

ชื่อโครงการวิจัย	การเตรียมฟิล์ม LDPE/TiO ₂ ที่ย่อยสลายด้วยแสง
	Preparation of photodegradable LDPE/TiO ₂ film
แหล่งเงิน	งบประมาณเงินรายได้ คณะวิทยาศาสตร์
ประจำปีงบประมาณ	2555 จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน 50,000 บาท
ระยะเวลาที่ทำการวิจัย	1 ปี ตั้งแต่ 1 ตุลาคม 2554 ถึง 30 กันยายน 2555
ผู้วิจัย	นางสาวชลลดา ฤตวิรุฬห์ สาขาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ศึกษาความสามารถในการย่อยสลายฟิล์มพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE) ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO₂ Degussa P25) ที่ไม่เจือและเจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสี (CH₃COO)₂Zn, ZnSO₄ และ Zn(NO₃)₂ โดยทำการศึกษาผลของอุณหภูมิในการเผา TiO₂ (300-500°C) ผลของปริมาณ TiO₂ (1-3 phr) และผลของชนิดสารตั้งต้นสังกะสีที่เจือลงใน TiO₂ โดยทำการผสม LDPE กับ TiO₂ ด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวหนอนคู่ จากนั้นขึ้นรูปฟิล์มจากกระบวนการอัดรีดแบบฟิล์มเป่า ศึกษาการย่อยสลายของฟิล์มภายใต้แสงยูวีเป็นเวลา 4, 8 และ 12 วัน จากผลการวิจัยพบว่า TiO₂ ที่ไม่เจือ ทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 °C อัตราส่วนความเข้มเฟสอะนาเทสต่อเฟสรูไทล์ (I_A/I_R) ของ TiO₂ มากที่สุด และให้ค่าการดูดกลืนแสงยูวี-วิสิเบิลสูงสุด เมื่อนำฟิล์มไปผ่านการฉายแสงยูวีพบว่าฟิล์ม LDPE ผสม TiO₂ มีค่าดัชนีคาร์บอนิลมากกว่าฟิล์ม LDPE แต่มีค่าความแข็งแรงดิ่งลดลง แสดงว่า TiO₂ ช่วยเร่งปฏิกิริยาการสลายของสายโซ่ LDPE การเพิ่มปริมาณ TiO₂ และการเพิ่มจำนวนวันในการฉายแสงยูวี ทำให้ค่าดัชนีคาร์บอนิลของฟิล์มมากขึ้น จากการศึกษาสัณฐานวิทยาพบว่า TiO₂ มีการกระจายตัวที่ดี (Good dispersion) แต่มีการแบ่งส่วนที่ไม่ดี (Poor distribution) ผลของการเจือ TiO₂ ด้วยสารตั้งต้นสังกะสีชนิดต่างๆ พบว่าการเจือด้วย Zn(NO₃)₂ ทำให้ TiO₂ อัตราส่วนความเข้มเฟสอะนาเทสต่อเฟสรูไทล์ (I_A/I_R) มากที่สุด ให้ค่าการดูดกลืนแสงยูวี-วิสิเบิล และมีค่าดัชนีคาร์บอนิลสูงสุด รองมาคือ ZnSO₄ และ (CH₃COO)₂Zn จากสัณฐานวิทยาที่พื้นผิวของฟิล์ม LDPE ผสม TiO₂ ที่เจือด้วย Zn(NO₃)₂ พบว่าการฉายแสงยูวี ทำให้ฟิล์มมีรอยแตกและรู การเพิ่มจำนวนวันที่ใช้ในการฉายแสงเพิ่มขึ้น ทำให้รอยแตกและจำนวนรูเพิ่มขึ้น ซึ่งส่งผลให้ค่าความแข็งแรงดิ่งลดลง

คำสำคัญ : พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ, ไททาเนียมไดออกไซด์, การย่อยสลายด้วยแสง

