



รูปที่ 3.1 เตรียม PLA คอมปาวด์

3.2.1 การเตรียม PLA มาสเตอร์แบช

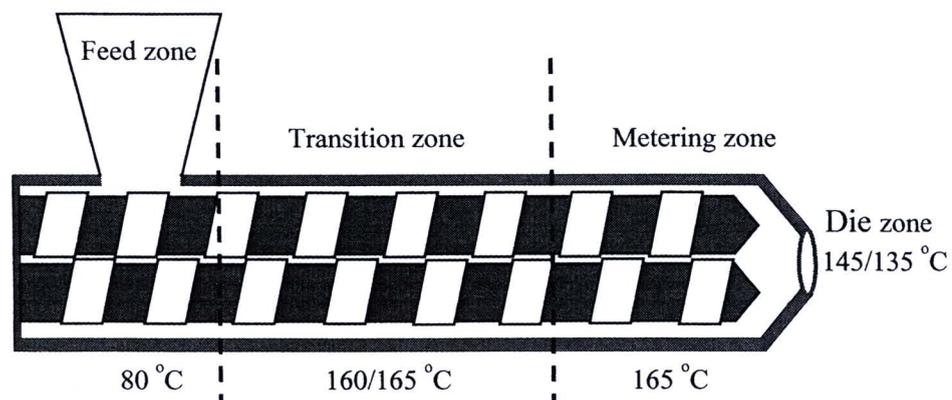
3.2.1.1 อบเม็ด PLA ในเตาอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสประมาณ 2 ชั่วโมง

3.2.1.2 ผสม PLA กับกลีเซอรอลไตรอะซิเตดในปริมาณ (50 pph) โดยใช้เครื่องผสมระบบปิด อุณหภูมิในการผสม 170 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบในการหมุนของใบพัดผสมเท่ากับ 40 รอบต่อนาที และใช้ fill factor ในการผสมเท่ากับ 0.86

3.2.2 การเตรียม PLA คอมปาวด์

3.2.2.1 นำเม็ด PLA ที่ผ่านการอบประมาณ 2 ชั่วโมง มาทำการเติมเพิ่มเข้ากับ PLA มาสเตอร์แบช พร้อมกับการเติมสารประกอบเปอร์ออกไซด์ (0.75 pph) เพื่อทำการเจือจางให้พอลิเมอร์คอมปาวด์ที่ได้ มีปริมาณกลีเซอรอลไตรอะซิเตดเท่ากับ (15 pph)

3.2.2.2 ผสมพอลิเมอร์ดังกล่าวด้วยเครื่องผสมอครีคแบบสกรูคู่ อุณหภูมิผสมในแต่ละช่วงตั้งแต่บริเวณ feed zone ถึง die zone เท่ากับ 80/160/165/165/145/135 องศาเซลเซียส ตามลำดับ (รูปที่ 3.2) ใช้ความเร็วในการหมุนของสกรูเท่ากับ 100 รอบต่อนาที



