

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1. พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE) เกรดอัดรีดสำหรับเป่าฟิล์ม (LD1905F) จากบริษัท SCG Chemical จำกัด (มหาชน) สมบัติเฉพาะของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำแสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สมบัติของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำที่ใช้ในงานวิจัย [46]

Properties	Test Method	LD1905F	Unit
Resin Properties			
Melt Flow Rate	ASTM D 1238 @ 190 °C, 2.16 kg	5.00	g/10 min
Density	ASTM D 1505	0.919	g/cm ³
Melting Point	ASTM D 2117	110	°C
Vicat Softening Point	ASTM D 1525	92	°C
Brittleness Temperature	ASTM D 746	< - 70	°C
Film Properties			
Tensile Strength at Yield	ASTM D 882	MD: -* , TD:100*	kg/cm ²
Tensile Strength at Break	ASTM D 882	MD:200*, TD:150*	kg/cm ²
Tensile Modulus, 2% Secant	ASTM D 882	MD:1700*, TD:1900*	kg/cm ²
Elongation at Break	ASTM D 882	MD:400*, TD:700*	%

หมายเหตุ (*) Properties obtained from film produced on a pilot line at TPE, 38 micron, BUR 2:1,

MD = Machine Direction, TD = Transverse Direction

ข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต

2. พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น (LLDPE) จากบริษัท ExxonMobil
สมบัติเฉพาะของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้นแสดงดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สมบัติของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้นที่ใช้ในงานวิจัย [47]

Properties	Test Method	LLDPE	Unit
Resin Properties			
Melt Flow Rate	ASTM D 1238 @ 190 °C, 2.16 kg	1	g/10 min
Density	ASTM D 1505	0.923	g/cm ³
Melting Point	ASTM D 2117	119	°C
Film Properties			
Tensile Strength at Yield	ASTM D 882	MD: 9 , TD:8.5	MPa
Tensile Strength at Break	ASTM D 882	MD:46.1, TD:32.1	MPa
Tensile Modulus, 2% Secant	ASTM D 882	MD:175, TD:181.6	MPa
Elongation at Break	ASTM D 882	MD:470, TD:550	%

หมายเหตุ ข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต

3. แป้งสำปะหลังคุณภาพสูง เกรดการค้าจากบริษัท ดวงดีพัฒนา จำกัด
โดยสมบัติของแป้งมันสำปะหลังแสดงดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 สมบัติของแป้งมันสำปะหลัง

Properties	Units	Cassava starch
Particle size	µm	20
Moisture Content	%	12 – 15
Purity	%	90

หมายเหตุ ข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต

4. แคลปาคารจีแนนคุณภาพดี เกรดอาหาร(food grade) จากบริษัท เอฟ เอ เฟลเวอร์ จำกัด โดยสมบัติของแคลปาคารจีแนนแสดงดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 สมบัติของแคลปาคารจีแนน [48]

Properties	Units	Kappa Carrageenan
Particle size	μm	Less than 250
pH (1% solution)	-	7-10
Loss on Drying	-	Not more than 14%

หมายเหตุ ข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต

5. สารช่วยผสม (Fusabond® E MB 226DY), based on LDPE เกรดการค้าจากบริษัท Dow chemical จำกัด โดยสมบัติของสารช่วยผสมแสดงดังตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 สมบัติของสารช่วยผสม [49]

Properties	Test Method	Units	MB226DY
Melt flow rate	ASTM D1238	g/10 min	1.5
Density	ASTM D1505	g/cm ³	0.93
Melting point	ASTM D3418	°C	122

หมายเหตุ ข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต

6. กลีเซอรอล เกรดการค้า จากบริษัท Thai Pure Science Ltd. โดยสมบัติของกลีเซอรอลแสดงดัง ตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 สมบัติของกลีเซอรอล [20]

Properties	Units	Glycerol
Specific Gravity	-	1.26
Boiling Point	°C	290
Melting Point	°C	19
Viscosity	mps	1400
Molecular Weight	g/mole	92.09

หมายเหตุ ข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต

7. สารเร่งการเสื่อมสภาพพลาสติกเข้มข้น (P-life Degradable Plastic Masterbatch Type: NA207- 66PL-10) จากบริษัท BehnMeyer Chemical จำกัด โดยสมบัติของสารเร่งการเสื่อมสภาพพลาสติกเข้มข้น(พีไลฟ์) แสดงดังตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 สมบัติของสารเร่งการเสื่อมสภาพพลาสติก [50]

<i>P-Life Additive (Catalyst Type)</i>	SMC 2360
Metal Salt of Fatty Acid	50-70%
Rare Earth Compounds	10-20%
Lubricant	10-20%
Melting Point	80-95° C
<i>P-Life Additive (Master Batch Type)</i>	NA207-66PL-10
P-life Dosage SMC 2360 [LDPE(MI=8),Carrie Resin]	10%

หมายเหตุ ข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต

8. น้ำมันพาราฟิน จากบริษัทเคมีไทยคอปอเรชั่น จำกัด โดยสมบัติของน้ำมันพาราฟินแสดงดังตารางที่ 3.8

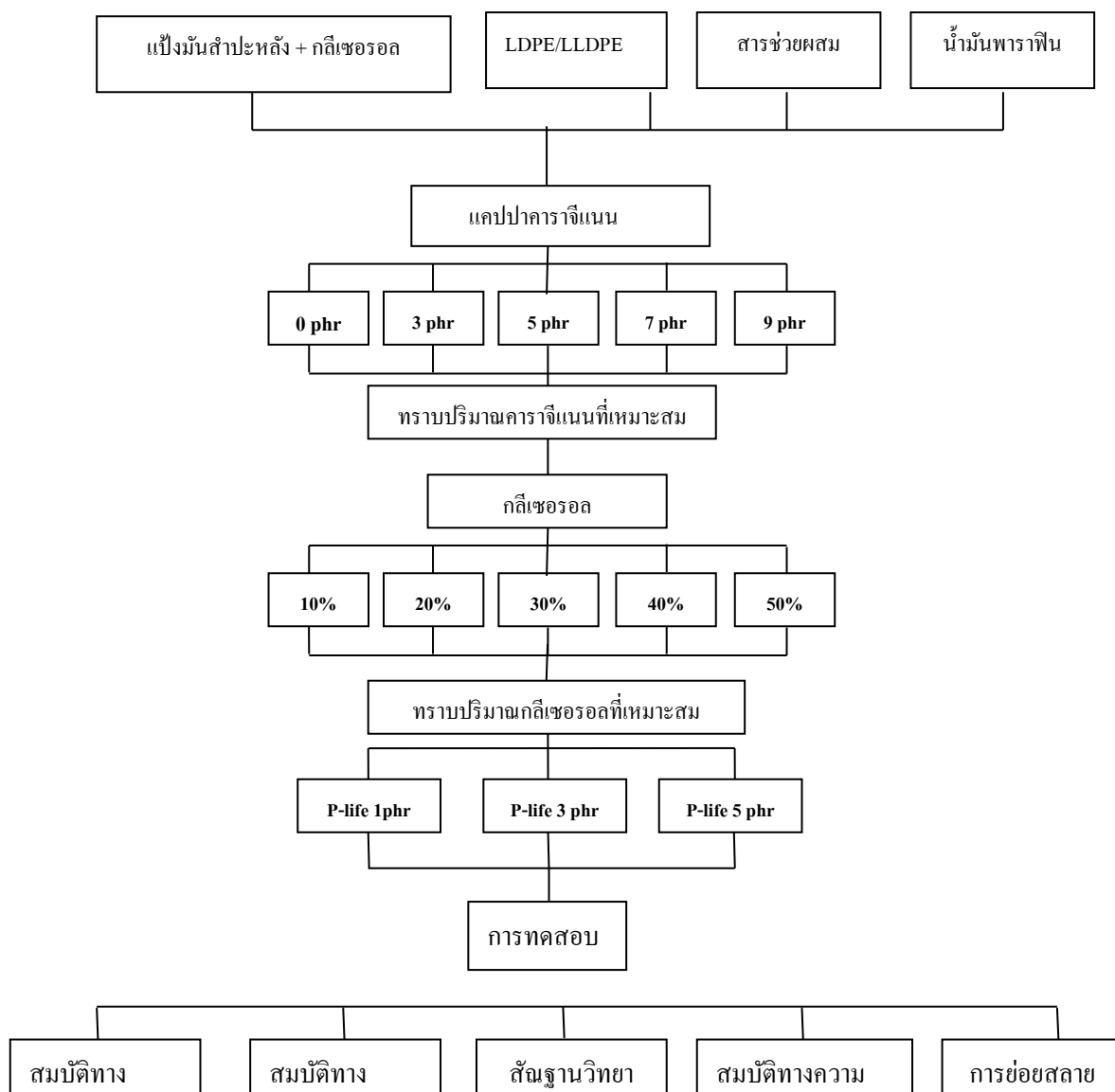
ตารางที่ 3.8 สมบัติของน้ำมันพาราฟิน [51]