Research title: Preparation of Photodegradable LDPE/TiO₂ film

Researcher: Chonlada Ritvirulh

Faculty: Science

Department: Chemistry

ABSTRACT

This research was focused on studying photodegradability of low density polyethylene (LDPE) films incorporated with photocatalysts. The catalyst namely titanium dioxide (TiO₂ Degussa P25) was undoped and doped with various zinc precursors including CH₃COO)₂Zn, ZnSO₄ and Zn(NO₃)₂. Effect of calcination temperature of TiO₂ (300-500°C), TiO₂ loading (1-3 php) and zinc precursor types were investigated. The compound was mixed using a twin-screw extruder and was shaped in film by an extrusion blown film process. Then the films were irradiated under ultraviolet (UV) for 4, 8 and 12 days. It was found that calcination temperature of TiO₂ at 400 °C exhibited high intensity ratio of anatase to rutile phase together with high absorbance of UV-Visible. LDPE/TiO₂ films after irradiation under UV showed an enhancement of carbonyl index value whereas tensile strength was decreased. This indicated that addition of TiO₂ could accelerate an occurrence of free radical leading to chain scission of polymer. In addition, an increase of TiO₂ content and irradiation time resulted in higher carbonyl index value. A well dispersion with poor distribution of TiO₂ in LDPE was observed from SEM. In case of LDPE mixed with doped TiO₂, it was found that a high intensity ratio of anatase to rutile phase, high absorbance of UV-Visible and carbonyl index were obtained with LDPE/Zn(NO₃)₂ doped into TiO₂. Furthermore, morphology of films revealed crack and hole on the surface. The longer of an irradiation time, the higher number of crack and holes were demonstrated, resulting in a reduction of tensile strength.

Keywords: LDPE/TiO₂/Degradation/Photocatalytic

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณบริษัทไทยพอลิเอทิลีน จำกัด (TPE) ที่ให้ความอนุเคราะห์พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE: 1905FA) เพื่อใช้ในการวิจัย

ขอขอบคุณบริษัท ทีโอเอ เพ้นท์ (ประเทศไทย) จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ (Degussa 25) เพื่อใช้ในการวิจัย

ขอขอบคุณ คุณกฤษณะ เกษประดิษฐ์ และคุณสุจิต สอนสะอาด เจ้าหน้าที่อาคารฝึกงานพอลิเมอร์ ที่อำนวยความสะดวกตลอดการดำเนินงานวิจัย

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ที่ให้การช่วยเหลือและแนะนำการใช้เครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์

การวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง จากงบประมาณเงินรายได้ คณะวิทยาศาสตร์ ประจำปีงบประมาณ 2555 ในการทำงานวิจัยนี้จนสำเร็จ ลุล่วงไปด้วยดี

ชลลดา ฤตวิรุพห์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	V
สารบัญภาพ.....	VI
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 วิธีดำเนินการวิจัย.....	2
1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ.....	4
2.1 พลาสมาพอลิเมอไรเซชัน.....	4
2.2 พลาสมาพอลิเมอไรเซชันด้วยแสง.....	5
2.3 กระบวนการกายภาพทางแสง.....	7
2.4 กระบวนการเคมีทางแสง.....	8
2.5 ไททาเนียมไดออกไซด์.....	10
2.6 พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ.....	12
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	13
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	16
3.1 สารเคมี เครื่องมือ และอุปกรณ์.....	16
3.1.1 สารเคมี.....	16
3.1.2 เครื่องมือ และอุปกรณ์.....	16
3.2 การเตรียม TiO ₂ ชนิดเจือและไม่เจือ.....	18
3.3 การเตรียมฟิล์ม LDPE ผสม TiO ₂	19
3.4 การตรวจวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO ₂	21
3.4.1 การวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO ₂	21
3.4.2 การศึกษาประสิทธิภาพช่วงการดูดกลืนแสงยูวีของ TiO ₂ โดยเทคนิค Diffuse Reflective UV-Visible Spectroscopy (DRUV).....	21
3.4.1 การวิเคราะห์หาปริมาณ Zn(NO ₃) ในตัวเร่งปฏิกิริยา.....	22
3.5 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติของฟิล์ม.....	23
3.5.1 การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกของฟิล์ม.....	23
3.5.2 การย่อยสลายของฟิล์มด้วยแสงยูวี.....	24