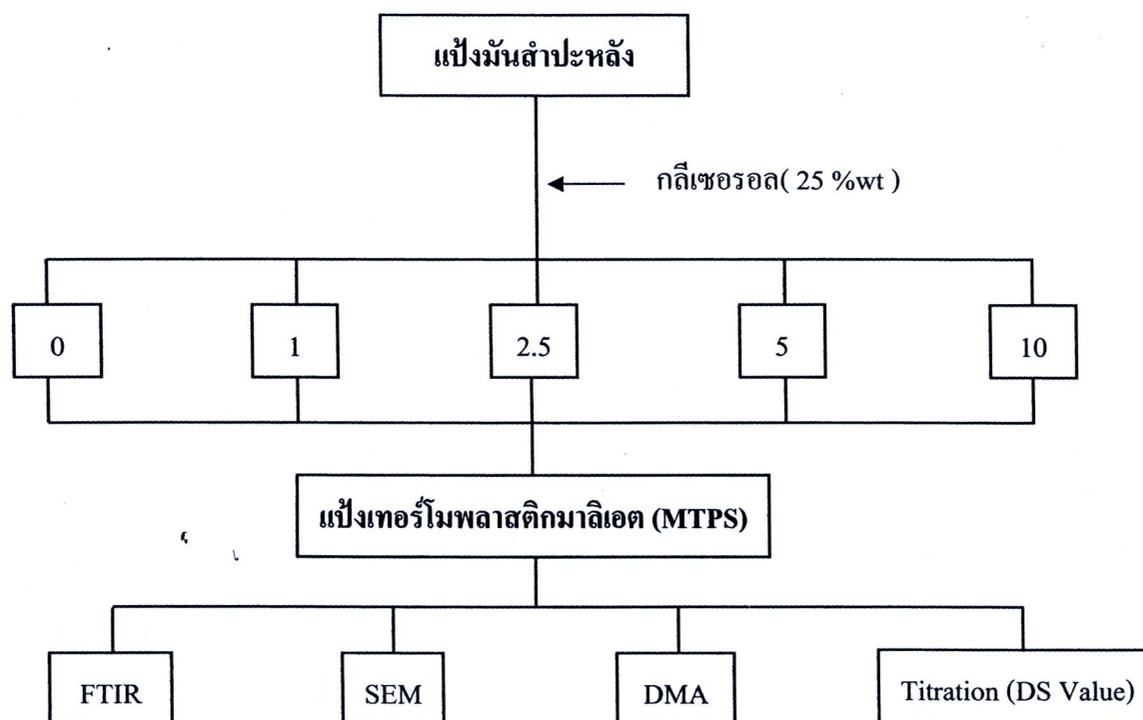
รูปที่ 3.2 ช่วงอุณหภูมิของเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ตั้งแต่บริเวณ feed zone ถึง die zone ในการผสม PLA คอมปาวด์

3.3 การเตรียม MTPS

วิธีการเตรียม MTPS สามารถแสดงได้ดังนี้ (รูปที่ 3.3)

- 3.3.1 อบแป้งมันสำปะหลังในเตาอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้น
- 3.3.2 นำแป้งมันสำปะหลัง 262.5 กรัม มาผสมกับกลีเซอรอล 87.5 กรัม และเติมมาเลอิกแอนไฮไดรด์ ในปริมาณต่างๆ (0, 1, 2.5, 5, 10 pph) โดยใช้เครื่องผสมระบบปิดที่อุณหภูมิผสม 130 องศาเซลเซียส เวลาในการผสม 20 นาที ความเร็วรอบในการหมุนของใบพัดผสมเท่ากับ 40 รอบต่อ นาทีและใช้ fill factor ในการผสมเท่ากับ 0.66
- 3.3.3 จากนั้นนำแป้งดัดแปลงดังกล่าวไปทำการสกัดให้มีความบริสุทธิ์มากขึ้นโดยการล้างด้วย อะซิโตน [14] พร้อมกับการวัดค่า pH จนกระทั่งคงที่ ซึ่งใช้เวลาประมาณ 3-4 วัน

หลังจากนั้นทำการเลือก MTPS มา 2 ชนิด ซึ่งจะเลือกจากการนำไปใช้งานได้จริง และมีปริมาณหมู่แทนที่ต่างกัน ก่อนที่จะนำไปผสมกับ PLA คอมปาวด์ในขั้นตอนต่อไป