Properties	Units	Paraffin Oil
Specific Gravity	-	0.88
Density	g/cm ³	0.86
Melting Point	°C	47-64
Viscosity	Pa.s	110-125

หมายเหตุ ข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

1. เครื่องอัดรีดชนิดเกลียวหนอนคู่ (Twin screw extruder): Lab Tech Engineering Co.,Ltd.รุ่น LTE- 26-40
2. เครื่องตัดเม็ดพลาสติก (Mini Pelletier) : Lab Tech Engineering Company Co.,Ltd รุ่น LZ-80
3. ตู้อบ (Oven) : JJScienclab Co.,Ltd.รุ่น Basic:Memmert
4. เครื่องเป่าฟิล์ม (Blow film extruder):Lab Tech Engineering Company Co.,Ltd. รุ่น Type LF 400
5. เครื่องวัดความหนาฟิล์ม (Digimatic micrometer): Mitutoyo รุ่น MDC 25PJ
6. เครื่องผสมความเร็วสูง (High speed mixer): Lab Tech Engineering Company Co.,Ltd.รุ่น Model 3000
7. เครื่องทดสอบสมบัติทางความร้อน(Differential Scanning Calorimeter:DSC):Mettler-Toledo Co.,Ltd รุ่น DSC 822
8. เครื่องทดสอบแรงกด(Universal Testing Machine) : Lloyd Instrument Co.,Ltd.รุ่น LR5K
9. เครื่องทดสอบดัชนีการหลอมไหล (Melt Flow Rate Tester) : CEAST รุ่น 6841
10. เครื่องชั่งน้ำหนัก ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
11. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) : รุ่น LEO 1455 VP : LEO Ltd.
12. เครื่องตรวจวิเคราะห์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy : FTIR) : Perkin Elmer รุ่น FTIR spectrum GX
13. เครื่องตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ X-ray Diffractometer (XRD) : XRD รุ่น D8 Advance
14. ตู้อบแสงอัลตราไวโอเลต บริษัท Labtech Engineering Co.Ltd. (Hg-lamp contain mercury) : Philips TUV PL-S, 9 Watt
15. กล้องจุลทรรศน์ชนิดแสง (Dino Lite Digital Microscope) รุ่น AM311



รูปที่ 3.1 แผนภาพโดยรวมของการทดลอง

3.3 วิธีดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การศึกษาปริมาณแคลปการจีแนที่เหมาะสมที่สามารถเป่าขึ้นรูปฟิล์มได้อย่างสมบูรณ์ และศึกษาผลของแคลปการจีแนที่มีต่อฟิล์มพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ/พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น/เทอร์โมพลาสติกสตาเร็กซ์

จากงานวิจัยเรื่องผลของอุณหภูมิที่มีต่อสมบัติของฟิล์มพอลิเอทิลีน/เทอร์โมพลาสติกสตาเร็กซ์ ของ วิไลรัตน์ ทวีวงสุนทร ได้ทำการเตรียมพอลิเอทิลีนผสมโดยศึกษาอัตราส่วนระหว่างพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ(LDPE) กับพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น(LLDPE) จากการทดลองพบว่าอัตราส่วนที่เหมาะสมคือ 70:30 เพราะมีดัชนีการหลอมไหลและสมบัติเชิงกลที่ดีจึงเหมาะสำหรับนำมาประยุกต์ใช้ในการเตรียมฟิล์มพอลิเอทิลีน/เทอร์โมพลาสติกสตาเร็กซ์ ดังนั้นในงานวิจัยนี้พอลิเอทิลีนที่กล่าวถึงจึงเป็นพอลิเอทิลีนผสมระหว่างพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำกับพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น ซึ่งมีอัตราส่วนผสมเท่ากับ 70:30 สำหรับขั้นตอนในการศึกษาปริมาณแคลปการจีแนที่เหมาะสมที่สามารถเป่าขึ้นรูปฟิล์มได้อย่างสมบูรณ์ และศึกษาผลของแคลปการจีแนที่มีต่อฟิล์มพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ/พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น/เทอร์โมพลาสติกสตาเร็กซ์ เป็นดังนี้

3.3.1.1 ทำการเตรียมเทอร์โมพลาสติกสตาเร็กซ์โดยอบเป่ามันสำปะหลัง ที่อุณหภูมิ 105 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำมาผสมกับกลีเซอรอล ในอัตราส่วนเป่ามันสำปะหลังต่อกลีเซอรอลเป็น 100:45 ด้วยมือให้เข้ากันแล้วนำไปผสมด้วยเครื่องผสมความเร็วสูงอีกครั้ง โดยใช้ความเร็วรอบ 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกสตาเร็กซ์ที่เตรียมได้ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.3.1.2 นำเทอร์โมพลาสติกสตาเร็กซ์ที่ผ่านการตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 12 ชั่วโมงแล้วมาผสมกับแคลปการจีแน สารช่วยผสม น้ำมันพาราฟิน พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น และพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ จากนั้นนำส่วนผสมทั้งหมด ผสมลงในเครื่องผสมความเร็วสูง โดยใช้ความเร็วรอบ 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที ซึ่งองค์ประกอบของสารต่างๆที่มีอยู่ในพอลิเมอร์ผสมสูตรแสดงดังตารางที่ 3.9 แล้วนำของผสมที่ได้ไปผสมด้วยเครื่องอัดรีดชนิดเกลียวหนอนคู่ โดยสถานะที่ใช้ในการผสมแสดงดังตารางที่ 3.10 จากนั้นดึงพอลิเมอร์ผสมให้เป็นเส้นยาวแล้วนำไปตัดเป็นเม็ด (pellet) ด้วยเครื่องตัดเม็ด

