



# วิทยานิพนธ์

การสร้างชุดทดสอบต้นแบบวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊ส  
สำหรับพลาสติกทางการบรรจุ

**DEVELOPMENT OF PROTOTYPE TEST CELL FOR GAS  
TRANSMISSION RATE MEASUREMENT THROUGH  
PLASTICS PACKAGING**

นายจักรพันธ์ เกาทอง

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

พ.ศ. 2550



## ใบรับรองวิทยานิพนธ์

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต (เทคโนโลยีการบรรจุ)

ปริญญา

เทคโนโลยีการบรรจุ

เทคโนโลยีการบรรจุ

สาขา

ภาควิชา

เรื่อง การสร้างชุดทดสอบต้นแบบวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊สสำหรับพลาสติกทางการบรรจุ

Development of Prototype Test cell for Gas Transmission rate Measurement through  
Plastics Packaging

นามผู้วิจัย นายจักรพันธ์ เกาทอง

ได้พิจารณาเห็นชอบโดย

ประธานกรรมการ

( รองศาสตราจารย์งามทิพย์ กุ้วโรดม, Ph.D )

กรรมการ

( ผู้ช่วยศาสตราจารย์วาลี ชนเห็นชอบ, Ph.D )

กรรมการ

( ผู้ช่วยศาสตราจารย์อรพินท์ เจียรถาวร, Ph.D )

กรรมการ

( ผู้ช่วยศาสตราจารย์สังจาทิพย์ ทศนีย์พันธุ์, M.S. )

หัวหน้าภาควิชา

( ผู้ช่วยศาสตราจารย์วาลี ชนเห็นชอบ, Ph.D )

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์รับรองแล้ว

( รองศาสตราจารย์วินัย อางคงหาญ, M.A. )

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

วันที่ 18 เดือน พฤษภาคม พ.ศ. 2550

วิทยานิพนธ์

เรื่อง

การสร้างชุดทดสอบต้นแบบวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊ส สำหรับพลาสติกทางการบรรจุ

Development of Prototype Test cell for Gas Transmission rate Measurement through Plastics  
Packaging

โดย

นายจักรพันธ์ เกาทอง

เสนอ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

เพื่อความสมบูรณ์แห่งปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เทคโนโลยีการบรรจุ)

พ.ศ. 2550

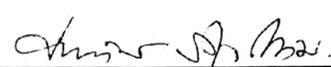
จักรพันธ์ เกาทอง 2550: การสร้างชุดทดสอบต้นแบบวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊สสำหรับพลาสติก  
ทางการบรรจุ ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เทคโนโลยีการบรรจุ) สาขาเทคโนโลยีการบรรจุ  
ภาควิชาเทคโนโลยีการบรรจุ ปรธานกรรมการที่ปรึกษา: รองศาสตราจารย์งามทิพย์ ภู่วโรดม, Ph.D  
167 หน้า

สมบัติด้านการซึมผ่านของพลาสติก มีผลต่อการเสื่อมเสียคุณภาพของผลิตภัณฑ์ที่บรรจุ โดยเฉพาะ  
ผลิตภัณฑ์อาหาร จึงเป็นปัจจัยสำคัญในการพิจารณาเลือกพลาสติกที่เหมาะสมกับแต่ละผลิตภัณฑ์ จึงจำเป็นต้อง  
มีการตรวจวัด อุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊ส ส่วนใหญ่มีราคาสูง นำเข้าจากต่างประเทศ  
และมักออกแบบให้ใช้สำหรับการตรวจวัดอัตราการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของแผ่นฟิล์มเป็นส่วนใหญ่

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ในการสร้างชุดทดสอบต้นแบบตรวจวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊ส สำหรับ  
พลาสติกทางการบรรจุแบบไอโซสแตติก (isostatic method) โดยใช้เครื่องวิเคราะห์แก๊ส โครมาโทกราฟี (gas  
chromatography) โดยสามารถใช้ชุดนี้ได้ทั้งแผ่นฟิล์มและภาชนะบรรจุคงรูป และสามารถประยุกต์ชุดทดสอบนี้  
เพื่อการตรวจวัดอัตราการซึมผ่านของสารซึมผ่านชนิดอื่นได้

การออกแบบระบบของชุดทดสอบต้นแบบเพื่อให้สามารถใช้ทดสอบได้ทั้งแผ่นฟิล์มและภาชนะ  
บรรจุคงรูป พบว่าสามารถออกแบบให้ใช้ชุดฐานร่วมกัน โดยชุดฝามีสองชุดแยกตามชนิดของตัวอย่าง และใช้  
วาล์ว 3 ทางเป็นอุปกรณ์กำหนดทิศทางการไหลของแก๊ส ซึ่งจะแตกต่างกันตามชนิดของตัวอย่างทดสอบ  
สำหรับการใช้ชุดทดสอบกับภาชนะบรรจุคงรูปที่มีความกว้างของปากแตกต่างกัน ต้องใช้อุปกรณ์จับยึดตัวอย่าง  
เพิ่ม ในการใส่แก๊สออกจากระบบก่อนการทดสอบ พบว่าตำแหน่งของวาล์วปรับอัตราการไหลเป็นปัจจัยสำคัญ  
ต่อเวลาที่ใช้ใส่แก๊สภายในระบบ โดยวาล์วนี้ต้องอยู่หลังวาล์ว 3 ทางที่ใช้สำหรับเลือกระบบใส่แก๊สหรือทดสอบ  
ทั้งนี้ยังได้ออกแบบวิธีการเตรียมแก๊สมาตรฐานสำหรับเครื่องวิเคราะห์แก๊ส ผลการประเมินประสิทธิภาพของชุด  
ทดสอบ พบว่าสามารถสร้างสภาวะให้เกิดการซึมผ่านของแก๊สได้ จากการตรวจวัดค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊ส  
ออกซิเจนกับฟิล์มตัวอย่าง 3 ชนิด ได้แก่ LLDPE 20  $\mu\text{m}$ , CPP 25  $\mu\text{m}$  และ NYLON/LLDPE 30  $\mu\text{m}$  ได้ค่า  
8,732 $\pm$ 201, 4,363 $\pm$ 28 และ 1,668 $\pm$ 111  $\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$  ตามลำดับ ค่าที่ตรวจวัดได้อยู่ในพิสัยค่าปกติของฟิล์ม  
และอยู่ในช่วงเดียวกับค่าที่ตรวจวัดด้วยเครื่อง Illinois 8500 เมื่อทดสอบความสามารถในการวัดซ้ำของชุด  
ทดสอบ พบว่าค่าที่ได้ลดลง อาจเป็นผลมาจากแก๊สออกซิเจนอิ่มตัวอยู่ในเนื้อตัวอย่างที่ใช้วัดซ้ำ ชุดทดสอบ  
ต้นแบบนี้ใช้งานได้ในพิสัย 1,500-9,000  $\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$  การทดลองใช้ชุดทดสอบกับตัวอย่างภาชนะบรรจุ 3  
ชนิด ได้แก่ขวด PE 325 ml ความหนาเฉลี่ย 1.260 mm ขวด PE 250 ml ความหนาเฉลี่ย 0.475 mm และ ถ้วย PE  
250 ml ความหนาเฉลี่ย 0.320 mm ได้ค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน 2.36 $\pm$ 0.0964, 1.95 $\pm$ 0.0721 และ  
3.20 $\pm$ 0.1800  $\text{cm}^3/\text{pkg} \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$  ตามลำดับ ค่าที่ตรวจวัดได้สอดคล้องค่าที่ควรจะเป็นของตัวอย่าง งานวิจัยต่อไป  
ควรปรับปรุงการเตรียมกราฟมาตรฐาน และปรับปรุงชุดทดสอบให้ใช้ชุดวาล์วอัตโนมัติสำหรับเปลี่ยนทิศทางการ  
การไหลของแก๊ส ที่กำหนดขั้นตอนการทำงานระหว่างการใส่แก๊สและการทดสอบ

 10 ก.พ.  
ลายมือชื่อนิติติ

  
ลายมือชื่อประธานกรรมการ

18 / 05 / 2550

Chackapan Ngaouwthong 2007: Development of Prototype Test cell for Gas Transmission rate Measurement through Plastics Packaging. Master of Science (Packaging Technology), Major Field: Packaging Technology, Department of Packaging Technology. Thesis Advisor: Associate Professor Ngamtip Poovarodom, Ph.D 167 pages.

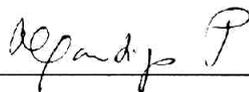
Permeation properties of plastics affect significantly on the deterioration of packaged products, especially foods, and become a major factor in plastic selection for a given product. The determination of gas permeability of plastic requires sophisticated apparatus, normally expensive. The apparatus are generally designed for the measurements of oxygen permeation through films.

This research was aimed to prepare a prototype test cell for gas transmission rate measurement through plastic packaging, according to the isostatic method and using gas chromatography. The prototype test cell would be suite for samples either film or rigid package and would be applied for other gas transmission measurements.

The designed test cell consists of two chambers; the lower one is the common chamber and the upper one is changeable depending on the samples, film or rigid package. Three ways valve is used to select the directions of gas flow, which are different between purging and testing. For rigid packages of different width of opening end, it is necessary to add a fixture tool. To purge gas, it was found that the position of flow control valve was the determining factor for purging time. This valve has to be located just behind the three way valve. It was also designed the apparatus for mixing gas used in standard curve preparation. According to the evaluation of the test cell performance, this test cell could create the condition of gas permeation. From the measurement of oxygen permeability through three different types of films; LLDPE 20  $\mu\text{m}$ , CPP 25  $\mu\text{m}$  and NYLON/LLDPE 30  $\mu\text{m}$ , the values of oxygen transmission rate were  $8,732\pm 201$ ,  $4,363\pm 28$ , and  $1,668\pm 111 \text{ cm}^3/\text{m}^2.\text{day}.\text{atm}$ , respectively. These values corresponded relatively well to the results from Illinois 8500. The repeatability was also evaluated and it was shown that the results of 5 measurements of the same sample decreased constantly. This may be due to the effect of gas saturation in plastic. This test cell can be used for measurements in the range of 1,500 to 9,000  $\text{cm}^3/\text{m}^2.\text{day}.\text{atm}$ . The test cell was tested with three types of rigid packages: PE bottle 325 ml, thickness 1.260 mm; PE bottle 250 ml, thickness 0.475 mm; and PE cup 250 ml, thickness 0.320 mm; the oxygen transmission rate values were  $2.36\pm 0.0964$ ,  $1.95\pm 0.0721$  and  $3.20\pm 0.1800 \text{ cm}^3/\text{pkg}.\text{day}.\text{atm}$ , respectively. The result conformed fairly to the expected values of the samples. It would be beneficial to conduct further research to improve the standard curve preparation and introduce an automatic valves to control the gas flow directions, either for purging or testing.



Student's signature



Thesis Advisor's signature

18 / 05 / 2007

## กิตติกรรมประกาศ

กราบขอบพระคุณรองศาสตราจารย์ ดร. งามทิพย์ ภู่วโรดม ประธานกรรมการที่ปรึกษา  
วิทยานิพนธ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วาณี ชนเห็นชอบ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อรพินท์ เจียรถาวร  
กรรมการที่ปรึกษาวิชาเอก และผู้ช่วยศาสตราจารย์ สัจจาทิพย์ ทศนียพันธ์ุ กรรมการวิชาการ ที่ให้  
คำปรึกษาในการเรียน การค้นคว้า ตลอดจนการตรวจแก้ไขวิทยานิพนธ์จนกระทั่งเสร็จสมบูรณ์  
และขอกราบขอบพระคุณ ดร. อนุภูฏ วัฒนาศุข ผู้แทนบัณฑิตวิทยาลัย ที่ให้ความกรุณาตรวจแก้ไข  
วิทยานิพนธ์ให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณสถาบันวิจัยและพัฒนาแห่ง มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ที่ได้อนุเคราะห์  
ทุนอุดหนุนวิจัย สำหรับวิทยานิพนธ์นี้ ภายใต้โครงการเสริมสร้างความเข้มแข็งด้านการวิจัย  
ประจำปีงบประมาณ 2547

ขอขอบพระคุณอาจารย์ สุขเกษม ลิทธิพนธ์ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สมโภชน์ น้อย  
จินดา ที่ให้ความช่วยเหลืองานวิจัยในด้านเทคนิคต่างๆ และช่วยตรวจแก้ไขวิทยานิพนธ์ให้สมบูรณ์  
ตลอดจนให้คำแนะนำต่างๆ ในการทดลองบรรลุผลได้ด้วยดี

สุดท้ายนี้ กราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ คุณน้ำ พี่สาว และผู้มีพระคุณทุกท่าน ผู้ซึ่งให้  
การสนับสนุนข้าพเจ้าเสมอมา ส่วนความผิดพลาดอันพึงปรากฏ ข้าพเจ้าขอน้อมรับแต่เพียงผู้เดียว

จักรพันธ์ เกาทอง

มกราคม 2550

## สารบัญ

	หน้า
สารบัญ	(1)
สารบัญตาราง	(3)
สารบัญภาพ	(4)
คำนำ	1
วัตถุประสงค์	3
การตรวจเอกสาร	4
อุปกรณ์และวิธีการ	25
อุปกรณ์	25
วิธีการ	26
ผลและวิจารณ์	28
สรุปและข้อเสนอแนะ	87
สรุป	90
ข้อเสนอแนะ	92
เอกสารและสิ่งอ้างอิง	95
ภาคผนวก	98
ภาคผนวก ก (มาตรฐานที่ใช้ในการตรวจวัดอัตราการซึมผ่าน)	99
ภาคผนวก ข (แบบสั่งผลิต)	121
ภาคผนวก ค (คู่มือการทำงานของชุดทดสอบต้นแบบ)	138

## สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1	ผลการทดสอบตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนและคาร์บอน ไดออกไซด์ผ่านภาชนะบรรจุ	17
2	ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนและคาร์บอน ไดออกไซด์ผ่านฟิล์มคราโอเวกซ์ (Cryovac Co.) และ ฟิล์มสำหรับบรรจุหั่วผักกาด	20
3	เวลาในการไล่แก๊สออกซิเจนในระบบ (purging system)	32
4	ผลการตรวจสอบระบบรั่ว (leakage test)	49
5	ผลการเตรียมแก๊สมาตรฐาน	71
6	พื้นที่ใต้กราฟของแก๊สผสมระหว่างออกซิเจนกับไนโตรเจน ที่ความเข้มข้นต่างๆ จากเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี	80
7	ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม LLDPE หนา 20 ( $\mu\text{m}$ ) เปรียบเทียบระหว่างชุดทดสอบต้นแบบและเครื่อง Illinois 8500 ที่ $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ , 0%RH	82
8	ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม CPP หนา 25 ( $\mu\text{m}$ ) เปรียบเทียบระหว่างชุดทดสอบต้นแบบ และ เครื่อง Illinois 8500	82
9	ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม NYLON/LL หนา 30 ( $\mu\text{m}$ ) เปรียบเทียบระหว่างชุดทดสอบต้นแบบและเครื่อง Illinois 8500 ที่ $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ , 0%RH	83
10	ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม LLDPE หนา 20 ( $\mu\text{m}$ ) เปรียบเทียบระหว่างชุดทดสอบต้นแบบและเครื่อง Illinois 8500 ที่ $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ , 0%RH	84
11	ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม CPP หนา 25 ( $\mu\text{m}$ ) เปรียบเทียบระหว่างชุดทดสอบต้นแบบและเครื่อง Illinois 8500 ที่ $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ , 0%RH	85
12	ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม NYLON/LL หนา 30 ( $\mu\text{m}$ ) เปรียบเทียบระหว่างชุดทดสอบต้นแบบและเครื่อง Illinois 8500 ที่ $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ , 0%RH	85
13	ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม 5 ชนิด เปรียบเทียบระหว่างชุดทดสอบต้นแบบ และ เครื่อง Illinois 8500	86
14	ผลการทดลองใช้ชุดทดสอบต้นแบบตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนสำหรับขวด ที่ $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ , 0%RH	89

## สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
1	ขั้นตอนการเคลื่อนที่ของโมเลกุลแก๊สผ่านวัสดุบรรจุ	5
2	แบบจำลองแสดงการซึมผ่านของโมเลกุลแก๊ส ผ่านผนังของภาชนะบรรจุ	6
3	ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการซึมผ่านของแก๊ส (GTR) เพอร์มีแอนซ์ (R) และสัมประสิทธิ์สภาพให้ซึมผ่านได้ (P)	9
4	แสดงลักษณะของชุดทดสอบการซึมผ่านของแก๊ส	11
5	ชุดทดสอบแบบควอซีไอโซสแตติก และกราฟที่ได้จากการทดลอง	12
6	ชุดทดสอบแบบไอโซสแตติก และลักษณะกราฟที่ได้จากการทดลอง	13
7	แผนผังการทำงานของชุดตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สผ่านฟิล์มตามวิธีของ Karel et al.	14
8	ชุดเครื่องมือตรวจสอบอัตราการซึมผ่านแก๊สผ่านฟิล์มของ Karel et al.	15
9	แผนผังการทำงานของชุดตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สผ่านภาชนะบรรจุ และการทำงานของวาล์วลัดตัวอย่าง	16
10	แผนผังของระบบชุดทดสอบตามวิธีของ Al-Ati et al.	18
11	แผนผังของระบบการเทียบค่า (calibration) ของชุดทดสอบตามวิธีของ Ati et al.	19
12	แผนผังการทำงานของชุดตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สตามมาตรฐาน ISO 15105-2:2003 (E)	21
13	เครื่องมือตรวจวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน (Ox-tran apparatus)	22
14	แผนผังการทำงานของชุดการทำงานของเครื่องมือตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์มตามมาตรฐาน ASTM 1307-02	22
15	อุปกรณ์เพื่อใช้ในการตรวจสอบภาชนะบรรจุตามมาตรฐาน ASTM 1307-02	23
16	การต่ออุปกรณ์สำหรับใช้ในการทดสอบภาชนะบรรจุขึ้นรูปร่วมกับเครื่องมือตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน	23
17	แผนผังของระบบชุดทดสอบที่ออกแบบ (สำหรับใช้ทดสอบสำหรับฟิล์ม)	28
18	แผนผังของระบบชุดทดสอบที่ออกแบบ (สำหรับใช้ทดสอบสำหรับขวด)	28
19	ตำแหน่งวาล์วสามทาง V3 และ V4 ภายในระบบ สำหรับทดสอบฟิล์ม	29
20	ตำแหน่งวาล์วสามทาง V3 และ V4 ภายในระบบ สำหรับทดสอบภาชนะบรรจุ	29

## สารบัญญภาพ (ต่อ)

ภาพที่		หน้า
21	ตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการไล่อากาศ (purge system) สำหรับการทดสอบตัวอย่างฟิล์ม	31
22	ตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการไล่อากาศ (purge system) สำหรับการทดสอบตัวอย่างภาชนะบรรจุทรงรูป	32
23	การทำงานของวาล์วชนิดตัวอย่าง	33
24	ตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการทดสอบ (test system) สำหรับการทดสอบตัวอย่างฟิล์ม	34
25	ตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการทดสอบ (test system) สำหรับการทดสอบตัวอย่างภาชนะบรรจุทรงรูป	35
26	แผนผังของระบบชุดทดสอบต่อกับวาล์วชนิดตัวอย่างของเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี Agilent รุ่น 6890 GC ประกอบด้วย TCD detector	36
27	แบบร่างของชุดฐานและอุปกรณ์	38
28	แบบร่างของชุดฝาสำหรับฟิล์ม	39
29	แบบร่างของชุดฝาสำหรับภาชนะบรรจุทรงรูป	40
30	ลักษณะของชุดจับยึดตัวอย่างสำหรับทดสอบตัวอย่างขวดพลาสติกขณะติดตั้งกับชุดฐาน	41
31	ลักษณะของชุดจับยึดตัวอย่าง สำหรับทดสอบตัวอย่างถ้วยพลาสติก	42
32	ส่วนประกอบของชุดทดสอบ 1) ชุดฐาน 2) ฝาสำหรับฟิล์ม 3) ชุดจับยึดชิ้นงาน 4) ฝาสำหรับภาชนะบรรจุชิ้นรูป 5) ตัวอย่างแผ่นฟิล์ม และ 6) ตัวอย่างขวด	43
33	ขนาดของชุดทดสอบ	44
34	ชุดทดสอบสำหรับทดสอบกับตัวอย่างฟิล์มและภาชนะบรรจุทรงรูป	44
35	แผนผังของระบบการตรวจสอบรอยรั่วของชุดทดสอบสำหรับฟิล์ม	46
36	แผนผังของระบบการตรวจสอบรั่วของชุดทดสอบสำหรับภาชนะบรรจุ	46
37	การต่อชุดทดสอบเข้ากับอุปกรณ์ตรวจสอบการรั่ว	47
38	แผนผังของระบบชุดทดสอบแก้ไขใหม่ ในขั้นตอนการไล่อากาศออกจากระบบ (purge) สำหรับการใช้ทดสอบสำหรับฟิล์ม	48

## สารบัญญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า	
39	ตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการไล่อากาศ (purge system) หลังจากการแก้ไขสำหรับการทดสอบตัวอย่างฟิล์ม	49
40	ตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการทดสอบ (test system) หลังจากการแก้ไขสำหรับการทดสอบตัวอย่างฟิล์ม	50
41	ชุดทดสอบหลังจากการแก้ไขระบบการต่อท่อและวาล์ว	51
42	วิธีการตรวจสอบรอยรั่วจากการจับยึดตัวอย่าง โดยใช้ น้ำยาตรวจสอบรอยรั่ว (snoop)	51
43	หมายเลขกำกับวาล์วในส่วนของแผนผัง กับชุดทดสอบต้นแบบ	52
44	การต่อท่อแก๊สจากถังแก๊ส (gas cylinder) ออกซิเจนและไนโตรเจนเข้ากับชุดทดสอบ	53
45	การต่อท่อทางออกแก๊สพาเข้าสู่วาล์วเก็บตัวอย่างของเครื่องวิเคราะห์แก๊ส	53
46	รูปร่างและขนาดของฟิล์มตัวอย่าง	54
47	ขั้นตอนการประกอบฟิล์มเข้ากับชุดทดสอบ	55
48	ขั้นตอนการไล่อากาศภายในระบบ (purging) สำหรับการทดสอบฟิล์ม	56
49	ขั้นตอนการทดสอบตัวอย่างฟิล์ม	57
50	ลักษณะของอุปกรณ์จับยึดตัวอย่างประเภทภาชนะบรรจุทรงรูป	58
51	การประกอบชุดจับยึดตัวอย่างเข้ากับชุดฐาน	59
52	ขั้นตอนการใช้ชุดจับยึดกับภาชนะบรรจุทรงรูปประเภทขวด	60
53	ขั้นตอนการใช้ชุดจับยึดกับภาชนะบรรจุทรงรูปประเภทถ้วย	61
54	ขั้นตอนการไล่อากาศภายในระบบ (purging) สำหรับการทดสอบภาชนะบรรจุ	62
55	แสดงขั้นตอนการทดสอบตัวอย่างภาชนะบรรจุทรงรูป	63
56	ตัวอย่างการแสดงผลวิเคราะห์ของเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี	65
57	การหาปริมาตรของขวดรูปชมพู่ (flask) ก่อนการผสมแก๊ส	66
58	การไล่อากาศออกจากขวด	67
59	ตรวจสอบแก๊สที่ยังคงมีอยู่ภายในขวดด้วยเครื่องวิเคราะห์แก๊ส	67

## สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่		หน้า
60	นำแก๊สออกซิเจนผสมในขวดแก๊สไนโตรเจน	68
61	การเขียนกราฟมาตรฐาน	68
62	ถังสำหรับแก๊สทดสอบ	70
63	ถังสำหรับผสมแก๊ส	70
64	อุปกรณ์ที่ใช้สำหรับการเตรียมแก๊สมาตรฐาน	71
65	ขั้นตอนการฉีดตัวอย่างแก๊สของวาล์วฉีดตัวอย่างเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์แก๊ส	72
66	ระบบการต่อท่อระหว่างอุปกรณ์เตรียมมาตรฐานกับเครื่องวิเคราะห์แก๊ส	73
67	ขั้นตอนการไล่อากาศออกจากถังเก็บแก๊สทดสอบ	74
68	ขั้นตอนการบรรจุแก๊สทดสอบเข้าไปในถังแก๊สทดสอบ	74
69	การคำนวณปริมาตรของแก๊สทดสอบ และการดูดแก๊สสำหรับรอการการผสมแก๊ส	75
70	การเอาอากาศออกจากถังผสมแก๊ส	76
71	ขั้นตอนการผสมแก๊สออกซิเจนและไนโตรเจน	77
72	การนำแก๊สผสมเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์แก๊สและการเขียนกราฟมาตรฐาน	78
73	กราฟเทียบค่าความเข้มข้นของแก๊สออกซิเจน (O <sub>2</sub> ) ppm ใน แก๊สไนโตรเจน (N <sub>2</sub> ) กับพื้นที่ใต้กราฟ	79
74	ค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนของตัวอย่างทั้งหมดจากการทดสอบ	82
75	การเพิ่มขึ้นของอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนแก๊สซึมผ่านฟิล์ม ระหว่างการทดสอบทุกๆ 5 นาที จากฟิล์มตัวอย่างทั้ง 3 ชนิด	83
76	ภาพแสดงตัวอย่างภาชนะบรรจุคงรูปที่ใช้ในการทดลอง	88

การสร้างชุดทดสอบต้นแบบตรวจวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊ส  
สำหรับพลาสติกทางการบรรจุ

Development of Prototype Test cell for Gas Transmission rate Measurement  
through Plastics Packaging

คำนำ

เนื่องจากปัจจุบันมีความก้าวหน้าทางเทคโนโลยีอย่างรวดเร็วพลาสติกจึงได้ถูกนำมาใช้ใน  
ชีวิตประจำวันมีจำนวนมากขึ้น โดยเฉพาะทางด้านอุตสาหกรรมอาหารได้นำเอาพลาสติกมาผลิต  
เป็นภาชนะบรรจุ แทนวัสดุบรรจุชนิดอื่นๆ เช่น แก้ว และ โลหะ เนื่องจากพลาสติกมีน้ำหนักเบา  
ต้นทุนในการผลิตต่ำ สามารถผลิตให้มีรูปแบบต่างๆ ได้ง่าย ทนต่อสภาวะแวดล้อมที่เปลี่ยนแปลง  
ได้ดี สามารถปรับปรุงคุณสมบัติโครงสร้างให้เหมาะสมกับชนิดของอาหารได้ และสามารถนำมาใช้  
ซ้ำหรือผลิตใหม่ได้ พลาสติกจะมีสมบัติที่แตกต่างจากแก้วและโลหะ คือพลาสติกยอมให้โมเลกุล  
ของแก๊สต่าง ๆ ไอน้ำ กลิ่น และไขมัน ซึมผ่านได้ (permeability) ซึ่งขึ้นอยู่กับโครงสร้างของ  
พลาสติก ชนิดแก๊ส สภาวะแวดล้อม และความดันย่อยของสารซึมผ่าน (permeant)