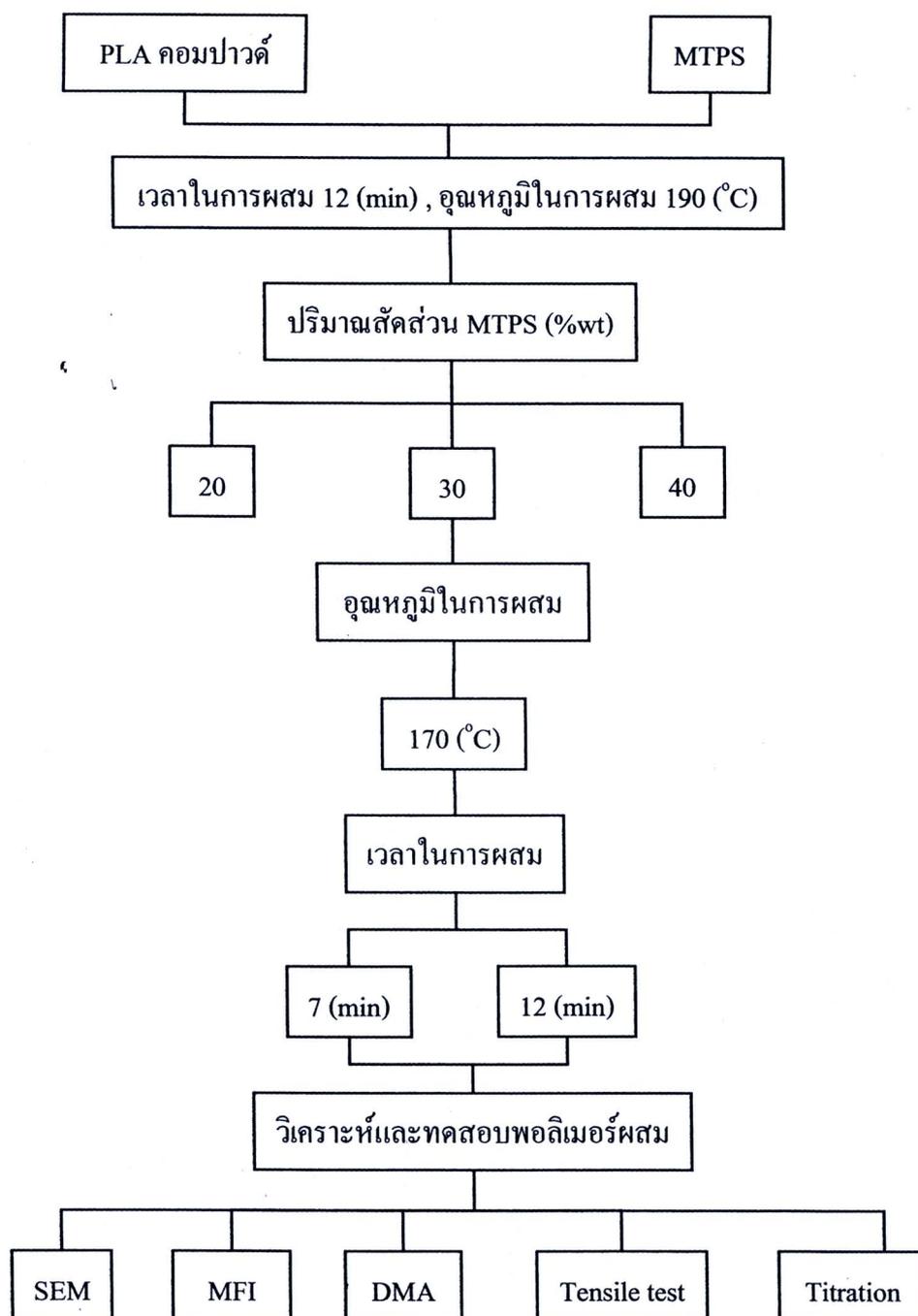
รูปที่ 3.3 การเตรียม MTPS

3.4 การเตรียมพอลิเมอร์ผสม

แผนผังการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PLA คอมปาวด์กับ MTPS และสถานะเงื่อนไขการผสม แสดงได้ดัง (รูปที่ 3.4) และ (ตารางที่ 3.3, 3.4) ตามลำดับ ซึ่งการเตรียมพอลิเมอร์ผสม มีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

- 3.4.1.1 นำ PLA คอมปาวด์และ MTPS อบในเตาอบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 15 นาที
- 3.4.1.2 ทำการผสมพอลิเมอร์ทั้ง 2 ชนิด ด้วยเครื่องผสมระบบปิด โดยเติมสัดส่วนของ MTPS เท่ากับ ร้อยละ 20, 30 และ 40 โดยน้ำหนัก ใช้เวลาในการผสม 12 นาที อุณหภูมิในการผสม 190 องศาเซลเซียส
- 3.4.1.3 เตรียมพอลิเมอร์ผสมที่มีสัดส่วน MTPS เท่ากับร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก โดยการผสม PLA คอมปาวด์ 245 กรัม กับ MTPS 105 กรัม ในเครื่องผสมระบบปิด จากนั้นทำการปรับเปลี่ยนอุณหภูมิในการผสม
- 3.4.1.4 ทำการผสมพอลิเมอร์ทั้ง 2 ชนิด โดยใช้สัดส่วนและเครื่องผสมเช่นเดียวกันกับหัวข้อ 3.4.1.3 จากนั้นทำการปรับเปลี่ยนเวลาในการผสม

3.4.1.5 เตรียมพอลิเมอร์ผสมโดยมีขั้นตอนการเตรียมเช่นเดียวกับวิธีข้างต้น แต่ในที่นี้จะใช้ MTPS ชนิดอื่นๆ (ทำการตัดแปลงด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์ 1.0 pph) (MTPS-1.0)