3.3.1.3 นำเม็ดพอลิเมอร์ผสมที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 105 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้นแล้วนำมาใส่ในส่วนป้อนสาร(Hopper) ของเครื่องเป่าฟิล์มแล้วทำการขึ้นรูปฟิล์มบางด้วยกระบวนการเป่าขึ้นรูป (Blown-film extrusion) โดยสภาวะที่ใช้ในการเป่าขึ้นรูป แสดงดังตารางที่ 3.11

ส่วนประกอบ สูตร	ปริมาณ(phr)				
	PE/TPS/K0	PE/TPS/K3	PE/TPS/K5	PE/TPS/K7	PE/TPS/K9
PE*	100	100	100	100	100
แป้งมันสำปะหลัง	70	70	70	70	70
กลีเซอรอล (45%ของแป้งมัน สำปะหลัง)	31.5	31.5	31.5	31.5	31.5
สารช่วยผสม	9	9	9	9	9
น้ำมันพาราฟิน	4	4	4	4	4
แคลปการจีแนน	0	3	5	7	9

ตารางที่ 3.9 อัตราส่วนของสารต่างๆที่ใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์ผสมสูตร

หมายเหตุ PE* คือ LDPE ผสมกับ LLDPE โดยใช้อัตราส่วนผสมระหว่าง LDPE:LLDPE เป็น 70:30

TPS คือ เทอร์โมพลาสติกสตา์ซ

K คือ แคลปการจีแนนที่ปริมาณต่างๆ

สูตร	อุณหภูมิ(°C)	ความเร็วรอบสกรู
------	---------------	-----------------

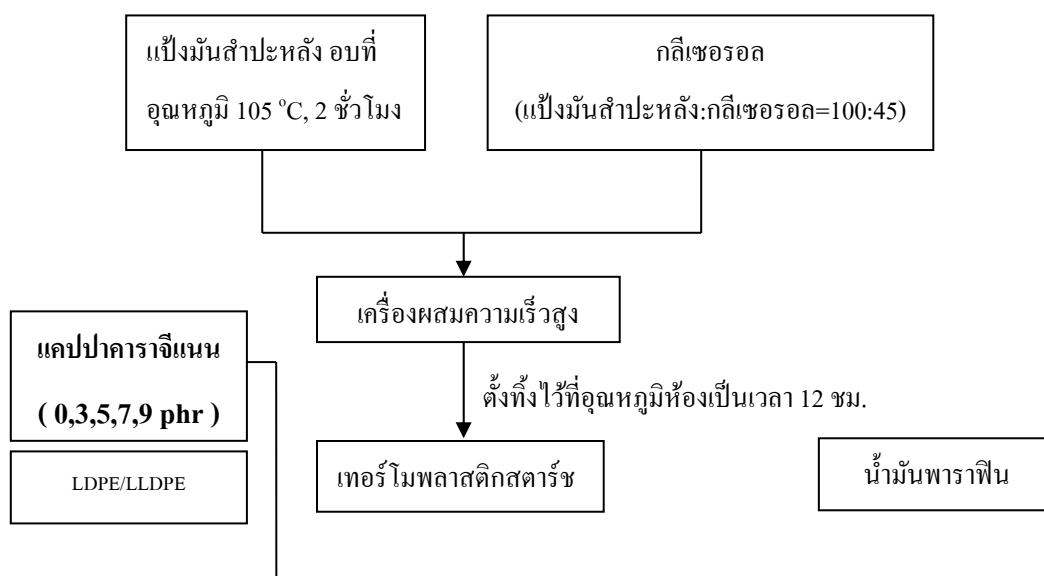
ตารางที่ 3.10 สภาวะที่ใช้ในการผสมพอลิเมอร์ผสมด้วยเครื่องอัดรีดชนิดเกลียวหนอนคู่

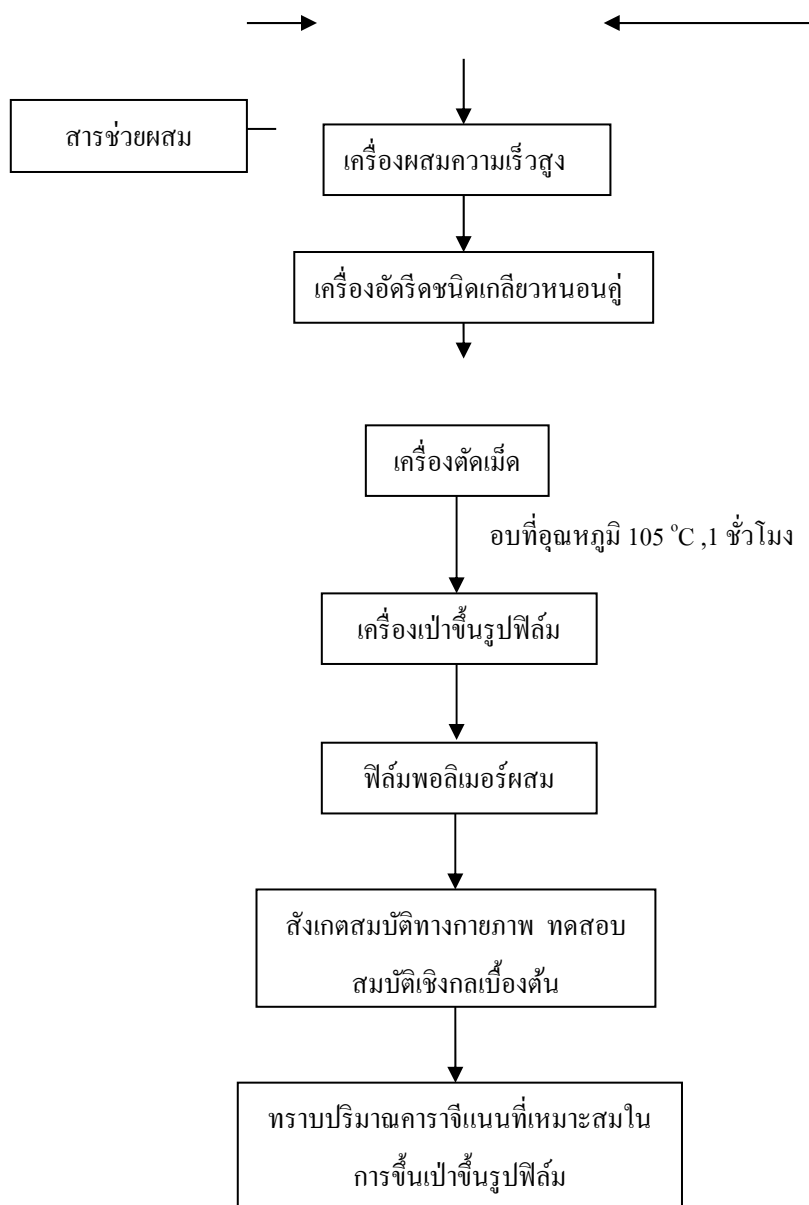
	die	9	8	7	6	5	4	3	2	1	
PE/TPS	167	167	167	140	170	170	170	160	155	140	90
PE/TPS/K3	167	167	167	140	170	170	170	160	155	140	90
PE/TPS/K5	167	167	167	140	170	170	170	160	155	140	90
PE/TPS/K7	167	167	167	140	170	170	170	160	155	140	90
PE/TPS/K9	167	167	167	140	170	170	170	160	155	140	90