เมื่อนำพลาสติกมาผลิตเป็นภาชนะบรรจุ สำหรับบรรจุผลิตภัณฑ์อาหาร เช่น ขวดบรรจุ  
น้ำอัดลม เบียร์ น้ำมันพืช และน้ำปลา เป็นต้น สมบัติด้านการซึมผ่านของพลาสติก มีผลต่อ  
การเสื่อมเสียคุณภาพของผลิตภัณฑ์ที่บรรจุ โดยเฉพาะผลิตภัณฑ์อาหารและยา ได้แก่ การสูญเสีย  
แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ในน้ำอัดลม การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของไขมันทำให้เกิดการหืน การ  
เสื่อมเสียคุณภาพของยาจากปฏิกิริยาระหว่างสารซึมผ่านกับส่วนผสมของยา เป็นต้น การนำ  
พลาสติกมาใช้ในอุตสาหกรรมการบรรจุ จะต้องเลือกพลาสติกที่มีอัตราการซึมผ่านของแก๊สที่  
เหมาะสมกับผลิตภัณฑ์ ผลิตภัณฑ์บางชนิดต้องการให้ภาชนะบรรจุพลาสติกมีอัตราการซึมผ่านของ  
แก๊สต่ำ เช่น ขนมหบเคี้ยว แต่ผลิตภัณฑ์บางชนิดต้องการให้ภาชนะบรรจุพลาสติกมีอัตราการซึม  
ผ่านของแก๊สสูง เช่น ผักและผลไม้สดที่มีอัตราการหายใจสูง ดังนั้นการเลือกชนิดของพลาสติกที่มี  
สมบัติในการยอมให้แก๊สซึมผ่าน โดยเฉพาะแก๊สออกซิเจน ให้เหมาะสมกับผลิตภัณฑ์ จึงจำเป็นต้อง  
ต้องมีการตรวจวัดค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน อุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจวัดอัตราการซึม  
ผ่านของแก๊ส ส่วนใหญ่ มีราคาสูง นำเข้าจากต่างประเทศ และมีรูปแบบให้ใช้ตรวจวัดอัตราการ

ซึมผ่านได้เฉพาะแก๊สบางชนิด เช่น ออกซิเจน หรือ คาร์บอนไดออกไซด์ และมักออกแบบให้ใช้ได้กับแผ่นฟิล์ม เป็นสำคัญ

จากปัญหาดังกล่าวข้างต้น จึงเกิดแนวคิด ในการสร้างชุดทดสอบต้นแบบตรวจวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊ส สำหรับพลาสติกทางการบรรจุแบบไอโซสแตติก (isostatic method) โดยใช้เครื่องวิเคราะห์แก๊ส โครมาโทกราฟี (gas chromatography) ในการตรวจสอบ ที่สามารถนำไปใช้ทดสอบกับตัวอย่างฟิล์ม หรือ ภาชนะบรรจุจุกรูปได้ และยังสามารถดัดแปลงชุดทดสอบต้นแบบไปใช้ตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของสารซึมผ่านชนิดอื่นๆ เช่น ไอของสารอินทรีย์ (organic vapors) ชนิดต่างๆ ผ่านภาชนะบรรจุได้ โดยการเลือกอุปกรณ์ในการวิเคราะห์แก๊สที่เหมาะสมกับสารซึมผ่านนั้นๆ

## วัตถุประสงค์

1 เพื่อสร้างชุดทดสอบต้นแบบสำหรับตรวจวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊ส ผ่านฟิล์มและ ภาชนะบรรจุทรงรูปที่ผลิตมาจากพลาสติก โดยใช้หลักการวัดแบบไอโซสแตติก (isostatic method) และเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography) ในการตรวจสอบแก๊ส

2 เพื่อทดสอบประสิทธิภาพของชุดทดสอบต้นแบบ

## การตรวจเอกสาร

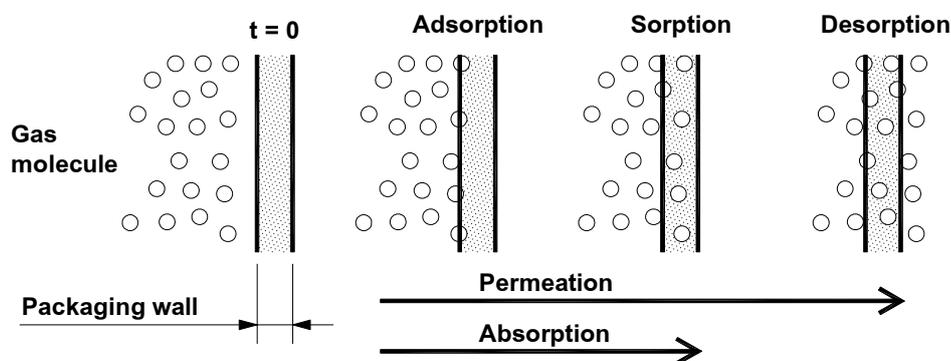
หน้าที่สำคัญประการหนึ่งของภาชนะบรรจุ คือการปกป้องผลิตภัณฑ์จากสิ่งแวดล้อมภายนอก ได้แก่ อุณหภูมิ ความดัน แสง น้ำ ฟุ้ง ไอ น้ำ และแก๊ส เป็นต้น ความสามารถในการป้องกันผลิตภัณฑ์จากสิ่งแวดล้อมของภาชนะบรรจุ ขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของการปิดผนึกภาชนะบรรจุ และสภาพให้ซึมผ่านได้ของวัสดุบรรจุ โดยทั่วไปการแลกเปลี่ยนของสารระหว่างผลิตภัณฑ์ ภาชนะบรรจุ และสิ่งแวดล้อม เกิดขึ้นตลอดเวลา การแลกเปลี่ยนดังกล่าวจะเกิดกับสารประกอบที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ (low molecular weight substances) โดยมีการถ่ายโอนเข้าและออกจากวัสดุบรรจุ การแลกเปลี่ยนของสารที่สำคัญต่อการบรรจุคือ แก๊สและไอน้ำ โดยมากการถ่ายโอนของแก๊สและไอน้ำ มักจะเกิดกับวัสดุบรรจุประเภทพลาสติก ซึ่งเป็นวัสดุที่ยอมให้แก๊สและไอน้ำซึมผ่านได้ในระดับต่างๆ กันขึ้นอยู่กับชนิดของพลาสติก ที่มีสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ และกระบวนการแปรรูปพลาสติกแตกต่างกัน (วาณี, 2549)

Brody and Marsh (1997) กล่าวว่าวัสดุบรรจุ เป็นหนึ่งในหลายปัจจัยที่ส่งผลกระทบต่ออายุการจัดเก็บผลิตภัณฑ์ (shelf life) วัสดุที่นำไปใช้เป็นภาชนะบรรจุควรที่จะปกป้องผลิตภัณฑ์ จากสาเหตุที่ทำให้ผลิตภัณฑ์เสื่อมคุณภาพ สำหรับผลิตภัณฑ์ที่ไวต่อความชื้น (moisture sensitive) ภาชนะบรรจุที่ใช้ต้องสามารถป้องกันการซึมผ่านของไอน้ำได้ สำหรับผลิตภัณฑ์ที่ไวต่อแก๊สออกซิเจน (oxygen sensitive) ภาชนะบรรจุที่ใช้ต้องสามารถป้องกันการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนได้ ตัวอย่างเช่น ผลิตภัณฑ์ขนมขบเคี้ยวที่ไวต่อการเพิ่มขึ้นของความชื้น ทำให้ความกรอบลดลง และการเพิ่มขึ้นของแก๊สออกซิเจนให้เกิดการหืน

### การเคลื่อนที่ของโมเลกุลแก๊สชนิดต่างๆ ผ่านวัสดุบรรจุ

Van Willige *et al.* (2000) อธิบายถึงการเคลื่อนที่ของโมเลกุลแก๊สผ่านวัสดุบรรจุ จะเกิดขึ้นเมื่อความดันย่อย (partial pressure) ของโมเลกุลแก๊สระหว่างภายในและภายนอกภาชนะบรรจุ มีความแตกต่างกัน และจะหยุดเคลื่อนที่เมื่อความแตกต่างความดันย่อยของการเคลื่อนที่ของโมเลกุลแก๊สเท่ากันทั้งสองฝั่ง เราสามารถอธิบายขั้นตอนในการเคลื่อนที่ของโมเลกุลแก๊สได้ จากภาพที่ 1 เริ่มแรกโมเลกุลแก๊สจากภายนอกภาชนะบรรจุที่มีความดันย่อยสูงกว่า มาสัมผัสที่ผิววัสดุ (ภาชนะบรรจุ) โมเลกุลแก๊สจะเกิดการดูดซับ (adsorption) ที่ผิววัสดุก่อนจะซึมเข้าสู่เนื้อวัสดุ (sorption) ถ้า

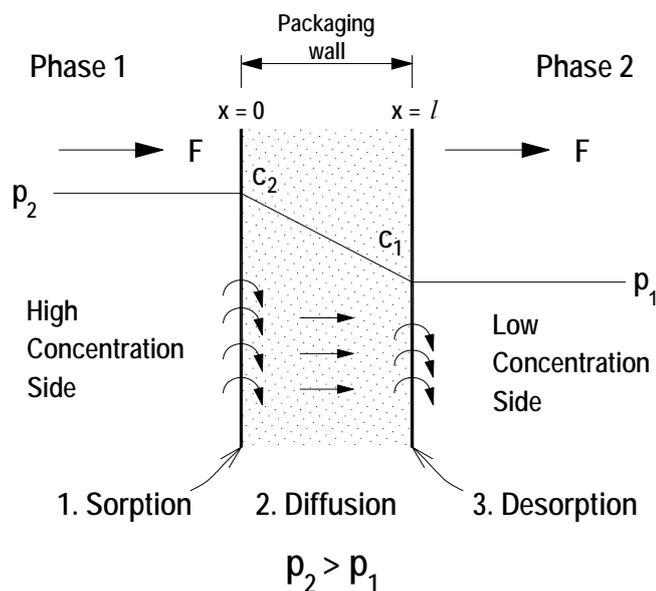
โมเลกุลแก๊สที่ซึมเข้ามามีปริมาณมากจนเนื้อวัสดุรับไม่ไหวโมเลกุลแก๊สจะซึมออก (desorption) จากเนื้อวัสดุ ปรากฏการณ์ทั้งหมดนี้เรียกว่า การซึมผ่าน (permeation)



ภาพที่ 1 ขั้นตอนการเคลื่อนที่ของโมเลกุลแก๊สผ่านวัสดุบรรจุ

ที่มา: ดัดแปลงจาก Van Willige *et. al.* (2000)

แบบจำลอง (model) แสดงกลไกการซึมผ่านของสารผ่านวัสดุบรรจุแสดงดังภาพที่ 2 ฝั่งด้านซ้ายหรือภายนอกภาชนะบรรจุ (phase 1) เป็นฝั่งที่มีความดันของสาร ( $p_2$ ) สูงกว่าด้านขวาหรือภายในภาชนะบรรจุ (phase 2) มีความดัน ( $p_1$ ) โดยมีผนังของภาชนะบรรจุกั้นระหว่างสองด้าน ผิววัสดุจะทำการดูดซับ (adsorption) สารเข้าสู่ผิววัสดุ  $x=0$  มีความเข้มข้นของสาร ( $c_2$ ) สารจะเกิดการแพร่ (diffusion) ในเนื้อวัสดุ การแพร่จะแพร่ผ่านจากผิววัสดุ  $x=0$  ไปยัง  $x=l$  ความเข้มข้นของโมเลกุลแก๊สจะลดลง ( $c_1$ ) เมื่อเกิดการซึมผ่านอย่างต่อเนื่องโมเลกุลของแก๊สจะซึมและแพร่อยู่ในเนื้อของวัสดุจนเต็ม ทำให้เนื้อของวัสดุไม่สามารถเก็บโมเลกุลแก๊สไว้ภายในวัสดุได้ ทำให้โมเลกุลแก๊สอิ่มตัวและซึมออก (desorption) จากเนื้อวัสดุเข้าไปภายในภาชนะบรรจุที่มีความดันย่อยของแก๊สต่ำกว่า ( $p_1$ )



ภาพที่ 2 แบบจำลองแสดงการซึมผ่านของโมเลกุลแก๊ส ผ่านผนังของภาชนะบรรจุ  
ที่มา: ดัดแปลงจาก Brody and Marsh (1997)

การหาฟลักซ์ของของไหล สามารถอธิบายด้วยกฎข้อที่ 1 ของฟิคค์ (Fick's first law)  
(Hernandez *et. al.*, 2000) ดังสมการที่ 1

$$J = -D \frac{\partial c}{\partial x} \quad (1)$$

โดยที่  $J$  = ฟลักซ์ของของไหล (mass/area/time)  
 $c$  = ความเข้มข้นของของไหล (mass/volume)  
 $x$  = ระยะที่แก๊สเคลื่อนที่ผ่าน (length)  
 $D$  = ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ (diffusion coefficient) (mass/volume x length)