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PLA คอมปาวด์กับ MTPS

ตารางที่ 3.3 สภาวะในการผสมระหว่าง PLA คอมปาวด์ กับ MTPS เพื่อศึกษาผลของปริมาณแป้ง

ชนิดของแป้ง	ปริมาณ	เวลาในการ	อุณหภูมิใน
	MTPS(%)	ผสม (min)	การผสม (°C)
MTPS-2.5	20	12	190
	30	12	190
	40	12	190

ตารางที่ 3.4 สภาวะในการผสมระหว่าง PLA คอมปาวด์ กับ MTPS เพื่อศึกษาผลของเวลา อุณหภูมิในการผสมและชนิดของแป้ง

ชนิดของแป้ง	เวลาในการ	อุณหภูมิใน
	ผสม (min)	การผสม (°C)
TPS	7	170
MTPS-2.5	7	170
	12	170
	12	190
MTPS-1.0	7	170

หมายเหตุ MTPS-1.0 หมายถึง แป้งดัดแปลงที่เตรียมโดยใช้มาเลอิกแอนไฮไดรด์ 1.0 pph
MTPS-2.5 หมายถึง แป้งดัดแปลงที่เตรียมโดยใช้มาเลอิกแอนไฮไดรด์ 2.5 pph

3.5 การวิเคราะห์และทดสอบ

3.5.1 สมบัติเชิงกล

ทดสอบสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสมด้วยเครื่อง Universal Testing Machine (LLOYD, LR50K) ตามมาตรฐาน ASTM D-638 ใช้ความเร็วในการดึง 100 มิลลิเมตรต่อนาที จากนั้นนำค่าที่ได้จากการทดสอบมาหาค่า ความแข็งแรงขณะดึงยึด ค่าการยืดตัว ค่ามอดูลัส และค่าความเหนียว ตามสมการที่ 3.1, 3.2 และ 3.3 โดยวิธีการเตรียมชิ้นงานทดสอบการทนแรงดึง จะเตรียมชิ้นงานให้มีลักษณะเป็นแผ่นหน้าประมาณ 0.5 มิลลิเมตร ด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปร้อน (รูปที่ 3.5) ซึ่งสามารถเตรียมได้ดังนี้

- 3.5.1.1 ชั่งเม็ดพอลิเมอร์ผสม 15 กรัม จัดวางไว้ในแม่พิมพ์ที่มีความหนา x ความ กว้าง x ความยาว เท่ากับ 0.5 x 185 x 185 มิลลิเมตร
- 3.5.1.2 นำแม่พิมพ์เข้าเครื่องอัดขึ้นรูปร้อน ที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส โดยทำการให้ ความร้อน กับเม็ดพลาสติกให้อ่อนตัว เป็นเวลา 5 นาที
- 3.5.1.3 ทำการกดอัดด้วยความดัน 100 บาร์ เป็นเวลา 2 นาที และ 150 บาร์ เป็นเวลา 3 นาที ตามลำดับ จากนั้นนำแม่พิมพ์ไปหล่อเย็นเป็นเวลา 5 นาที เพื่อให้พอลิเมอร์ หลอมเหลวในแม่พิมพ์เกิดการแข็งตัว
- 3.5.1.4 นำชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์ จากนั้นตัดชิ้นงานเพื่อทดสอบสมบัติการทนแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D-638



รูปที่ 3.5 เครื่องอัดขึ้นรูปร้อน



$$\sigma \text{ (N/m}^2\text{)} = \frac{F}{A} \quad \text{(สมการที่ 3.1)}$$

เมื่อ F = แรงการใช้ในการดึง (N)
 A = พื้นที่หน้าตัดเริ่มต้น (m²)

$$\text{Elongation (\%)} = \frac{\Delta L \times 100 \%}{L_0} \quad \text{(สมการที่ 3.2)}$$

เมื่อ L_0 = ความยาวเริ่มต้นของชิ้นงาน (m)
 ΔL = ผลต่างของความยาวชิ้นงานเมื่อได้รับแรงกระทำ
 กับความยาวชิ้นงานเริ่มต้น (m)

$$\text{Modulus (N/m}^2\text{)} = \frac{(\sigma)}{(\epsilon)} \quad \text{(สมการที่ 3.3)}$$