ตารางที่ 3.11 สภาวะที่ใช้ในการเป่าขึ้นรูปฟิล์ม ด้วยเครื่องเป่าขึ้นรูปฟิล์ม (Blown film extruder)

สูตร	อุณหภูมิ (°C)					ความเร็วรอบสกรู (rpm)	ความเร็วรอบในการดึงลูกกลิ้ง (rpm)
	Die	H4	H3	H2	H1		
PE/TPS	167	170	165	160	155	130	6.2
PE/TPS/K3	167	170	165	160	155	130	6.2
PE/TPS/K5	167	170	165	160	155	130	6.2
PE/TPS/K7	167	170	165	160	155	130	6.2
PE/TPS/K9	167	170	165	160	155	130	6.2

3.3.1.4 ทำการสังเกตสมบัติทางกายภาพเบื้องต้นของฟิล์ม เช่น สี วัดความหนา สังเกตพื้นผิวของฟิล์ม ความสามารถในการเป่าขึ้นรูปเป็นฟิล์มบางได้ต่อเนื่องต่อเนื่องโดยไม่เกิดการขาด และทดสอบสมบัติเชิงกลเบื้องต้น เช่น ค่าความแข็งแรงดึง ณ จุดรับแรงสูงสุด ค่ายังมอดุลัส และค่าเปอร์เซ็นต์การยืด ณ จุดขาด เป็นต้น จากนั้นเลือกพอลิเมอร์ผสมสูตรที่ให้ค่าสมบัติเชิงกล และสมบัติทางกายภาพที่เหมาะสมในเตรียมฟิล์มเพื่อใช้ศึกษาในหัวข้อ 3.3.2 ต่อไป และสามารถสรุปเป็นแผนผังการดำเนินงานวิจัย ได้ดังรูปที่ 3.2





รูปที่ 3.2 แผนผังขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมและการเป่าขึ้นรูปฟิล์มบางที่มีปริมาณแคปลาการฉีกฉีกแตกต่างกัน

3.3.2 ศึกษาปริมาณและผลของกลีเซอรอลที่มีต่อแคปลาการฉีกฉีกในฟิล์มพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ/พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น/เทอร์โมพลาสติกสตาเร็กซ์/แคปลาการฉีกฉีก

จากการทดลองในหัวข้อ 3.2.1 พบว่าเกิดปัญหาเล็กน้อยระหว่างขั้นตอนการผสมเพราะพอลิเมอร์หลอมเหลวที่ออกมาจากหัวดายมีความเหนียวที่ดี แต่ขาดบ้างเล็กน้อย ทำให้ไม่สามารถดึงและถูกตัดด้วยเครื่องตัดเม็ดอัตโนมัติได้ต่อเนื่อง ทำให้กระบวนการผลิตไม่สามารถเกิดได้อย่างต่อเนื่อง ดังนั้นจึงได้นำสูตรที่สามารถเป่าขึ้นรูปเป็นฟิล์มได้ยาวต่อเนื่องและสมบูรณ์มาทำการ

ปรับปรุงให้แคลปการจีแนมมีสมบัติความเป็นพลาสติกมากขึ้นด้วย เพื่อให้เกิดความยืดหยุ่นมากขึ้นและสามารถดึงยืดได้ดีขึ้น

3.3.2.1 นำพอลิเมอร์ผสมสูตรที่เหมาะสมจาก 3.2.1 (ทราบปริมาณการจีแนมที่เหมาะสมคือ 7 phr) มาทำการศึกษาปริมาณและผลของกลีเซอรอลที่มีต่อแคลปการจีแนมในฟิล์มพอลิเมอร์ผสมโดยนำแคลปการจีแนมมาผสมกับกลีเซอรอลในปริมาณต่างๆ ดังนี้คือ กลีเซอรอล 10%, 20%, 30%, 40% และ 50% เมื่อเปรียบเทียบกับน้ำหนักของ แคลปการจีแนม แล้วผสมให้เข้ากันจากนั้นตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.3.2.2 อบแป้งมันสำปะหลัง ที่อุณหภูมิ 105 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำมาผสมกับกลีเซอรอลในอัตราส่วนแป้งมันสำปะหลังต่อกลีเซอรอล เป็น 100:45 ด้วยมือให้เข้ากันแล้วนำไปผสมด้วยเครื่องผสมความเร็วสูงอีกครั้ง โดยใช้ความเร็วรอบ 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกสตาร์ชที่เตรียมได้ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.3.2.3 นำส่วนผสมที่ได้จากข้อ 3.3.2.1 และ 3.3.2.2 ผสมให้เข้ากัน จากนั้นผสมพอลิเอทิลีน

ส่วนประกอบ	ปริมาณ(phr)
------------	-------------

ชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ สารช่วยผสมและน้ำมันพาราฟิน ลงไป แล้วนำส่วนผสมทั้งหมด ผสมลงในเครื่องผสมความเร็วสูง โดยใช้ความเร็วรอบ 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที แล้วนำของผสมที่ได้ไปผสมด้วยเครื่องอัดรีดชนิดเกลียวหนอนคู่ ซึ่งอัตราส่วนผสมต่างๆแสดงดังตารางที่ 3.12 โดยสภาวะที่ใช้ในการผสม แสดงดังตารางที่ 3.13 จากนั้นจึงพอลิเมอร์ผสมให้เป็นเส้นยาว แล้วนำไปตัดเป็นเม็ด (pellet) ด้วยเครื่องตัดเม็ด

ตารางที่ 3.12 อัตราส่วนของสารต่างๆที่มีใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์ผสมสูตร

สูตร	PE/TPS/K7/G10	PE/TPS/K7/G20	PE/TPS/K7/G30	PE/TPS/K7/G40	PE/TPS/K7/G50
PE*	100	100	100	100	100
แป้งมันสำปะหลัง	70	70	70	70	70
กลีเซอรอล					
-สำหรับแป้ง	31.5	31.5	31.5	31.5	31.5
-สำหรับคาราจีแนน	0.7 ^a	1.4 ^b	2.1 ^c	2.8 ^c	3.5 ^d
สารช่วยผสม	9	9	9	9	9
น้ำมันพาราฟิน	4	4	4	4	4
แคลป์คาราจีแนน	7	7	7	7	7