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.5.3 การวัดค่าดัชนีการหักเห.....	24
3.5.4 การศึกษาสัณฐานวิทยาของฟิล์ม LDPE ผสมกับตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2	25
3.5.5 การศึกษาสมบัติเชิงกล.....	26
บทที่ 4 ผลการวิจัย.....	27
4.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของ TiO_2 ที่ทำการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	27
4.1.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของ TiO_2 ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	27
4.1.2 การดูดกลืนแสงยูวีของ TiO_2 ด้วยเทคนิค Diffuse Reflective UV-Visible Spectroscopy (DRUV).....	28
4.2 ศึกษาอุณหภูมิในการเผา TiO_2 ที่มีผลต่อการสลายตัวของฟิล์ม LDPE.....	29
4.2.1 การหาค่าดัชนีการหักเหของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2 ด้วยเทคนิค Fourier transformed infrared spectrophotometer (FTIR).....	29
4.2.2 การทดสอบความแข็งแรงดึงของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2	
4.3 ศึกษาผลของปริมาณ TiO_2 ที่มีผลต่อการสลายตัวของฟิล์ม LDPE ภายใต้แสงยูวี.....	33
4.3.1 สมบัติทางความร้อน.....	33
4.3.2 การหาค่าดัชนีการหักเหของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2 ในปริมาณต่างๆ.....	33
4.3.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2 ในปริมาณต่างๆ.....	34
4.3.4 การทดสอบความแข็งแรงดึงของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2 ในปริมาณต่างๆ.....	36
4.4 ศึกษาอุณหภูมิในการเผา TiO_2 ที่ถูกเจือด้วย ZnSO_4 ที่มีต่อโครงสร้างผลึก.....	36
4.5 ศึกษาผลของประเภทสารตั้งต้นสังกะสีที่ใช้ในการเจือ TiO_2 ที่มีผลต่อการสลายตัวของฟิล์ม LDPE ภายใต้แสงยูวี.....	37
4.5.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค X-Ray power diffraction (XRD).....	37
4.5.2 การดูดกลืนแสงของ TiO_2 ที่เจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีประเภทต่างๆ ด้วยเทคนิค Diffuse Reflective UV-Visible Spectroscopy (DRUV).....	38
4.5.3 การหาค่าดัชนีการหักเหของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2 ที่เจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีประเภทต่างๆ.....	39
4.5.4 การศึกษาสัณฐานวิทยาของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2 ที่เจือด้วย $\text{Zn(NO}_3)_2$	40
4.5.5 การทดสอบความแข็งแรงดึงของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2 ที่เจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีประเภทต่างๆ.....	41
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	42
เอกสารอ้างอิง.....	44
ประวัตินักวิจัย.....	46

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 การเปลี่ยนแปลงค่าดัชนีหักเหและ % การยืดยืด จลนศาสตร์ของ E/CO พิล์มเมื่อได้รับแสงฟลูออเรสเซนซ์.....	7
2.2 การเปรียบเทียบสมบัติของ TiO_2 แบบ Rutile และ Anatase.....	11
2.3 สมบัติบางประการของ LDPE.....	12
3.1 สมบัติบางประการของ TiO_2	16
3.2 สมบัติบางประการของ LDPE เกรด LD1905FA.....	17
3.3 สูตรในการเตรียม TiO_2 ชนิดเจือและไม่เจือ.....	19
3.4 สูตรผสมในการขึ้นรูปฟิล์ม.....	20
4.1 อัตราส่วนความเข้มข้นเฟสอะนาเทสต่อเฟสรูไทล์ (I_A/I_R) ของ TiO_2 ไม่เจือและเจือที่อุณหภูมิต่างๆ...28	
4.2 ผลของการวิเคราะห์ IR สเปกตรัม.....	29
4.3 ผลการทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วย DSC.....	33
4.4 อัตราส่วนความเข้มข้นเฟสอะนาเทสต่อเฟสรูไทล์ (I_A/I_R) ของ TiO_2 ที่เจือด้วย ZnSO_4 เจือที่อุณหภูมิต่างๆ.....	37
4.5 อัตราส่วนความเข้มข้นเฟสอะนาเทสต่อเฟสรูไทล์ (I_A/I_R) ของ TiO_2 ที่เจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีประเภทต่างๆ.....	38