เมื่อ σ = แรงเค้น (N/m²)
 ϵ = ความเครียด

นอกจากนั้นค่าความเหนียว (Tensile toughness) ของชิ้นงานสามารถคำนวณได้จากการอินทิเกรต (Integration) จากพื้นที่ใต้กราฟ ระหว่างแรงกับระยะทาง ซึ่งค่าดังกล่าวจะมีหน่วยเป็นจูล (J)

3.5.2 โครงสร้างเคมี

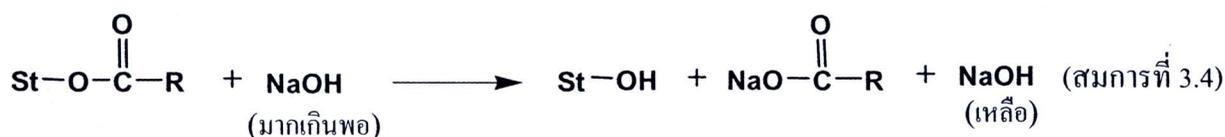
ทำการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) โดยใช้เครื่อง Perkin Elmer, Spectrum One (รูปที่ 3.6) ทำการตรวจสอบในช่วงเลขคลื่น 450 ถึง 4,000 cm⁻¹ โดยในการวิเคราะห์พอลิเมอร์ผสมระหว่าง PLA/MTPS จะทำการบดสารตัวอย่างผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBR) แล้วอัดเป็นแผ่นบาง ส่วนในการวิเคราะห์ตัวอย่างที่เป็นแป้งเทอร์โมพลาสติก (TPS) หรือ แป้งเทอร์โมพลาสติกมาลิเอต (MTPS) จะใช้เทคนิค ATR-FTIR เนื่องจากว่าสารตัวอย่างดังกล่าวมีลักษณะอ่อนและเหนียว ทำให้ไม่สามารถบดให้เป็นผงละเอียดได้



รูปที่ 3.6 เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy

3.5.3 ทดสอบหาปริมาณหมู่แทนที่ของ MTPS

การวิเคราะห์หาปริมาณหมู่แทนที่ของ MTPS จะอาศัยเทคนิคการไตเตรตย้อนกลับสารตัวอย่างที่ผ่านการทำปฏิกิริยาสaponนิฟิเคชัน (Saponification) (สมการที่ 3.4) ทั้งนี้เพื่อทำการเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันประเภทเอสเทอร์ในแป้งคัดแปลงให้กลับเป็นหมู่ไฮดรอกซี โดยปฏิกิริยาจะเริ่มจากการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณมากเกินไปลงในแป้งคัดแปลง จากนั้นเมื่อปฏิกิริยาลิ้นสุดลงจะได้แป้งที่มีหมู่ฟังก์ชันเป็นหมู่ไฮดรอกซี เกลือ และโซเดียมไฮดรอกไซด์เหลืออยู่ โดยสามารถนำโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลืออยู่ ไปทำการไตเตรตกับกรดไฮโดรคลอริก ซึ่งจะช่วยให้ทราบถึงปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไปในการทำปฏิกิริยา



โดยในการทดลองเริ่มจากการชั่ง MTPS มา 5 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร โดยให้ความร้อนประมาณ 120 องศาเซลเซียสประมาณ 20 นาที จนแป้งดังกล่าวละลายใสเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นรอให้สารละลายเย็นตัวลงและนำไปผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ(ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร) ปริมาณ 25 มิลลิลิตร (มากเกินไป) กวนสารละลายดังกล่าวทิ้งไว้ประมาณ 10 นาที จากนั้นทำการหยดฟีนอล์ฟทาไลน์ซึ่งทำหน้าที่เป็นอินดิเคเตอร์ ซึ่งเมื่อหยดแล้วจะทำให้สารละลายดังกล่าวเปลี่ยนสีจากสีใสเป็นสีชมพู จากนั้นทำการไตเตรตย้อนกลับด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร จนสารละลายดังกล่าวถึงจุดสมมูลหรือจนสารละลายดังกล่าวเปลี่ยนสีกลับจากสีชมพูเป็นสีใส จากนั้นทำการคำนวณหาปริมาณหมู่แทนที่ โดยใช้สมการที่ 3.5

$$DS = \frac{162 \times (N_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} - N_{\text{HCL}} \times V_{\text{HCL}})}{1000 \times W - 99 \times (N_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} - N_{\text{HCL}} \times V_{\text{HCL}})} \quad (\text{สมการที่ 3.5})$$