สูตร	อุณหภูมิ(°C)	ความเร็วรอบสกรู
------	---------------	-----------------

หมายเหตุ PE* คือ LDPE ผสมกับ LLDPE โดยใช้อัตราส่วนผสมระหว่าง LDPE:LLDPE เป็น 70:30
 K7 คือ แคลป์คาราจีแนน 7 phr (ที่ได้จากการทดลองในหัวข้อ 3.2.1)
 a-d คือ ปริมาณกลีเซอรอลที่เมื่อคิดกลับในส่วนที่เป็นคาราจีแนนจะได้เป็น 10% -50% โดย
 น้ำหนักของคาราจีแนน ตามลำดับ

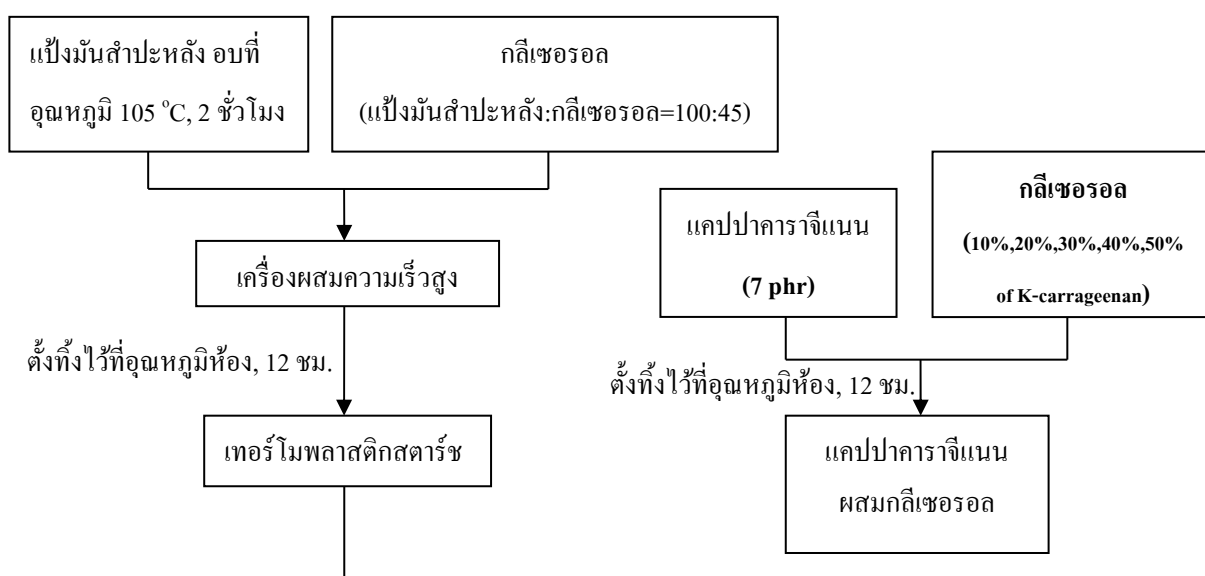
- 3.3.2.4 นำเม็ดพอลิเมอร์ผสมที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 105 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้น แล้วนำมาใส่ในส่วนป้อนสาร(Hopper) ของเครื่องเป่าฟิล์มแล้วทำการขึ้นรูปฟิล์มบางด้วยกระบวนการเป่าขึ้นรูป(Blown-film extrusion) โดยสภาวะที่ใช้ในการเป่าขึ้นรูปแสดงดังตารางที่ 3.14
- 3.3.2.5 เลือกพอลิเมอร์ผสมสูตรที่มีค่าสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพที่เหมาะสมในเตรียมฟิล์มไปใช้ศึกษาในหัวข้อ 3.2.3 ต่อไปโดยพิจารณาจากสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลเบื้องต้นของฟิล์ม เช่น สี ทัศนความหนา สัมผัสพื้นผิวของฟิล์ม ความสามารถในการเป่าขึ้นรูปเป็นฟิล์มบางได้ต่อเนื่องอย่างต่อเนื่องโดยไม่เกิดการขาด และทดสอบสมบัติเชิงกล เช่น ค่าความแข็งแรงดึง ณ จุดรับแรงสูงสุด ค่ายังมอดุลัส และค่าเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด เป็นต้น และสามารถสรุปเป็นแผนผังการดำเนินงานวิจัยได้ ดังรูปที่ 3.3

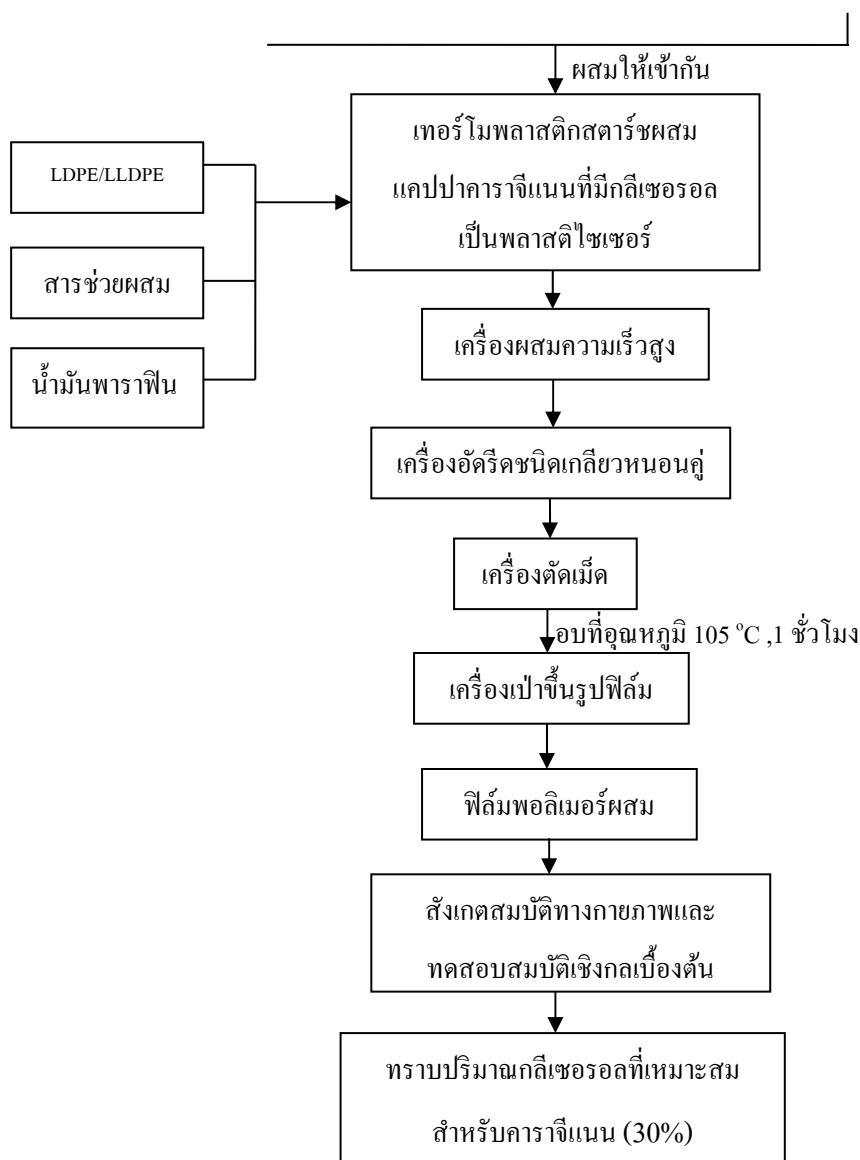
ตารางที่ 3.13 สภาวะที่ใช้ในการผสมพอลิเมอร์ผสมด้วยเครื่องอัดรีดชนิดเกลียวหนอนคู่

	die	9	8	7	6	5	4	3	2	1	
PE/TPS/K7/G10	167	167	167	140	170	170	170	160	155	140	90
PE/TPS/K7/G20	167	167	167	140	170	170	170	160	155	140	90
PE/TPS/K7/G30	167	167	167	140	170	170	170	160	155	140	90
PE/TPS/K7/G40	167	167	167	140	170	170	170	160	155	140	90
PE/TPS/K7/G50	167	167	167	140	170	170	170	160	155	140	90