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2.1 โครงสร้างผลึกของ TiO_2 แบบ Rutile และ Anatase	10
3.1 ขั้นตอนการเตรียม TiO_2 ที่ไม่เจือและเจือ.....	19
3.2 ขั้นตอนการเตรียมฟิล์ม LDPE ผสมกับ TiO_2	20
3.3 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (X-ray diffractometer; XRD).....	21
3.4 เครื่องดิฟฟิวซ์รีเฟลคทีฟยูวีวิสิเบิลสเปกโตรมิเตอร์.....	22
3.5 เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (AAS).....	23
3.6 ดิฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (DSC).....	24
3.7 เครื่อง QUV และเซลล์สำหรับใส่ฟิล์ม LDPE.....	24
3.8 เครื่องฟูเรียรทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR).....	25
3.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM).....	25
3.10 เครื่องทดสอบเนกประสงค์ (Universal testing machine).....	26
4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD pattern) ของ TiO_2 ที่ไม่เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ; (a) ไม่เผา (NC), (b) 300°C, (c) 400°C และ (d) 500°C.....	27
4.2 ค่าการดูดกลืนแสงยูวีด้วยเทคนิค DRUV ของ TiO_2 ไม่เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ; (a) ไม่เผา (NC), (b) 300°C, (c) 400°C และ (d) 500°C.....	28
4.3 FTIR สเปกตรัมของฟิล์ม LDPE ผสม TiO_2 ที่ไม่เผาในปริมาณ 1 phr หลังฉายแสงยูวี 8 วัน.....	30
4.4 FTIR-ATR สเปกตรัมของฟิล์ม LDPE ผสม TiO_2 ที่ไม่เผาในปริมาณ 1 phr หลังฉายแสงยูวี 8 วัน.....	30
4.5 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า Carbonyl index กับเวลาในการฉายแสงยูวีของฟิล์ม LDPE และฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2 ปริมาณ 1 phr เผาที่อุณหภูมิต่างๆกัน.....	31
4.6 ค่าความแข็งแรงดึง (Tensile Strength) ของฟิล์ม LDPE และฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2 ปริมาณ 2 phr เผาที่อุณหภูมิต่างๆกันก่อนและหลังฉายแสงยูวี 4 วัน.....	32
4.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า Carbonyl index กับเวลาในการฉายแสงยูวีของฟิล์ม LDPE และฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2 ปริมาณต่างๆ.....	34
4.8 ลักษณะภาคตัดขวางของฟิล์ม LDPE ผสมกับผง TiO_2 ในปริมาณ 1 phr.....	35
4.9 ลักษณะภาคตัดขวางของฟิล์ม LDPE ผสมกับผง TiO_2 ในปริมาณ 2 phr.....	35
4.10 ลักษณะภาคตัดขวางของฟิล์ม LDPE ผสมกับผง TiO_2 ในปริมาณ 3 phr.....	35
4.11 ค่าความแข็งแรงดึงของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2 ในปริมาณต่างๆ ก่อนฉายแสงและหลังฉายแสงยูวีเป็นเวลา 4 วัน.....	36
4.12 XRD pattern ของ TiO_2 ที่ถูกเจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีประเภทต่างๆ; (a) $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn}$, (b) $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, (c) ZnSO_4	37
4.13 ค่าดูดกลืนแสงยูวีของ TiO_2 ที่ถูกเจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีประเภทต่างๆ; (a) $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn}$, (b) ZnSO_4 , (c) $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$	38

VIII

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4.14 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า C.I. กับเวลาในการฉายแสงยูวีของฟิล์ม LDPE ที่ผสมกับ TiO_2 เจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีประเภทต่างๆ ปริมาณ 4%mol เฝ้าที่อุณหภูมิ 300°C เทียบกับฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2 ที่ไม่เจือ (300°C).....	39
4.15 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม LDPE ผสม TiO_2 ที่เจือด้วย $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ ในปริมาณ 1 php; (a) ก่อนการฉายแสงยูวี, (b) หลังการฉายแสงยูวี 4 วัน, (c) หลังการฉายแสงยูวี 8 วัน และ (d) หลังการฉายแสงยูวี 12วัน.	40
4.16 ค่าความแข็งแรงดึงของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO_2 ที่เจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีชนิดต่างๆ เทียบกับฟิล์ม LDPE ที่ผสมกับ TiO_2 ไม่เจือ ก่อนฉายแสงและหลังฉายแสงยูวีเป็นเวลา 4 วัน.....	41