DS = ปริมาณหมู่แทนที่

N_{NaOH} = ความเข้มข้นของ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมลต่อลิตร)

V_{NaOH} = ปริมาตรของ โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เติมผสมกับสารตัวอย่าง (ลูกบาศก์เซนติเมตร)

N_{HCL} = ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก (โมลต่อลิตร)

V_{HCL} = ปริมาตรของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ในการไตเตรต (ลูกบาศก์เซนติเมตร)

W = น้ำหนักของแป้งคัดแปลง (กรัม)

หมายเหตุ

99 g/mol คือ น้ำหนักโมเลกุล (Mw) ของหมู่แทนที่มาลิเอต

162 g/mol คือ น้ำหนักโมเลกุล (Mw) ของแป้ง 1 หน่วย

3.5.4 การไตเตรตพอลิเมอร์ผสม

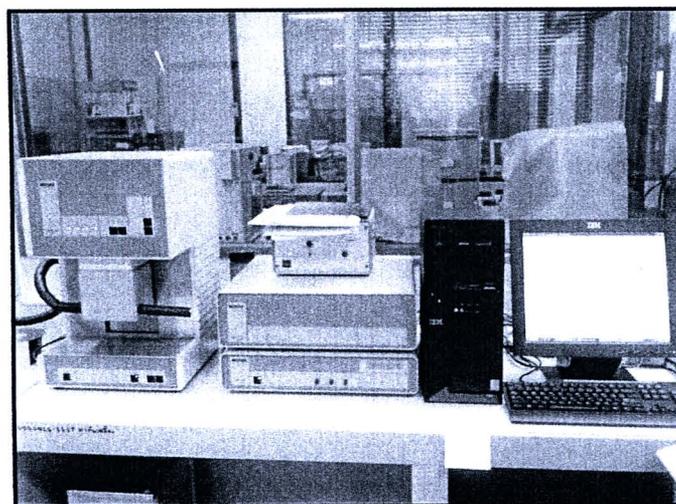
ในการวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง PLA คอมปาวด์กับ MTPS ในพอลิเมอร์ผสม ชนิดต่างๆสามารถใช้เทคนิคการไตเตรตย้อนกลับโดยอาศัยหลักการวัดปริมาณกรดที่ใช้ในการไตเตรตเบสที่เหลือจากการเติมปริมาณมากเกินไป (ปริมาณเบสที่เติมมากเกินไปหักล้างกับปริมาณกรดของผลิตภัณฑ์ข้างเคียงที่เกิดขึ้น) (รูปที่ 1.2) โดยถ้าผลิตภัณฑ์ข้างเคียงเกิดมากขึ้น ปริมาณกรดที่ใช้ในการไตเตรตก็จะวัดได้ปริมาณน้อย ซึ่งแสดงถึงปริมาณการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันสูงขึ้น โดยมีขั้นตอนดังนี้

1. ล้าง MTPS ที่ไม่ทำปฏิกิริยากับ PLA คอมปาวด์ออกเป็นอันดับแรก (เนื่องจากความเป็นกรดของแป้งคัดแปลงที่ไม่ทำปฏิกิริยาอาจส่งผลกระทบต่อผลการไตเตรต)
2. ชั่งพอลิเมอร์ผสม 5 กรัม ละลายด้วยเตตระไฮโดรฟูราน 50 มิลลิลิตร โดยให้ความร้อนประมาณ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลาประมาณ 20 นาที จนพอลิเมอร์ผสมดังกล่าวละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นรอให้สารละลายเย็นตัวลง
3. นำสารละลายดังกล่าวไปผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ปริมาณ 25 มิลลิลิตร (ปริมาณมากเกินไป) กวนสารละลายดังกล่าวทิ้งไว้ประมาณ 10 นาที
4. หยดฟีนอล์ฟทาลีนซึ่งทำหน้าที่เป็นอินดิเคเตอร์ ซึ่งเมื่อหยดแล้วจะทำให้สารละลายดังกล่าวเปลี่ยนสีจากสีใสเป็นสีชมพู