ตารางที่ 3.14 สภาวะที่ใช้การเป่าขึ้นรูปฟิล์ม ด้วยเครื่องเป่าขึ้นรูปฟิล์ม (Blown film extruder)

สูตร	อุณหภูมิแต่ละบริเวณ(°C)					ความเร็วรอบสกรู (rpm)	ความเร็วรอบในการดึงลูกกลิ้ง (rpm)
	Die	H4	H3	H2	H1		
PE/TPS/K7/G10	167	170	165	160	155	130	6.2
PE/TPS/K7/G20	167	170	165	160	155	130	6.2
PE/TPS/K7/G30	167	170	165	160	155	130	6.2
PE/TPS/K7/G40	167	170	165	160	155	130	6.2
PE/TPS/K7/G50	167	170	165	160	155	130	6.2



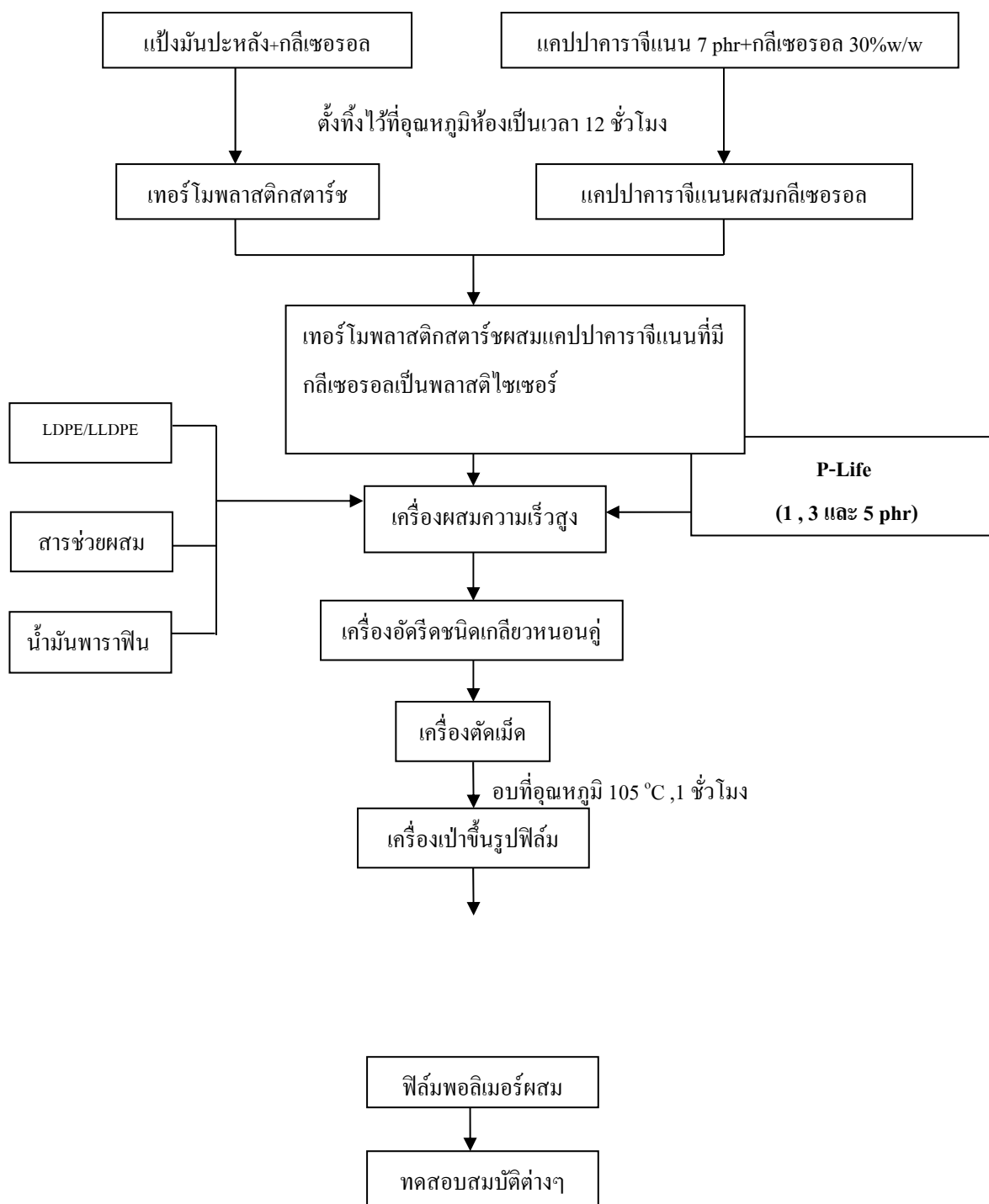


รูปที่ 3.3 แผนผังขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมและการเป่าขึ้นรูปฟิล์มบางที่มีปริมาณกลีเซอรอลในแคปทาร์จิแนนแตกต่างกัน

3.3.3 ปรับปรุงความสามารถในการย่อยสลายของฟิล์มพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ/พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น/เทอร์โมพลาสติกสตาบิลิซเซอร์/แคปทาร์จิแนน ด้วยการเติมสารเร่งการเสื่อมสภาพพลาสติก (ฟีลล์)

3.3.3.1 ทำการปรับปรุงสมบัติความสามารถในการย่อยสลายของฟิล์มพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ/พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น/เทอร์โมพลาสติกสตาบิลิซเซอร์/แคปทาร์จิแนนที่เตรียมได้จากการทดลองในหัวข้อ 3.3.2 (สูตรที่เหมาะสมที่สุด) ด้วยสารเร่งการเสื่อมสภาพพลาสติกในปริมาณ 1, 3 และ 5 phr ซึ่งอัตราส่วนผสมและสภาวะที่ใช้ในการผสมและเป่าขึ้นรูปฟิล์มเหมือนกับการทดลองในหัวข้อ 3.3.2

และแผนภาพการทดลองโดยรวม ทั้ง 3 ตอนสามารถแสดงได้ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 แผนผังขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมและการเป่าขึ้นรูปฟิล์มบางที่มีปริมาณสารเร่งการเสื่อมสภาพพลาสติกแตกต่างกัน