จากภาพที่ 2 ที่ระยะ  $x=0$  มีความเข้มข้น  $c=c_2$  และที่ระยะ  $x=l$  มีความเข้มข้น  $c=c_1$  แทนค่า  
ลงในสมการที่ 1 จะได้อัตราการซึมผ่านของแก๊สผ่านความหนาของฟิล์ม ตามสมการที่ 2:

$$J = -D \frac{\partial c}{\partial x} = D \frac{c_2 - c_1}{l} \quad (2)$$

ในการศึกษาการซึมผ่านของแก๊ส ในระบบการบรรจุ การวัดความดันย่อยของแก๊สระหว่างภายในและภายนอกภาชนะบรรจุ สามารถทำการวัดได้ง่ายกว่าการวัดความเข้มข้นของสารในความหนาของภาชนะบรรจุ ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นและความดันย่อยของแก๊สถูกอธิบายด้วยกฎของเฮนรี (Henry's law) ดังสมการที่ 3

$$c_i = S p_i \quad (3)$$

โดยที่  $c_i$  = ความเข้มข้นของแก๊สในเนื้อวัสดุ  
 $S$  = สัมประสิทธิ์สภาพละลายได้ (solubility coefficient)  
 $p_i$  = ความดัน ณ ความเข้มข้นนั้น ๆ

แทนค่า  $c_i$  ในสมการที่ 2 จะได้;

$$J = D \frac{((Sp_2) - (Sp_1))}{l} = DS \frac{p_2 - p_1}{l} \quad (4)$$

ในการตรวจวัดค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊ส คือการหาปริมาณของแก๊สที่แพร่ผ่านเนื้อภาชนะบรรจุต่อหน่วยพื้นที่ต่อหน่วยเวลา ดังนั้นเมื่อประยุกต์กฎข้อที่ 1 ของฟิคส์ สำหรับการหาค่าอัตราการซึมผ่าน พบว่าค่า ( $J$ ) ของสมการที่ 5 คือ ฟลักซ์ในสมการที่ 1

$$J = \frac{q}{At} \quad (5)$$

โดยที่  $J$  = อัตราการซึมผ่านของแก๊ส (ml/m<sup>2</sup>.day)  
 $q$  = ปริมาตรของของไหลที่ซึมผ่าน (ml)  
 $A$  = พื้นที่ที่เกิดการซึมผ่าน (m<sup>2</sup>)  
 $t$  = เวลาในการแพร่ (day)

แทนค่า  $J$  จากสมการที่ 5 ในสมการที่ 4 จะได้;

$$\frac{q}{At} = DS \frac{p_2 - p_1}{l}$$

$$DS = \frac{ql}{At(p_2 - p_1)} \quad (6)$$

เมื่อผลคูณระหว่าง ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ (diffusion coefficient,  $D$ ) กับสัมประสิทธิ์สภาพละลายได้ (solubility coefficient,  $S$ ) คือ สัมประสิทธิ์สภาพให้ซึมผ่านได้ (permeability coefficient,  $P$ ) แสดงดังสมการที่ 7

$$P = DS \quad (7)$$

แทนค่า  $P$  จากสมการที่ 7 ในสมการที่ 6 จะได้;

$$P = \frac{ql}{At\Delta p} \quad (8)$$

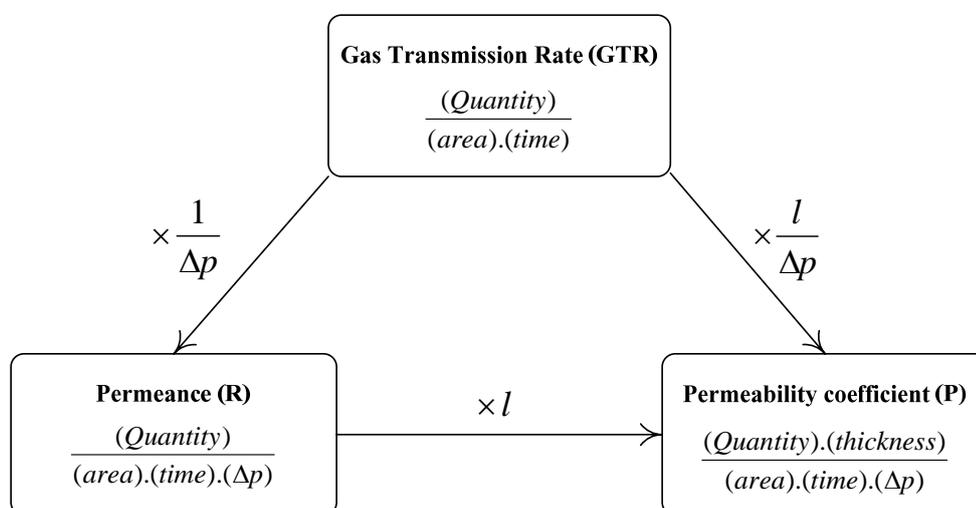
โดยที่สัมประสิทธิ์สภาพให้ซึมผ่านได้ (permeability coefficient,  $P$ ) เป็นค่าที่ใช้แสดงสภาพที่พอลิเมอร์ยอมให้แก๊สซึมผ่านได้ ถ้าพอลิเมอร์มีค่า  $P$  ต่ำ แสดงว่าพอลิเมอร์นั้นยอมให้แก๊สซึมผ่านได้น้อย หรือมีการขวางกั้นดี (good barrier) ในทางตรงกันข้ามถ้าพอลิเมอร์มีค่า  $P$  สูง แสดงว่าพอลิเมอร์นั้นยอมให้แก๊สซึมผ่านได้มาก หรือการขวางกั้นไม่ดี (poor barrier) ทั้งนี้ยังคงมีพารามิเตอร์ที่ใช้สำหรับอธิบายคุณลักษณะการขวางกั้น (barrier characteristic) ของวัสดุพอลิเมอร์ นอกเหนือจากสัมประสิทธิ์สภาพให้ซึมผ่านได้ ได้แก่ อัตราการซึมผ่านของแก๊ส (gas transmission rate, GTR) และเพอร์มีแอนซ์ (permeance) ค่าจำกัดความของพารามิเตอร์ทั้งหมดสามารถอธิบายตามลำดับดังนี้

อัตราการซึมผ่านของแก๊ส (gas transmission rate, GTR) คือ ปริมาตรของแก๊สที่ซึมผ่านฟิล์ม หรือ ภาชนะบรรจุ ต่อหน่วยพื้นที่ และหน่วยเวลา หน่วย SI ของอัตราการซึมผ่านของแก๊สผ่านฟิล์ม คือ  $\text{mol/m}^2 \cdot \text{s}$  และผ่านภาชนะบรรจุคือ  $\text{mol/pkg} \cdot \text{s}$  โดยทั่วไปนิยมใช้หน่วยของอัตราการซึมผ่านของแก๊สผ่านฟิล์ม คือ  $\text{cm}^3 \text{ (STP)/m}^2 \cdot \text{d}$  และผ่านภาชนะบรรจุคือ  $\text{cm}^3 \text{ (STP)/pkg} \cdot \text{d}$  การรายงานผลต้องแสดงสถานะในการทดสอบประกอบไปด้วย แก๊ส อุณหภูมิและความชื้นสัมพัทธ์ (ASTM, 2002)

เพอร์มีแอนซ์ (permeance) คือ ปริมาตรของแก๊สที่ซึมผ่านฟิล์ม หรือ ภาชนะบรรจุ ต่อหน่วยพื้นที่ และหน่วยเวลา ภายใต้ความดันย่อยแตกต่างของแก๊สระหว่างสองฝั่งของฟิล์ม หรือ ภาชนะบรรจุ หน่วย SI ของเพอร์มีแอนซ์สำหรับฟิล์ม คือ  $\text{mol/m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa}$  และสำหรับภาชนะบรรจุคือ  $\text{mol/pkg} \cdot \text{s} \cdot \text{Pa}$  การรายงานผลต้องแสดงสถานะในการทดสอบประกอบไปด้วย แก๊ส อุณหภูมิและความชื้นสัมพัทธ์ (ASTM, 2002)

สัมประสิทธิ์สภาพให้ซึมผ่านได้ (permeability coefficient,  $P$ ) หมายถึง ปริมาตรของแก๊สที่ซึมผ่านฟิล์ม ต่อหน่วยพื้นที่ ต่อหน่วยความหนา และหน่วยเวลา ภายใต้ความดันย่อยแตกต่างของแก๊สระหว่างสองฝั่งของฟิล์ม หน่วย SI ของสัมประสิทธิ์สภาพให้ซึมผ่านได้สำหรับฟิล์ม คือ  $\text{mol.m/m}^2.\text{s.Pa}$  การรายงานผลต้องแสดงสถานะในการทดสอบประกอบไปด้วย แก๊ส อุณหภูมิและความชื้นสัมพัทธ์ (ASTM, 2002)

ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการซึมผ่านของแก๊ส (GTR) เพอร์มีแอนซ์ (R) และสัมประสิทธิ์สภาพให้ซึมผ่านได้ (P) แสดงดังภาพที่ 3



ภาพที่ 3 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการซึมผ่านของแก๊ส (GTR) เพอร์มีแอนซ์ (R) และสัมประสิทธิ์สภาพให้ซึมผ่านได้ (P)

ที่มา: ดัดแปลงจาก Hernandez *et al.* (2000)

### การประยุกต์สมการสัมประสิทธิ์สภาพให้ซึมผ่านได้

อายุการเก็บรักษาของผลิตภัณฑ์อาหารที่บรรจุอยู่ในภาชนะบรรจุพลาสติก มักถูกกำหนดโดย อัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านพลาสติก อัตราการซึมผ่านของออกซิเจนที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับ ชนิดของพลาสติก ขนาด รูปร่าง ความหนา และ สภาพะในการจัดเก็บผลิตภัณฑ์ (The Society of the Plastics Industry, 1992)

เราสามารถใส่สมการที่ 8 จัดรูปสมการสำหรับการประเมินอายุการจัดเก็บผลิตภัณฑ์ (shelf life) หรือใช้สำหรับการเลือกชนิดของวัสดุ หรือกำหนดขนาดภาชนะบรรจุ หรือกำหนดความหนาของวัสดุ ตัวอย่างการจัดรูปสมการที่ 8 สำหรับใช้คำนวณหาอายุการจัดเก็บผลิตภัณฑ์ จะได้ดังสมการที่ 9

$$t = \frac{q \cdot l}{A \cdot P \cdot \Delta p} \quad (9)$$

Hernandez *et al.* (2000) ได้ยกตัวอย่างการคำนวณ หาความหนาน้อยที่สุดของพลาสติก PET สำหรับบรรจุผลิตภัณฑ์ ให้ได้อายุการจัดเก็บ 6 เดือน ผลิตภัณฑ์จะเสื่อมคุณภาพเมื่อมีปริมาณของออกซิเจน 0.005% (wt/vol) ภาชนะบรรจุมีปริมาตร 500 ml ที่พื้นที่ผิว 400 cm<sup>2</sup> จัดเก็บในอุณหภูมิ 25 °C วิธีคำนวณ จากสมการที่ 8 จัดรูปใหม่เพื่อหาความหนาได้

$$l = \frac{A \cdot t \cdot P \cdot \Delta p}{q} \quad (10)$$

จากข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิตฟิล์ม PET ที่ 25 °C มีค่าสัมประสิทธิ์สภาพให้ซึมผ่านได้ของแก๊สออกซิเจน (P) 22 cm<sup>3</sup>(STP).μm/(m<sup>2</sup>.day.kPa)

$$t = 6 \text{ เดือน} = 180 \text{ วัน}$$

$$A = 400 \text{ cm}^2 = 0.04 \text{ m}^2$$

$$\Delta p = 0.21 \text{ atm} = 21.27 \text{ kPa} \text{ (คิด } p_1 = 0, \text{ ความดันย่อยของแก๊สออกซิเจนในภาชนะบรรจุ)}$$

คำนวณ หา  $q$  จาก 0.005% ของแก๊สที่เพิ่มภายในระยะเวลา 6 เดือน

$$q = 500 \text{ ml} \times \frac{0.005}{100} \times \frac{\text{mol}}{32 \text{ g}} \times 22.412 \frac{\text{cm}^3}{\text{mol}} = 17.5 \text{ cm}^3(\text{STP})$$

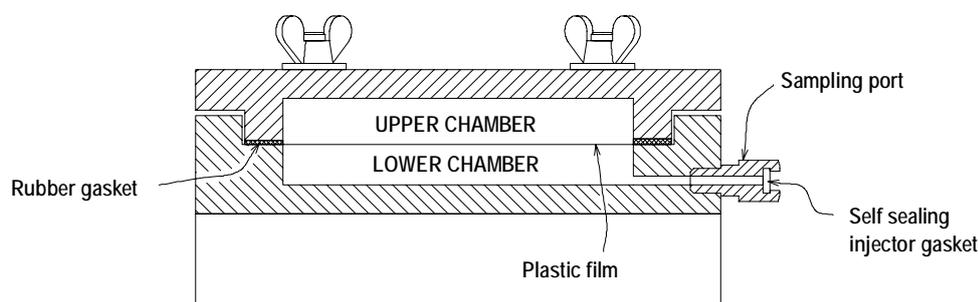
แทนค่า

$$l = 0.04 \text{ m}^2 \times 180 \text{ day} \times \frac{22 \text{ cm}^3(\text{STP}) \mu\text{m}}{\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{kPa}} \times 21.27 \text{ kPa} \times \frac{1}{17.5 \text{ cm}^3(\text{STP})} = 193 \mu\text{m}$$

### วิธีการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านแก๊ส (Measurement of gas transmission rate)

Robertson (1993) ได้จำแนกวิธีในการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านแก๊สผ่านวัสดุต่าง ๆ ออกเป็น 3 แบบ คือ 1) แบบความดันเพิ่มขึ้น (pressure increase) 2) แบบปริมาตรเพิ่มขึ้น (volume increase) และ 3) แบบความเข้มข้นเพิ่มขึ้น (concentration increase)

อุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊สได้แก่ ชุดทดสอบ และ อุปกรณ์ในการตรวจสอบแก๊ส โดยชุดทดสอบเป็นอุปกรณ์มีลักษณะเป็นห้อง 2 ห้อง (chamber) ที่ประกอปรวมกันทำหน้าที่เป็นตัวกั้นแก๊ส ระหว่างรอยต่อของฝาจะใช้ฟิล์มทดสอบกั้นแบ่งออกเป็น 2 ห้อง (ภาพที่ 4) โดยห้องหนึ่งทำให้เป็นสุญญากาศหรือมีแก๊สเฉื่อย (เช่น ไนโตรเจน) อีกห้องจะมีแก๊สที่ต้องการตรวจวัดอัตราการซึมผ่านฟิล์ม หรือใช้ภาชนะบรรจุเป็นตัวแบ่งระหว่างห้องแทนฟิล์มก็ได้ ส่วนอุปกรณ์ในการตรวจสอบแก๊สนั้น จะใช้การวัดปริมาณของออกซิเจนที่ซึมผ่านวัสดุออกมา เครื่องมือที่ใช้ในการตรวจสอบ ได้แก่ 1) แก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography) ที่มีเครื่องตรวจวัดแบบเทอร์มัลคอนดักติวิตี (thermal conductivity detector, TCD) ใช้สำหรับตรวจสอบ แก๊สออกซิเจน และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ 2) อุปกรณ์รับรู้อิเล็กโทรเคมี (coulometry sensor) และ 3) อุปกรณ์รับรู้อัลตราไวโอเลต-เซอร์โคเนียม (calcium-zirconium sensor) สำหรับตรวจสอบแก๊สออกซิเจน ความละเอียดในการตรวจสอบออกซิเจนของเครื่องตรวจวัดแบบเทอร์มัลคอนดักติวิตี สามารถตรวจสอบได้ในระดับ 100 ppm (ส่วนในล้านส่วน) สำหรับ อิเล็กโทรเคมีสามารถตรวจสอบแก๊สได้ในระดับ 1 ppb (ส่วนในพันล้านส่วน) (Hernandez and Gavara, 1999)

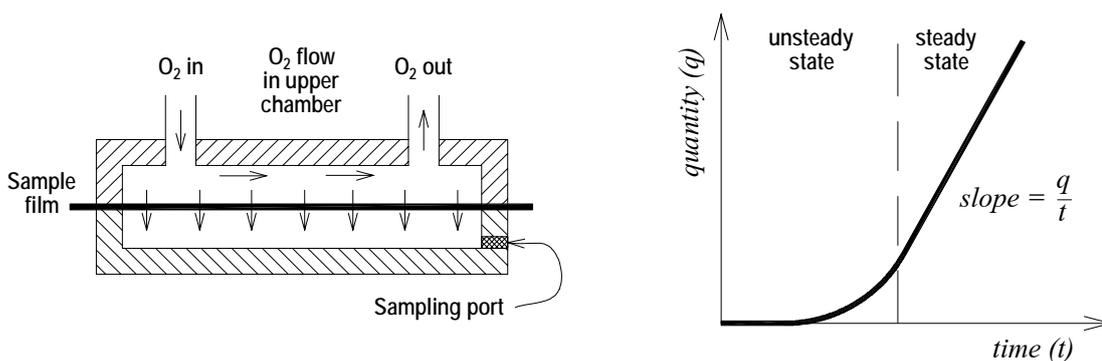


ภาพที่ 4 แสดงลักษณะของชุดทดสอบการซึมผ่านของแก๊ส

ที่มา: ดัดแปลงจาก Karel *et al.* (1963)

วิธีที่นิยมใช้ในการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สผ่านวัสดุบรรจุ คือ การวัดความเข้มข้นของแก๊สที่เพิ่มขึ้น (concentration increase) ซึ่งการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านแก๊สแบบความเข้มข้นเพิ่มขึ้นสามารถแบ่งได้เป็น 2 วิธี คือ วิธีควอซีไอโซสแตติก (quasi-isostatic method) และ วิธีไอโซสแตติก (isostatic method) หรือ วิธีความดันเท่ากัน (equal-pressure method) (Auras and Tanprasert, 2002; ISO, 2003)

1 วิธีควอซีไอโซสแตติก (quasi-isostatic method) ชุดทดสอบประกอบด้วยห้อง 2 ห้อง (chamber) โดยใช้ฟิล์มหรือ ขวด ตัวอย่างเป็นตัวกั้นระหว่างห้อง (ภาพที่ 5) ชั้นแรกแก๊สในโตรเจนจะถูกเปิดให้ไหลเข้าสู่ชุดทดสอบทั้งห้องด้านบนและล่าง เพื่อให้ได้แก๊สซึมผ่าน (permeant) เช่น ออกซิเจน หรือ คาร์บอนไดออกไซด์ ภายในออก จนกระทั่งไม่มีแก๊สซึมผ่านเหลืออยู่ในระบบ หรือเหลืออยู่ในปริมาณที่น้อยที่สุด ต่อจากนั้น หยุดการไหลของไนโตรเจนทั้งสองฝั่ง เวลาทำการทดสอบ เปิดแก๊สซึมผ่านให้ไหลผ่านห้องด้านบน เพื่อสร้างความแตกต่างความดันย่อยของแก๊สซึมผ่านระหว่างทั้งสองห้อง ทำให้แก๊สซึมผ่านตัวอย่างไปสู่ห้องด้านล่าง ระหว่างการทดสอบนำแก๊สในห้องด้านล่างไปตรวจสอบปริมาณของแก๊สซึมผ่านที่ซึมผ่านด้วยเครื่องมือวิเคราะห์แก๊ส บันทึกค่าที่วัดได้กับเวลาที่ทำการตรวจสอบ นำค่าดังกล่าวมาเขียนกราฟ ในการคำนวณอัตราการซึมผ่านของออกซิเจน หาได้จากความชันของกราฟที่มีลักษณะเป็นเส้นตรง ส่วนที่เป็นเส้นตรงนี้ถือว่าเป็นสภาวะสมดุล อัตราการซึมผ่านคำนวณโดยใช้สมการที่ (11)



ภาพที่ 5 ชุดทดสอบแบบควอซีไอโซสแตติก และกราฟที่ได้จากการทดลอง  
ที่มา: ดัดแปลงจาก Auras and Tanprasert (2002)

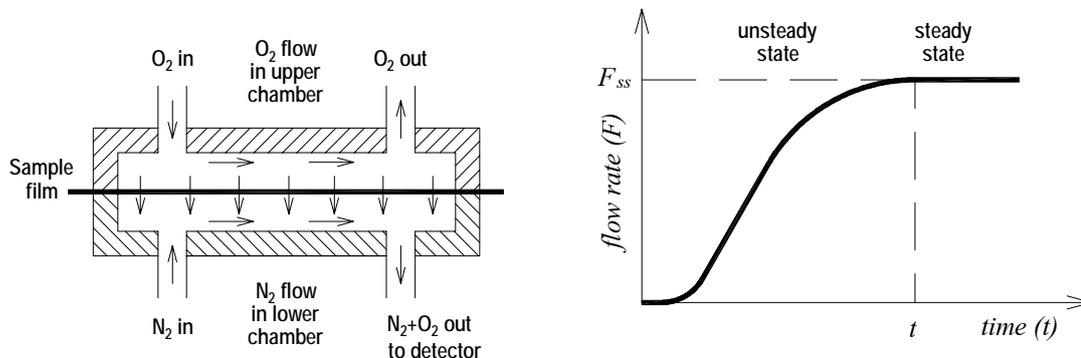
$$Q = \frac{q_{ss}}{t_{ss} A} = \frac{slope}{A} \quad (11)$$

$$Q = \text{อัตราการซึมผ่านของออกซิเจน} \quad (\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{sec})$$

$$slope = \frac{q_{ss}}{t_{ss}} = \frac{\text{ปริมาตรของแก๊สบนเส้นตรง}}{\text{เวลา}} \quad (\text{cm}^3/\text{sec})$$

$$A = \text{พื้นที่ของฟิล์มที่สัมผัสออกซิเจน} \quad (\text{m}^2)$$

2 วิธีไอโซสแตติก (isostatic method) ใช้อุปกรณ์และมีขั้นตอนการทำงานที่คล้ายๆ กับวิธีควอซีไอโซสแตติก ลักษณะของอุปกรณ์แสดงตามภาพที่ 6 ส่วนที่แตกต่างกันก็คือลักษณะการไหลของแก๊สในส่วนห้องด้านล่าง ในส่วนนี้ในโตรเจนจากเดิมที่ไม่มีมีการไหล ในหลักการนี้ จะปล่อยให้ไหลเช่นเดียวกับแก๊สซึมผ่าน ในห้องด้านบน โดยในโตรเจนจะเป็นตัวพาแก๊สที่ซึมผ่านฟิล์มไปสู่เครื่องมือเครื่องมือวิเคราะห์แก๊ส บันทึกค่าที่วัดได้กับเวลาที่ทำการตรวจสอบ การวัดจะสิ้นสุดลงเมื่ออัตราของแก๊สซึมผ่านคงที่ การคำนวณอัตราการซึมผ่านของแก๊สซึมผ่านจาก สมการที่ (12)



ภาพที่ 6 ชุดทดสอบแบบไอโซสแตติก และลักษณะกราฟที่ได้จากการทดลอง  
ที่มา: ดัดแปลงจาก Auras and Tanprasert (2002)

$$Q = \frac{F_{ss}}{A} \quad (12)$$

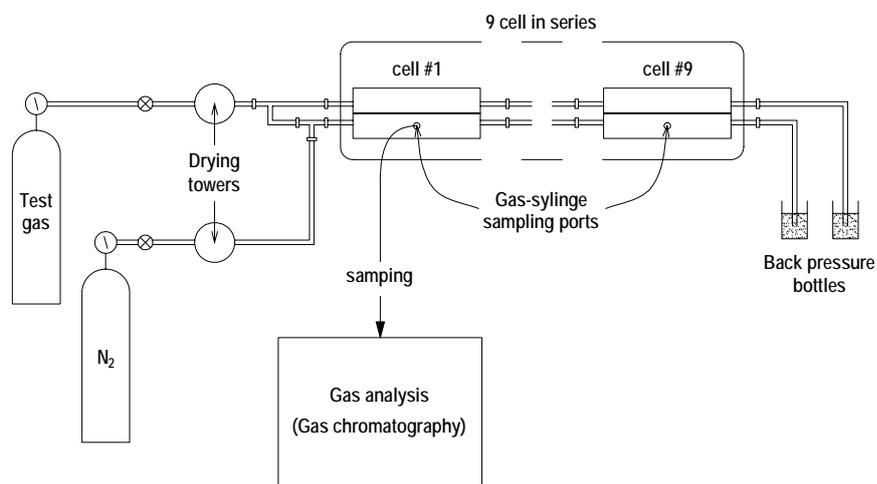
$$Q = \text{อัตราการซึมผ่านของแก๊สซึมผ่าน} \quad (\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{sec})$$

$$F_{ss} = \text{อัตราการไหลที่จุดคงที่} \quad (\text{cm}^3/\text{sec})$$

$$A = \text{พื้นที่ของฟิล์มที่สัมผัสแก๊สซึมผ่าน} \quad (\text{m}^2)$$

## งานวิจัยทางการสร้างชุดตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊ส

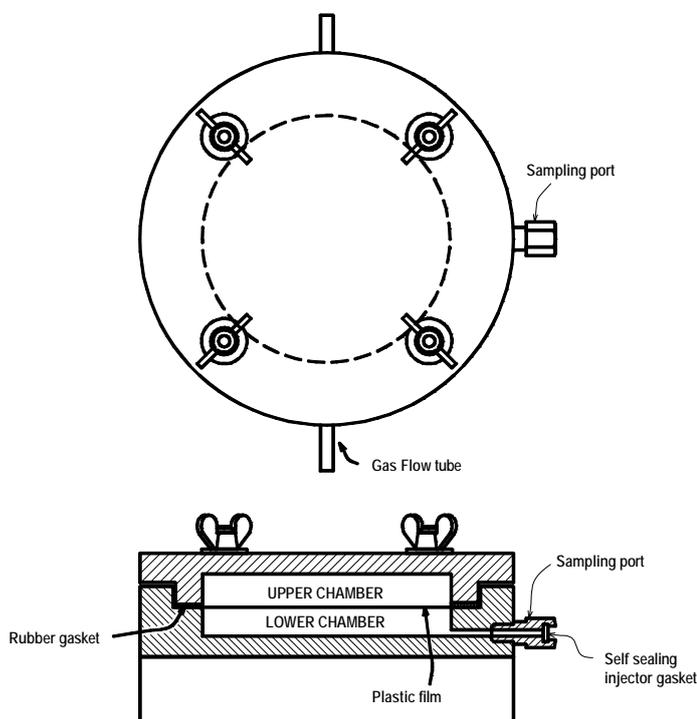
Karel *et al.* (1963) ได้ทำการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนและคาร์บอนไดออกไซด์ผ่านฟิล์ม ใช้หลักการทดสอบแบบไอโซสแตติก วิเคราะห์แก๊สโดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีที่มีเครื่องตรวจวัดแบบเทอร์มัลคอนดักติวิตีเป็นตัวตรวจสอบปริมาณออกซิเจนที่ซึมผ่านฟิล์ม แผนผังการทำงาน และลักษณะของชุดทดสอบที่ใช้แสดงตามภาพที่ 7 และภาพที่ 8 ตามลำดับ ลักษณะของชุดทดสอบ ออกแบบให้สามารถทำการตรวจสอบฟิล์มได้หลายๆ ตัวอย่าง โดยใช้ชุดทดสอบหลายๆ ชุดมาต่อกันตามภาพที่ 7 การตรวจสอบปริมาณของออกซิเจนที่ซึมผ่านฟิล์ม ทำโดยใช้เข็ม (gas-tight syringes) ดูดตัวอย่างแก๊สในห้องด้านล่างไปวิเคราะห์โดยเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี



ภาพที่ 7 แผนผังการทำงานของชุดตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สผ่านฟิล์มตามวิธี

ของ Karel *et al.*

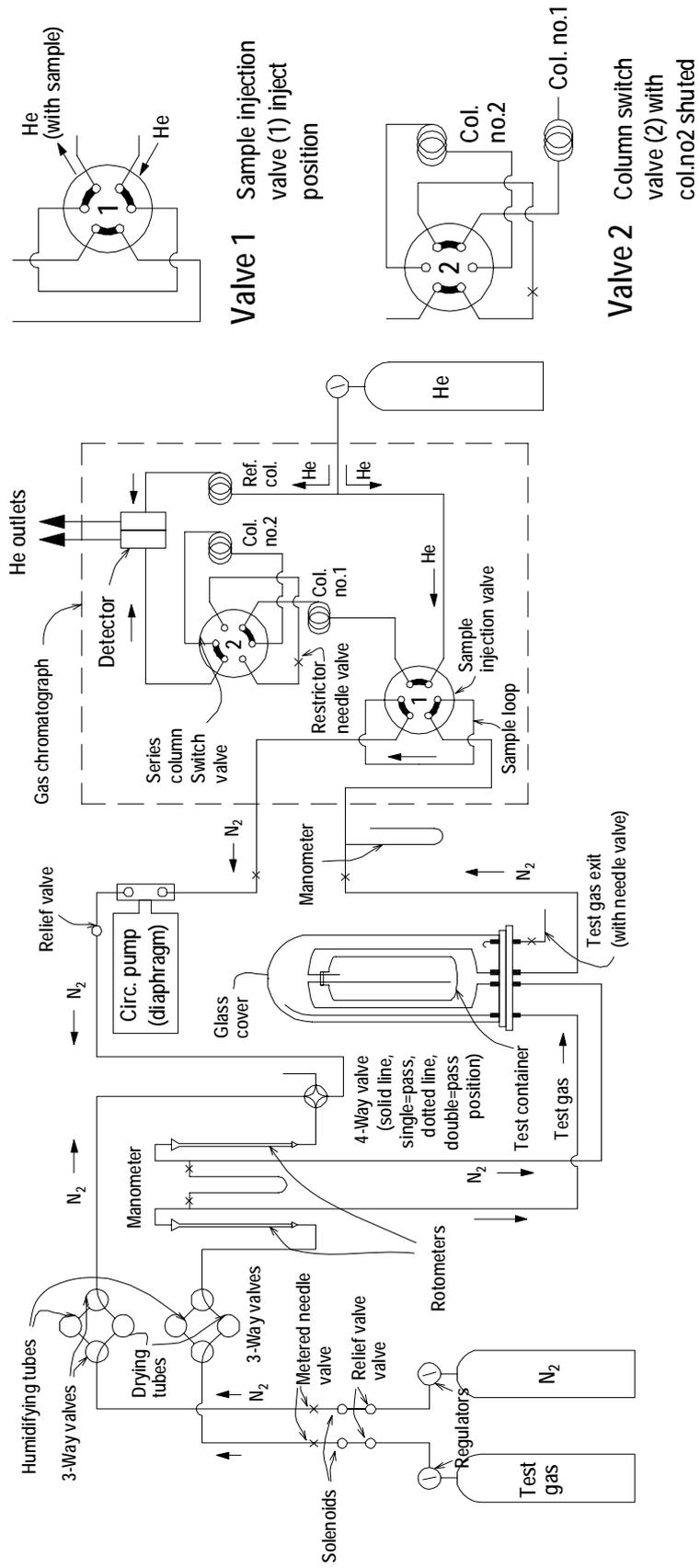
ที่มา: Karel *et al.* (1963)



ภาพที่ 8 ชุดเครื่องมือตรวจสอบอัตราการซึมผ่านแก๊สผ่านฟิล์มของ Karel *et al.*

ที่มา: Karel *et al.* (1963)

Loudenslagel and William (1970) ได้ตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน และคาร์บอนไดออกไซด์ ผ่านภาชนะบรรจุ (whole-package transmission rate test) โดยใช้วิธีไอโซสเตติก ส่วนของการวิเคราะห์แก๊ส ใช้เครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟีที่มีเครื่องตรวจวัดแบบเทอร์มัลคอนดักติวิตี วิธีที่ใช้ในการนำแก๊สซึมผ่านไปวิเคราะห์ ทำโดยใช้วาล์วนิดตัวอย่าง (sample injection valve) ในการฉีดแก๊สที่ต้องการวิเคราะห์ แทนการใช้เข็มฉีดตัวอย่าง การใช้วาล์วนิดตัวอย่าง ทำให้ปริมาณแก๊สที่ฉีดเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์จะมีปริมาณที่เท่ากันเสมอ ค่าที่วิเคราะห์ได้มีความเที่ยงตรง ลักษณะของแผนผังการทำงานของชุดและการทำงานของวาล์วนิดตัวอย่างแสดงตามภาพที่ 9 อัตราการซึมผ่านของแก๊สคำนวณจากสมการที่ 8 ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนและคาร์บอนไดออกไซด์ผ่านภาชนะบรรจุ ในการทดลองนี้แสดงดังตารางที่ 1



ภาพที่ 9 แผนผังการทำงานของชุดตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สผ่านภาชนะบรรจุและการทำงานของวาล์วฉีดตัวอย่าง

ที่มา: ดัดแปลงจาก Loudenslagel and William (1970)

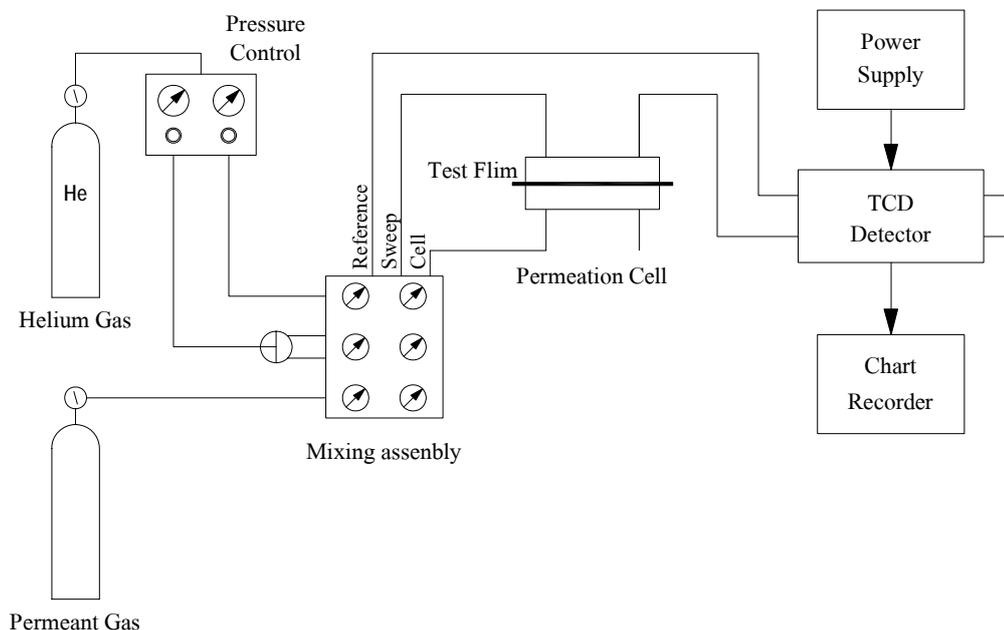
**ตารางที่ 1** ผลการทดสอบตรวจวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนและคาร์บอนไดออกไซด์  
ผ่านภาชนะบรรจุ

Test Container	Volume (ml)	Surface Area (in <sup>2</sup> )	Avg. wall thickness (mil)	Test gas	Test condition	cc/in <sup>2</sup> /yr/atm
High-density polyethylene	503	58	33	O <sub>2</sub>	Empty	14.2
High-density polyethylene	503	58	33	Air	Empty	14.7 (oxygen)
Rigid PVC	500	60.9	29	O <sub>2</sub>	Empty	2.3
Rigid PVC	500	60.9	29	CO <sub>2</sub>	Empty	7.5
XT polymer	500	60.9	34	O <sub>2</sub>	Empty	5.3
XT polymer	500	60.9	34	CO <sub>2</sub>	Empty	14.9
Barex 210	500	60.9	32	O <sub>2</sub>	Empty	No rate detected
Barex 210	500	60.9	30	CO <sub>2</sub>	Empty	0.3
High-density polyethylene	503	58	33	O <sub>2</sub>	Corn oil, 20% headspace	11.4
High-density polyethylene	503	58	33	O <sub>2</sub>	Uninhibited corn Oil, 20% headspace	8.0
Rigid PVC	500	60.9	29	O <sub>2</sub>	Corn oil, 20% headspace	1.9
Composite orange-juice can	12 oz.	36.8	-	O <sub>2</sub>	Empty	200 to 350*

\*Note: Variations due to quality of metal-to-composite end seams.

ที่มา: Loudenslagel and William (1970)

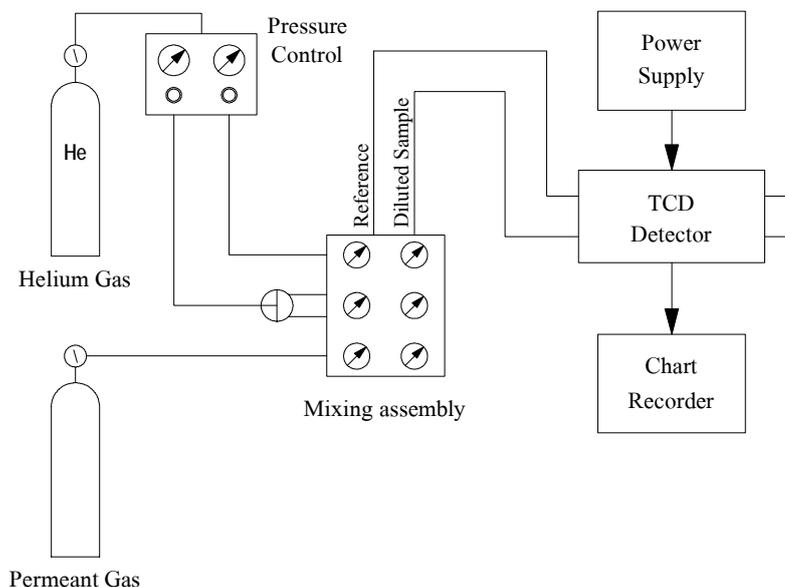
Al-Ati *et al.* (2003) สร้างชุดทดสอบในการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์มอย่างง่าย แนวคิดในการทำวิจัยเกิดเนื่องมาจาก อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบดังกล่าวที่มีใช้ในปัจจุบันมีราคาแพง ใช้ได้เฉพาะกับสารซึมผ่าน (permeant) และ ความต้องการในการตรวจสอบสารซึมผ่านได้หลาย ๆ ประเภท ได้แก่ แก๊ส และ ไอของสารอินทรีย์ (organic vapours) หลักที่ใช้ในการออกแบบชุดทดสอบคือวิธีไอโซสแตติก โดยใช้เทอร์มัลคอนดักติวิตีดีเทคเตอร์ขนาดเล็ก (micro-thermal conductivity detector, TCD) สำหรับการวิเคราะห์แก๊ส อุปกรณ์ดังกล่าวจะถูกประกอบร่วมกับชุดทดสอบโดยตรง ลักษณะของชุดทดสอบแสดงดังภาพที่ 10 ชุดทดสอบนี้สามารถใช้ตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ได้ โดยมีแก๊สฮีเลียมเป็นแก๊สพา (sweep gas)



ภาพที่ 10 แผนผังของระบบชุดทดสอบตามวิธีของ Al-Ati *et al.*

ที่มา: Al-Ati *et al.* (2003)

ก่อนการทดสอบมีการเปรียบเทียบค่า (calibration) ของแก๊สซึมผ่าน (permeant gas) ที่จะเทียบค่าที่อ่านได้จากอุปกรณ์วิเคราะห์แก๊ส ทำโดยต่อชุดผสมแก๊สเข้าโดยตรงกับ เครื่องวิเคราะห์แก๊ส ดังภาพที่ 11 แก๊สพาและแก๊สซึมผ่านจากถังแก๊ส (gas cylinder) ถูกผสมกันโดยอุปกรณ์ผสมแก๊ส (mixing assembly) ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน ความเข้มข้นของแก๊สผสมจะถูกกำหนดจากอัตราการไหลที่แตกต่างกันของแก๊สพาและแก๊สซึมผ่าน ด้วยหลักการของอุปกรณ์วิเคราะห์แก๊ส เครื่องตรวจวัดแบบเทอร์มัลคอนดักติวิตี ใช้การเปรียบเทียบผลต่างของค่าที่วัดได้ระหว่างแก๊สอ้างอิง (reference gas) คือแก๊สฮีเลียม กับแก๊สตัวอย่าง คือแก๊สฮีเลียม (แก๊สพา) ที่ผสมกับแก๊สซึมผ่าน งานวิจัยของ Al-Ati *et al.* (2003) ได้กำหนดอัตราการไหลของแก๊สอ้างอิงที่ 4.75 ml/min ดังนั้นการผสมแก๊สให้มีความเข้มข้นแตกต่างกัน จะตั้งอัตราการไหลของแก๊สพาให้เท่ากับอัตราการไหลของแก๊สอ้างอิงก่อน แล้วจึงปรับอัตราการไหลของแก๊สซึมผ่านที่ความเข้มข้นต่าง ๆ (ทำครั้งละความเข้มข้น) แก๊สผสมที่ได้หลังจากการการผสมจะไหลผ่านอุปกรณ์วิเคราะห์แก๊ส บันทึกค่าระหว่างความเข้มข้นของแก๊สผสมกับความสูงของกราฟ (peak height) ณ ความเข้มข้นนั้น เมื่อทำการเปรียบเทียบค่าเสร็จแล้ว จึงจะนำชุดทดสอบไปใช้ตรวจสอบกับตัวอย่างได้