5. ทำการไตรเตรตด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร จนสารละลายดังกล่าวถึงจุดสมมูลหรือจนสารละลายดังกล่าวเปลี่ยนสีกลับจากสีชมพูเป็นสีใส ทำการวิเคราะห์ผลจากปริมาณกรดที่ไตรเตรตได้

3.5.5 สมบัติทางความร้อน

ทำการวิเคราะห์อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) ของ TPS, MTPS และพอลิเมอร์ผสม โดยใช้เทคนิค Dynamic Mechanical Thermal Analysis (DMTA), (Netzsch, 242) (รูปที่ 3.7) โดยเตรียมชิ้นงานขนาด กว้าง 5 มิลลิเมตร ยาว 50 มิลลิเมตร และหนา 0.5 มิลลิเมตร และใช้รูปแบบแรงดึงในการทดสอบ (tension mode) โดยใช้แรง 2 นิวตัน ความถี่ 1 ครั้งต่อวินาที (Hz) แอมพลิจูด 10 ไมโครเมตร และอัตราการให้ความร้อน 3 องศาเซลเซียสต่อนาที ช่วงอุณหภูมิในการทดสอบอยู่ในช่วงระหว่าง (-70) ถึง 70 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.7 เครื่อง Dynamic Mechanical Thermal Analyzer

3.5.6 โครงสร้างพื้นฐานวิทยา

ตรวจสอบลักษณะพื้นฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสมและแป้งชนิดต่างๆด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM), (Jeol, JSM-5800) (รูปที่ 3.8) ซึ่งจะเตรียมชิ้นงานโดยการหักชิ้นงานตัวอย่างภายใต้ไนโตรเจนเหลว หลังจากนั้นนำชิ้นงานดังกล่าวไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที เพื่อทำการกัดเอาส่วนของ MTPS ออกจากพอลิเมอร์ผสม จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นและอบชิ้นงานที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำชิ้นงานมาทำการเคลือบผิวด้วยทองโดยใช้เครื่อง Gold sputtering (SPI-moduleTM coater, S/N 10081 MODEL) ทั้งนี้เพื่อป้องกันการสะสมของประจุ

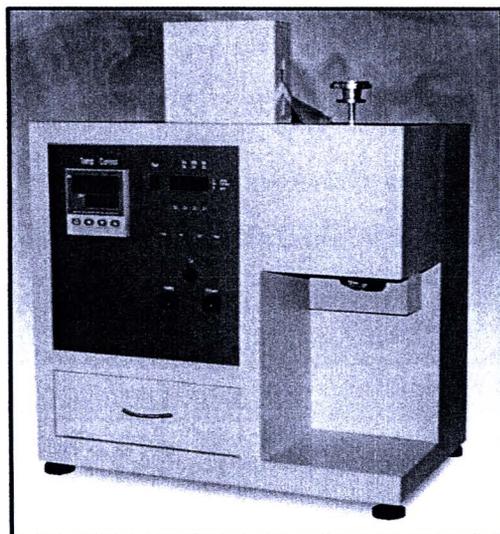
บริเวณผิวของชิ้นงาน (Charging) ก่อนที่จะนำไปทดสอบด้วยเทคนิค SEM โดยใช้แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนเป็นทั้งสแตนด์โฟลโลวและใช้ detector แบบ secondary electron นอกจากนั้นทำการวัดขนาดอนุภาคเม็ดแป้งเฉลี่ย ด้วยการพิจารณาพร้อมกับขนาดสเกล (scale bar) ที่ระบุในภาพ



รูปที่ 3.8 เครื่อง Scanning Electron Microscope

3.5.7 สมบัติการไหล

วัดค่าดัชนีการไหลของพอลิเมอร์ผสมด้วยเครื่อง Melt Flow Indexer (MFI), (Chun Yen Testing Mechines Ltd., XRL-400A) (รูปที่ 3.9) ตามมาตรฐาน ASTM D-1238 โดยทำการหลอมชิ้นงานในกระบอกหลอม ประมาณ 2 นาที อุณหภูมิในการทดสอบ 190 องศาเซลเซียส และกดชิ้นงานด้วยลูกค้อนน้ำหนัก 2.16 กิโลกรัม จากนั้นทำการชั่งน้ำหนักชิ้นงาน (กรัม) ที่ไหลออกมาภายในระยะเวลา 10 นาที



รูปที่ 3.9 เครื่องวัดค่าดัชนีการไหล