3.4 วิธีการทดสอบ

3.4.1 การวัดดัชนีการหลอมไหล (Melt flow index: MFI) [52]

ทำการวัดความสามารถในการไหลของพอลิเมอร์ผสมด้วยเครื่อง Melt flow indexer โดยใช้อุณหภูมิ 190 °C และใช้น้ำหนัก 2.16 กิโลกรัม รายงานผลในหน่วย กรัม/10 นาที ตามมาตรฐาน ASTM D 1238

3.4.2 การตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy : FTIR) [53]

การตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FTIR) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการตรวจวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของสารตัวอย่าง ด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy การเตรียมตัวอย่างทดสอบโดยตัดฟิล์มให้มีขนาดเล็ก(ละเอียด)และนำผงละเอียดที่ได้ไปบดผสมกับ KBr แล้วนำไปอัดด้วยเครื่องอัดจะได้สารเป็นแผ่นกลมออกมา จากนั้นนำชิ้นทดสอบมาติดไว้บนหน้าต่างเซลล์ แล้วบรรจุลงในที่บรรจุเซลล์ (Cell holder) เพื่อทำการวัดหาค่าหมู่ฟังก์ชันของสารตัวอย่าง ที่เลขคลื่นช่วง $4,000 - 400 \text{ cm}^{-1}$

3.4.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาของฟิล์ม (Morphological Analysis) [54]

ศึกษาลักษณะการจัดเรียงตัว การกระจายตัว ของแป้งมันสำปะหลัง แคปลาการจีแนน ภายในพื้นผิวของพอลิเอทิลีน โดยจะทำการเคลือบฟิล์มตัวอย่างด้วยเรซิน จากนั้นจะนำฟิล์มที่เคลือบด้วยเรซินไปหักที่อุณหภูมิต่ำ (Cryogenic fracture) ด้วยไนโตรเจนเหลว (Liquid nitrogen) จากนั้นทำการเคลือบผิวของฟิล์มที่บริเวณรอยหักด้านข้างของฟิล์มด้วยทอง แล้วนำไปส่องดูที่ผิวบริเวณที่เกิดการแตกหัก(Fractured surface) และส่องดูพื้นผิวของฟิล์ม ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope:SEM) และศึกษาการกระจายตัวแคปลาการจีแนนด้วยกล้องจุลทรรศน์ชนิดแสง (Optical Microscope:OM)

3.4.4 การทดสอบสมบัติทางความร้อน (Thermal properties)

3.4.4.1 เทคนิค Differential Scanning Calorimetry : DSC [55]

นำฟิล์มตัวอย่างมาศึกษาค่าร้อยละความเป็นผลึก (%Crystallinity) อุณหภูมิหลอมเหลว ผลึก (T_m) และอุณหภูมิเริ่มตกผลึก ($T_{c \text{ onset}}$) ด้วยเครื่อง DSC โดยทำการชั่งน้ำหนักสารประมาณ 5 – 10 mg. นำมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิเริ่มต้น -50 °C ด้วยอัตราการให้ความร้อน (Heating rate) เท่ากับ 5 °C/min จนถึงอุณหภูมิสูงสุด คือ 250 °C

3.4.4.2 เทคนิค Thermogravimetric Analysis : TGA [56]

ทำการศึกษาอุณหภูมิเริ่มการสลายตัว (Onset temperature)ของฟิล์ม ทำได้โดยชั่งสารตัวอย่างประมาณ 5 – 10 mg. และนำมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิเริ่มต้น 50 °C ด้วยอัตราการให้ความ

ร้อน (Heating rate) เท่ากับ $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ จนถึงอุณหภูมิสูงสุด คือ 800°C ภายใต้สภาวะบรรยากาศของไนโตรเจน ตามมาตรฐาน ASTM E 1131 และเมื่อได้เทอร์โมแกรมแล้ว จึงนำมาทำอนุพันธ์ของเทอร์โมแกรม (Derivative thermogram) ได้เป็น DTG

3.4.5 การทดสอบสมบัติเชิงกล (Mechanical properties) [57]

3.4.5.1 การทดสอบแรงดึง (Tensile tests) [57]

ทดสอบความแข็งแรงดึง (Tensile strength) ค่ามอดุลัส (Modulus) และเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด (% Elongation at break) ของฟิล์มตามมาตรฐาน ASTM D882 โดยตัดฟิล์มตัวอย่างเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ซึ่งกำหนดให้ชิ้นงานมีความยาว 140 mm. กว้าง 20 mm. ในทิศทางตามแนวเครื่องจักร (Machine Direction : MD) และทิศทางตามขวางเครื่องจักร (Transverse Direction : TD) ทิศทางละ 10 ชิ้น วัดความหนาของแต่ละชิ้นงาน จากนั้นทำการทดสอบด้วยเครื่องทดสอบอเนกประสงค์ โดยมีสภาวะที่ใช้ทดสอบ ดังนี้

น้ำหนักสูงสุดที่รับแรง (Load cell) 100 N

ระยะห่างของตัวจับชิ้นงาน (Gauge length) 50 mm.

ความเร็วในการดึง (Cross head speed) 500 mm/min

โดยทำการทดสอบที่อุณหภูมิห้อง เพื่อหาค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength) ค่ามอดุลัส (Modulus) และเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด (% Elongation at break) โดยสามารถคำนวณค่าต่างๆ ได้ดังนี้

$$\text{ค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength : } \sigma) = \frac{F}{A}$$

$$\text{ค่ามอดุลัส (Modulus : E)} = \text{ความเค้น } (\sigma) / \text{ความเครียด } (\epsilon)$$

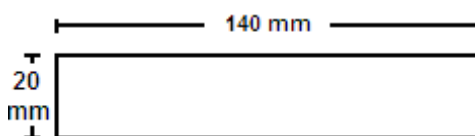
$$\text{เปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด} = \left[\frac{L - L_0}{L_0} \right] \times 100$$

เมื่อ F คือ แรงดึงยึดชิ้นงานตัวอย่าง

A คือ พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงานตัวอย่าง

L คือ ระยะระหว่างจุดสองจุดหลังทำการดึงยึดชิ้นงานตัวอย่าง (mm.)

L_0 คือ ระยะระหว่างจุดสองจุดก่อนทำการดึงยึดชิ้นงาน (mm.)