ภาพที่ 11 แผนผังของระบบการเทียบค่า (calibration) ของชุดทดสอบตามวิธีของ Ati *et.al.*  
ที่มา: Al-Ati *et.al.* (2003)

อัตราการไหลของแก๊สทดสอบที่ซึมผ่านฟิล์มลงมาระหว่างการทดสอบ จะถูกแก๊สพาให้ไหลเข้าสู่อุปกรณ์วิเคราะห์แก๊สในรูปแบบแก๊สผสม ความสูงของกราฟที่อ่านได้ จะถูกนำมาเปรียบเทียบกับผลการเปรียบเทียบค่า ว่าขณะนั้นมีอัตราการไหลของแก๊สทดสอบเท่าใด คำนวณหาอัตราการซึมผ่านของแก๊สผ่านฟิล์มโดยสมการที่ 8 ตัวอย่างการคำนวณของการทดลองหาอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์ม LLDPE แสดงตามขั้นตอนดังต่อไปนี้

- ผลการทดสอบ ณ จุดคงที่ อ่านความสูงของกราฟได้เท่ากับ 14.5 cm
- จากกราฟเทียบค่า ที่ความสูงของกราฟ 28.9 cm จะมีอัตราการไหลของแก๊ส

ออกซิเจนเท่ากับ: 
$$\frac{(14.5\text{cm}) \times (0.25\text{ml O}_2 / \text{min})}{(28.9\text{cm})} = 0.125\text{ml O}_2 / \text{min}$$

- คำนวณสัมประสิทธิ์สภาพให้ซึมผ่านได้ โดยใช้สมการที่ 8

$$P = \frac{(0.125\text{ml O}_2 / \text{min}) \times (7.6 \times 10^{-4}\text{ cm})}{(63.1\text{cm}^2)(60\text{sec})(76\text{cmHg})} = 3.3 \times 10^{-4} \frac{\text{ml.cm}}{\text{cm}^2 \cdot \text{s.cmHg}}$$

โดยที่  $q = 0.125 \text{ ml O}_2/\text{min}$ ,  $l = 7.6 \times 10^{-4} \text{ cm}$ ,  $A = 63.1 \text{ cm}^2$ ,  $\Delta P = 76 \text{ cmHg}$

ใช้ชุดทดสอบนี้ทดลองตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สผ่านฟิล์มชนิดต่าง ๆ เปรียบเทียบอัตราการซึมผ่านแก๊สผ่านฟิล์มที่ผ่านการตรวจสอบจากบริษัท Cryovac Co. ผู้ผลิตฟิล์ม ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 2

**ตารางที่ 2** ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนและคาร์บอนไดออกไซด์ผ่านฟิล์มของบริษัท Cryovac Co. และ ฟิล์มที่ใช้ทั่วไปสำหรับบรรจุหั่วผักกาด

Material	O <sub>2</sub> permeability ml.cm/cm <sup>2</sup> .s.cmHg		CO <sub>2</sub> permeability ml.cm/cm <sup>2</sup> .s.cmHg	
	Measured	Reported	Measured	Reported
EZ-Bag, Cryovac Co.	$3.632 \times 10^{-10} \pm 0.0$	$3.385 \times 10^{-10}$	$1.046 \times 10^{-9} \pm 0.0$	$1.015 \times 10^{-9}$
7.6 $\mu$ m bag, Cryovac Co.	$1.557 \times 10^{-10} \pm 0.0$	$1.451 \times 10^{-10}$	$4.144 \times 10^{-10} \pm 0.0$	$4.352 \times 10^{-10}$
Dole lettuce bag	$9.339 \times 10^{-11} \pm 0.0$	-	$2.072 \times 10^{-10} \pm 0.0$	-
Verdelli lettuce bag	$1.193 \times 10^{-10} \pm 0.0$	-	$2.59 \times 10^{-10} \pm 0.0$	-

ที่มา: Al-Ati *et al.* (2003)

### มาตรฐานที่ใช้ในการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊ส

มาตรฐานที่ใช้ในการตรวจวัดอัตราการซึมผ่าน ได้แก่ ISO 15105-2:2003(E) Plastic film and sheeting determination of gas transmission rate-Equal-pressure method (International standard organization [ISO], 2003) และ ASTM F1307-02 Standard test methods for oxygen transmission rate through dry package using a coulometric sensor. (American society for testing materials [ASTM], 2002) รายละเอียดของทั้งสองมาตรฐานแสดงอยู่ในภาคผนวก ก (มาตรฐานที่ใช้ในการตรวจวัดอัตราการซึมผ่าน)

มาตรฐาน ISO 15105-2:2003(E) Plastic film and sheeting determination of gas transmission rate-Equal-pressure method ใช้ในการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สต่างๆ ผ่านฟิล์ม โดยใช้หลักการความดันเท่า (equal pressure method) หรือ ไอโซสแตติก โดยใช้เครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography) สำหรับการตรวจสอบแก๊ส เช่น แก๊สออกซิเจน แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และแก๊สไนโตรเจน เครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟีจะต้องมี

เครื่องตรวจวัดแบบเทอร์มัลคอนดักติวิตีสำหรับการตรวจไอของสารอินทรีย์ (organic vapors) ประเภทต่างๆ จะใช้เครื่องตรวจวัดแบบเฟรมไอโอไนซ์ (flame ionization detector, FID) ในการวิเคราะห์ แแผนผังของระบบการทดสอบแสดงตามภาพที่ 12 ปริมาตรแก๊สออกซิเจนที่ตรวจสอบได้ ณ สภาวะสมดุล จะถูกนำไปคำนวณเพื่อตรวจสอบอัตราการซึมผ่านฟิล์มตามสมการที่ 3

$$GTR = 1440 \times D \times C \times \frac{10^4}{A} \times \frac{p_a}{p_o} \quad (3)$$

$GTR$  = อัตราการซึมผ่านของแก๊ส [mol/(m<sup>2</sup>.s.Pa)]

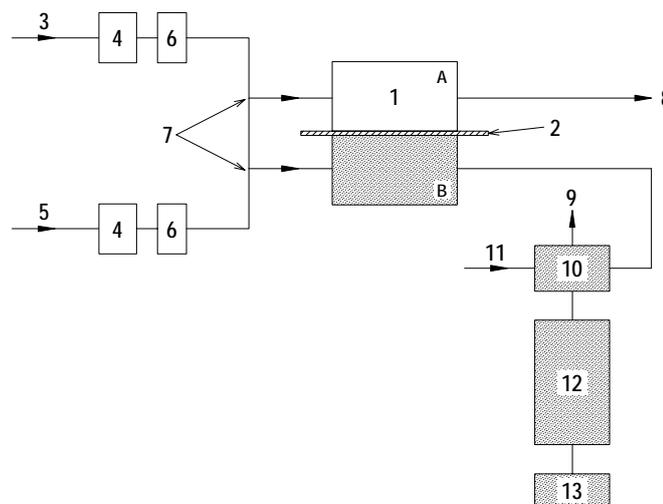
$D$  = อัตราการไหลของแก๊สพา (carrier gas) (cm<sup>3</sup>/min)

$C$  = ความเข้มข้นของแก๊สซึมผ่านในแก๊สพาโดยปริมาตร

$A$  = พื้นที่สัมผัสแก๊สซึมผ่าน (m<sup>2</sup>)

$p_a$  = ความดันบรรยากาศภายนอก (pascals)

$p_o$  = ความดันภายในภาชนะบรรจุ (pascals)



#### Key

- |   |  |
|---|--|
| 1 transmission cell with chambers A and B | 8 test gas outlet (or carrier gas outlet when purging) |
| 2 specimen                                | 9 carrier gas inlet                                    |
| 3 test gas inlet                          | 10 sampling loop                                       |
| 4 gas-conditioning device                 | 11 chromatography carrier gas inlet                    |
| 5 carrier gas inlet                       | 12 chromatography column                               |
| 6 flowmeter                               | 13 TCD or FID detector                                 |
| 7 3-way valves                            |  |

ภาพที่ 12 แผนผังการทำงานของชุดตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สตามมาตรฐาน

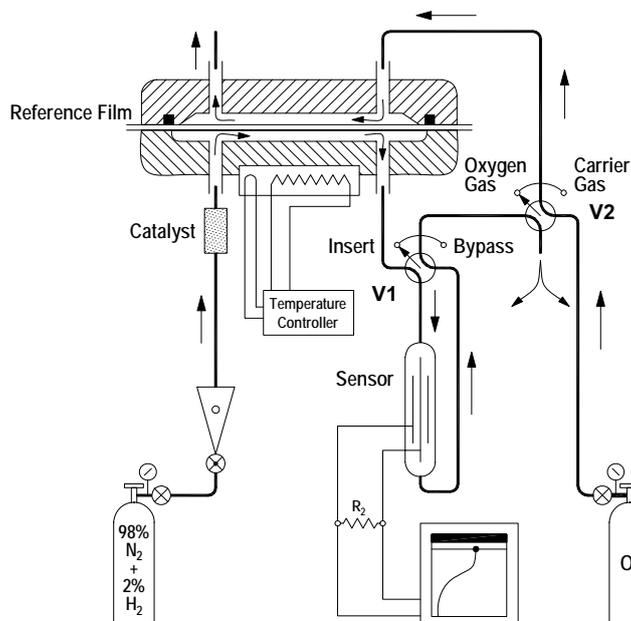
ISO 15105-2:2003 (E)

ที่มา: ISO (2003)

มาตรฐาน ASTM F1307-02 Standard test methods for oxygen transmission rate through dry package using a coulometric sensor. (ASTM, 2002) ใช้ในการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านได้เฉพาะแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์มหรือภาชนะบรรจุ ตัวอย่างเครื่องมือตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนที่ใช้ตามมาตรฐานนี้ ได้แก่ เครื่องออกซ์ทราน (Ox-tran) ผลิตโดยบริษัท Mocon, Inc. ใช้หลักการวัดแบบไอโซสแตติก ตรวจสอบแก๊สออกซิเจนที่ซึมผ่านโดยอุปกรณ์รับรู้คลูลอเมตรี (coulometry sensor) ลักษณะของเครื่องแสดงตามภาพที่ 13 และแผนผังการทำงานของเครื่องที่ใช้ในการทดสอบสำหรับตัวอย่างที่เป็นฟิล์ม แสดงตามภาพที่ 14

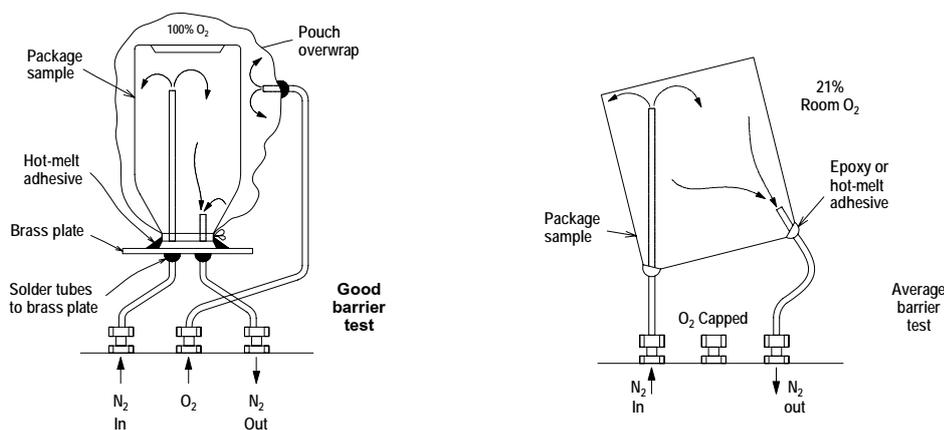


ภาพที่ 13 เครื่องมือตรวจวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน (Ox-tran apparatus)  
ที่มา: Mocon (2002)

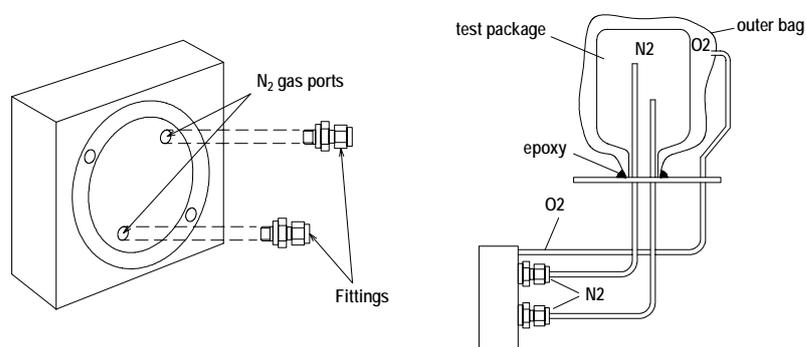


ภาพที่ 14 แผนผังการทำงานของชุดการทำงานของเครื่องมือตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์มตามมาตรฐาน ASTM 1307-02  
ที่มา: ASTM (2002)