รูปที่ 3.5 ตัวอย่างการเตรียมชิ้นงานทดสอบค่าแรงดึง

3.4.6 ศึกษาสมบัติทางกายภาพ (Physical properties) [58,59]

3.4.6.1 การตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของแผ่นฟิล์ม [58]

สังเกตลักษณะการเป่าขึ้นรูปโดยพิจารณาจากความสามารถในการเป่าเป็นฟิล์มได้อย่างต่อเนื่อง สังเกตสี พื้นผิวของฟิล์มที่ได้ และวัดความหนาด้วยไมโครมิเตอร์

3.4.6.2 ปริมาณการดูดซับน้ำ (Water absorption) [59]

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 570 นำชิ้นงานตัวอย่างที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 °C จนกระทั่งมีน้ำหนักคงที่ จดน้ำหนักไว้ จากนั้นนำไปแช่ในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 20 วัน โดยนำชิ้นงานขึ้นมาบันทึกน้ำหนักทุกๆ 2 วัน ซึ่งปริมาณการดูดซับน้ำสามารถคำนวณได้ดังนี้

$$W_a(\%) = (W_e - W_0) / W_0 \times 100$$

เมื่อ W_a คือ เปอร์เซ็นต์การดูดซับน้ำ

W_e คือ น้ำหนักหลังการดูดซับน้ำ

W_0 คือ น้ำหนักก่อนการดูดซับน้ำ

3.4.7 การทดสอบการย่อยสลายได้ของฟิล์ม

3.4.7.1 การทดสอบการย่อยสลายทางความร้อนและทางแสง (ทำเฉพาะการทดลองใน

หัวข้อ 3.3.3)

ตัดฟิล์มเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าให้มีความกว้าง 20 mm และความยาว 140 mm แล้วนำไปทดสอบการย่อยสลายทางความร้อนด้วยการเอจจิง (Ageing) โดยนำชิ้นงานไปอบในตู้อบอุณหภูมิ 70 °C [60] เป็นระยะเวลา 7 วัน และจากนั้นทดสอบการย่อยสลายทางแสงโดยนำชิ้นงานไปใส่ตู้ยูวี โดยใช้หลอดยูวี (Hg-lamp contain mercury, 9 Watt) ฉายแสงวันละ 12 ชั่วโมงและนำชิ้นงานออกทุกๆ 2 สัปดาห์ เป็นระยะเวลา 4 เดือน และเพื่อเป็นการยืนยันว่าฟิล์มเกิดการย่อยสลายทางความร้อนและทางแสงจริง จึงนำชิ้นงานที่ผ่านการเอจจิงและฉายแสงยูวี มาคำนวณหาปริมาณการออกซิเดชันโดยนำไปวิเคราะห์โดยเครื่อง FTIR Spectrophotometer ในช่วงความยาว

คลื่น $4,000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ โดยเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงของหมู่คาร์บอนิลที่เลขคลื่น $1,400 - 1,800 \text{ cm}^{-1}$ เพื่อยืนยันการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันภายในโมเลกุลพอลิเมอร์ที่เกิดจากการสลายตัวโดยความร้อนและแสงยูวี

-การคำนวณดัชนีคาร์บอนิล (COi) จากสมการต่อไปนี้ [61]

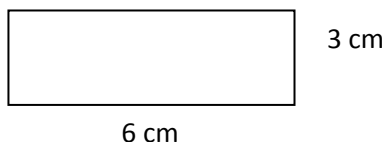
$$\text{Carbonyl Index (COi)} = \frac{\text{Absorption band at } 1640-1840 \text{ cm}^{-1}}{\text{Absorption band at } 1463 \text{ cm}^{-1}}$$

3.4.7.2 การทดสอบการย่อยสลายทางชีวภาพโดยการฝังดิน (Soil Burial Test) [62]

ตัดชิ้นงานที่ต้องการทดสอบเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 30×120 มิลลิเมตร ฝังลงในดินลึกประมาณ 15 เซนติเมตร เป็นระยะเวลา 6 เดือน ซึ่งทำการทดสอบภายใต้สภาวะธรรมชาติที่บริเวณหน้าอาคารปฏิบัติการพอลิเมอร์ โดยทำการควบคุมปริมาณความชื้นและค่า pH ในดินให้คงที่(ปริมาณความชื้นในดิน 30% และค่า pH เท่ากับ 7) จากนั้นเมื่อครบกำหนดทุก 2 สัปดาห์ จะทำการขุดตัวอย่างฟิล์มทดสอบออกมาสังเกตการย่อยสลาย

3.4.8 การทดสอบโดยใช้สารละลายไอโอดีน [63,64]

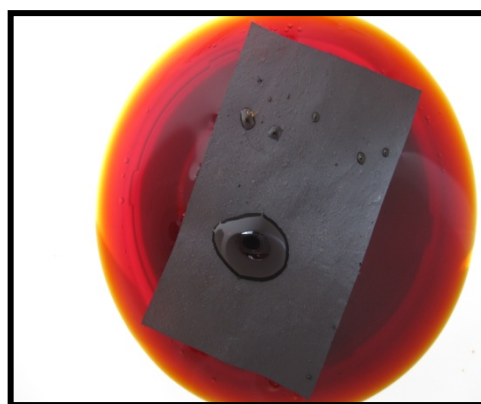
เพื่อศึกษาการกระจายตัวของแป้งมันสำปะหลังและแคลปาคาราจีแนนในฟิล์มพอลิเมอร์ผสมเบื้องต้นทำได้โดยตัดชิ้นงานเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 3×6 เซนติเมตร แล้วนำไปแช่ในสารละลายไอโอดีนเข้มข้น 0.025 M เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นสังเกตการเปลี่ยนแปลงของสีที่เกิดขึ้นบนแผ่นฟิล์ม



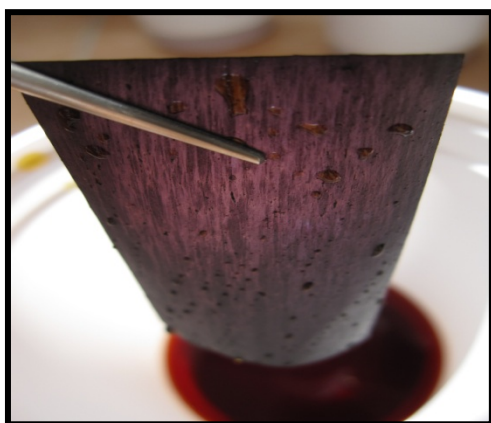
รูปที่ 3.6 การเตรียมชิ้นงานทดสอบด้วยสารละลายไอโอดีน



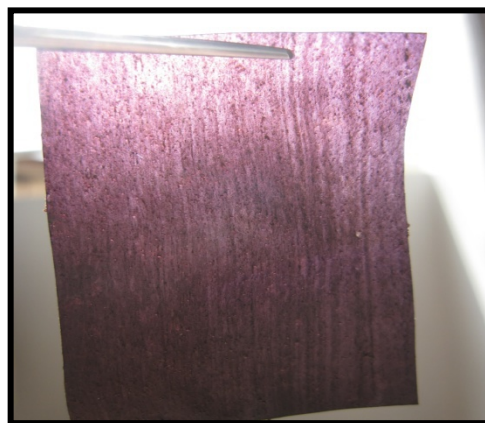
(ก)



(ข)



(ค)



(ง)

รูปที่ 3.7 การทดสอบชิ้นงานด้วยสารละลายไอโอดีน : (ก) ชิ้นงานก่อนแช่สารละลายไอโอดีน

(ข) ขณะแช่ชิ้นงานในสารละลายไอโอดีนเป็นเวลา 10 นาที

(ค) นำชิ้นงานออกจากสารละลายไอโอดีน

(ง) ชิ้นงานหลังจากที่แช่สารละลายไอโอดีน