อุปกรณ์รับรู้คลอเมตรที่ใช้สำหรับตรวจสอบแก๊สออกซิเจน มีความละเอียดในการวิเคราะห์แก๊สออกซิเจนในปริมาณที่ต่ำ สามารถตรวจวัดได้ระดับหนึ่งในพันล้านส่วน (ppb) ทำให้สามารถตรวจสอบปริมาณของแก๊สออกซิเจนที่ซึมผ่านได้แม้มีปริมาณน้อยมาก การนำแก๊สตัวอย่างไปวิเคราะห์ทำเป็นจังหวะ เช่น 15 นาทีต่อครั้ง สามารถกำหนดได้ขึ้นอยู่กับชนิดของพลาสติกตัวอย่าง การทำงานของเครื่องโดยปกติแก๊สตัวอย่างจะไหลทิ้งสู่ภายนอก การนำตัวอย่างแก๊สเข้าไปผ่านอุปกรณ์รับรู้เพื่อวิเคราะห์จะใช้วาล์ว V1 (ภาพที่ 14) ควบคุมทิศทางแก๊สตัวอย่างจากห้องด้านล่างผ่านไปสู่อุปกรณ์รับรู้ สำหรับการตรวจสอบอัตราซึมผ่านของออกซิเจนผ่านภาชนะบรรจุ จะต้องใช้อุปกรณ์ต่อเสริมจากเครื่อง ลักษณะอุปกรณ์เสริม และวิธีการต่ออุปกรณ์แสดงตามภาพที่ 15 และภาพที่ 16 ตามลำดับ การใช้อุปกรณ์เสริมสามารถทดสอบได้ทั้งภาชนะบรรจุแบบคงรูปและแบบไม่คงรูป



ภาพที่ 15 อุปกรณ์เพื่อใช้ในการตรวจสอบภาชนะบรรจุตามมาตรฐาน ASTM 1307-02  
ที่มา: ASTM (2002)



ภาพที่ 16 การต่ออุปกรณ์สำหรับใช้ในการทดสอบภาชนะบรรจุขึ้นรูปร่วมกับเครื่องมือ  
ตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน

ที่มา: Mocon (2002)

## อุปกรณ์และวิธีการ

### อุปกรณ์

1. เครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี Agilent รุ่น 6820 ประกอบด้วย TCD detector โดยมีคอลัมน์ที่ใช้คือ Molecular sieve ชื่อ GS-Molesieve ขนาดยาว 30 m, 0.53  $\mu\text{m}$  id จากบริษัท Agilent Technologies, Inc. เมือง Santa Clara ประเทศสหรัฐอเมริกา
2. เครื่องมือตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน (Ox-tran Model 20/2)
3. อุปกรณ์ในการบันทึกข้อมูล (คอมพิวเตอร์ Hewlett-Packard รุ่น HP Compaq dx6120 Pentium(R) 4 CPU 3.00 GHz)
4. แก๊สฮีเลียมบริสุทธิ์สูง UHP (99.999 %), TIG Co. Ltd.
7. แก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์สูง UHP (99.999 %), TIG Co. Ltd.
8. แก๊สออกซิเจนบริสุทธิ์ HP (99.99 %), TIG Co. Ltd.
9. วาล์วนิดตัวอย่าง Model 6UWE, sample loop 2 ml จากบริษัท Valco Instruments Co. Inc. เมือง Houston ประเทศสหรัฐอเมริกา
10. Inlet septum (Bleed/Temp Optimized Non-Stick 11 mm, บริษัท Agilent Technologies, Inc. เมือง Santa Clara ประเทศสหรัฐอเมริกา)
11. ฟิล์มตัวอย่าง LLDPE 20  $\mu\text{m}$ , CPP 25  $\mu\text{m}$  และ NY/LLDPE 30  $\mu\text{m}$  จากบริษัท Strong pack กรุงเทพฯ ประเทศไทย
12. ขวด LDPE ปริมาตร 250 ml และ 325 ml
13. ถ้วย LDPE ปริมาตร 250 ml
14. ข้อต่อวาล์ว วาล์วสามทาง วาล์วควบคุมอัตราการไหล และท่อเหล็กไร้สนิม (SUS 316) ขนาด 1/8" จากบริษัท Swagelok เมือง Ohio ประเทศสหรัฐอเมริกา
15. เหล็กไร้สนิม (SUS 304) สำหรับการขึ้นรูป จาก หจก. สุทธิรัตน์สหกิจ กรุงเทพฯ ประเทศไทย
16. เครื่องจักรงานช่างได้แก่ เครื่องกลึง เครื่องกัด เครื่องเจาะ ที่ศูนย์บริการเทคโนโลยี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ ปราจินบุรี ประเทศไทย
17. แหวนยางกันรั่ว จากบริษัท คิงซีล นนทบุรี ประเทศไทย

28. มาตรฐานวัดอัตราการไหลของแก๊ส Bubble flow meter มีช่วงการวัด 0-500 ml/min จากบริษัท Agilent Technologies, Inc. เมือง Santa Clara ประเทศสหรัฐอเมริกา
23. ไมโครมิเตอร์ความละเอียด 1/1000 mm โมเดล ID-C112BS จากบริษัท Mitutoyo ประเทศญี่ปุ่น
24. เครื่องวิเคราะห์แก๊ส Servomex Gas Analyser Model 1450 จากบริษัท Servomex Inc เมือง East Sussex ประเทศอังกฤษ

### วิธีการ

#### 1. ออกแบบระบบท่ออุปกรณ์ ของชุดทดสอบต้นแบบ และระบบการต่อชุดทดสอบกับเครื่องวิเคราะห์แก๊ส

รวบรวมข้อมูลและศึกษารูปแบบการทำงานของระบบท่อ และอุปกรณ์ ที่ใช้สำหรับการทดสอบหาอัตราการซึมผ่านของแก๊ส จากข้อมูลที่รวบรวมได้นำมาออกแบบระบบท่อ และอุปกรณ์ ดังกล่าวให้สามารถทำงานได้ตามวัตถุประสงค์ ระบบการทดสอบจะใช้หลักการวัดแบบไอโซสแตติก รวมถึงการออกแบบระบบการต่อเชื่อมชุดทดสอบเข้ากับเครื่องวิเคราะห์แก๊ส โครมาโทกราฟี (gas chromatography)

#### 2. ออกแบบโครงสร้างและการผลิตชุดทดสอบต้นแบบ

จากระบบที่ได้ออกแบบ นำมาใช้ออกแบบ โครงสร้าง และอุปกรณ์ต่างๆ ที่เกี่ยวข้องกับชุดทดสอบ ได้แก่ ชุดฐาน ชุดฝา อุปกรณ์จับยึดภาชนะบรรจุทรงรูป เพื่อให้สามารถใช้งานตามระบบที่ออกแบบ รวมถึงการเลือกวัสดุ และอุปกรณ์ จากนั้นผลิตชิ้นส่วนต่างๆ นำชิ้นส่วนหลังจากการผลิตไปประกอบและต่อระบบท่อตามระบบที่ได้ออกแบบไว้

### 3. การตรวจสอบและปรับปรุงชุดทดสอบต้นแบบก่อนใช้ทดสอบ

หลังจากได้ดำเนินการจัดสร้างชุดทดสอบเรียบร้อยแล้ว ด้วยชุดทดสอบเป็นอุปกรณ์ที่จะต้องนำไปใช้ทดสอบกับแก๊ส ดังนั้นก่อนนำไปทดสอบ จะต้องมีการตรวจสอบการรั่วของระบบ (leakage test) ตรวจสอบระบบการปรับอัตราการไหลของแก๊ส และตรวจสอบการวิธีการจับยึดภาชนะบรรจุรูป นำข้อมูลจากการตรวจสอบไปปรับปรุงให้ชุดสอบทำงานได้สมบูรณ์

### 4. กำหนดขั้นตอนการทำงานของชุดทดสอบต้นแบบ

หลังจากทำการตรวจสอบ จนชุดทดสอบต้นแบบพร้อมสำหรับการใช้ทดสอบจริง กำหนดขั้นตอนการใช้ชุดทดสอบอย่างละเอียด

### 5. การเตรียมแก๊สมาตรฐานเพื่อใช้สร้างกราฟเทียบค่า (calibration graph) ของแก๊สออกซิเจน สำหรับการวิเคราะห์แก๊ส

เครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography) สามารถใช้วิเคราะห์แก๊สได้ทั้งคุณภาพและปริมาณ ก่อนใช้เครื่องต้องหาเวลาแสดงผลของแก๊ส (retention time) ที่ต้องการ ตรวจสอบ และสร้างกราฟเทียบค่า (calibration graph) ของแก๊สทดสอบ (แก๊สออกซิเจน) เพื่อใช้เปรียบเทียบค่าของแก๊สออกซิเจนขณะทดสอบ (unknown) โดยเตรียมแก๊สมาตรฐาน จากการผสมแก๊ส (mixing gas) ระหว่างแก๊สทดสอบ (แก๊สออกซิเจน) กับแก๊สพา (แก๊สไนโตรเจน) ที่มีความเข้มข้นของแก๊สทดสอบแตกต่างกัน จากนั้นนำไปมาก นำแก๊สผสมแต่ละตัวอย่างฉีดเข้าเครื่องวิเคราะห์แก๊ส บันทึกความเข้มข้นของแก๊สออกซิเจน เวลาแสดงผล (retention time) และ พื้นที่แสดงผล (area response) นำข้อมูลที่ได้เขียนกราฟระหว่าง พื้นที่แสดงผลในแกน x กับ ความเข้มข้นของแก๊สทดสอบ (ppm) ในแกน y

### 6. การประเมินประสิทธิภาพของชุดทดสอบต้นแบบ

การทดลองใช้ชุดทดสอบต้นแบบกับแก๊สออกซิเจนเพื่อประเมินประสิทธิภาพ และความถูกต้องแม่นยำ เริ่มจากทดลองตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์ม แผนการทดลองจะทำการเปรียบเทียบค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนที่วัดได้จากชุดทดสอบ

ต้นแบบกับเครื่องมือตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์ม (Illinois 8500 Oxygen permeation analyzer) เพื่อวิเคราะห์ความเที่ยงตรงของชุดทดสอบต้นแบบ สำหรับตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองจะใช้ฟิล์ม และขนาด 3 ชนิด ฟิล์มชนิดละ 5 ซ้ำ และขนาดชนิดละ 3 ซ้ำ การวิเคราะห์ข้อมูลสำหรับการสร้างเครื่องมือวัด สิ่งที่ต้องให้ความสำคัญคือ 1) ความแม่นยำ (precision) และ 2) ความเที่ยงตรง (accuracy) หรือ ความสามารถในการวัดซ้ำ (repeatability) ในการวิเคราะห์ความแม่นยำ ใช้การวิเคราะห์ความต่างของทั้ง 2 กลุ่ม โดยใช้การตรวจสอบความแตกต่างสองตัวแทน (t-test) โดยเปรียบเทียบค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน ที่ได้จากเครื่องมือตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊ส (Illinois 8500) กับชุดทดสอบต้นแบบ ส่วนการวิเคราะห์ความสามารถในการวัดซ้ำ พิจารณาจากค่าความแปรปรวน (standard deviation) ของจำนวนซ้ำในตัวอย่างที่ทำการทดสอบ

## ผลและวิจารณ์

### 1. ผลการออกแบบระบบท่ออุปกรณ์ ของชุดทดสอบต้นแบบ และระบบการต่อชุดทดสอบกับเครื่องวิเคราะห์แก๊ส

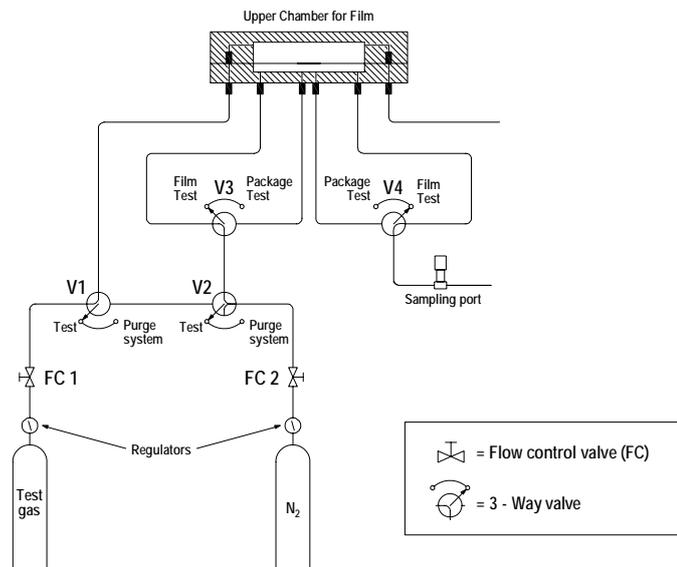
การออกแบบระบบท่อและอุปกรณ์ เริ่มจากรวบรวมระบบการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน ได้แก่ ระบบทดสอบตามมาตรฐาน ASTM 1307-02, ISO 15105-2:2003(E) และระบบการทดสอบของ Loudenslagel and William (1970) ทั้งสามระบบใช้หลักการทดสอบแบบไอโซสแตติกทั้งสิ้น Hernandez and Gavara (1999) โดยระบบทดสอบตามมาตรฐาน ASTM 1307-02 และ ISO 15105-2:2003(E) มีความจำเพาะกับตัวอย่างที่จะใช้ทดสอบ กล่าวคือใช้ได้กับฟิล์มเท่านั้น ส่วนหลักการการทดสอบของ Loudenslagel and William (1970) สามารถใช้ทดสอบได้กับภาชนะบรรจุรูปทรง เช่น ขวดพลาสติกเท่านั้น สำหรับเป้าหมายของงานวิจัยครั้งนี้ต้องการออกแบบให้เครื่องมือทดสอบนี้ใช้ทดสอบได้กับตัวอย่างภาชนะบรรจุรูปแบบ ฟิล์ม และ ภาชนะบรรจุรูปทรง ในชุดทดสอบเพียงชุดเดียวกัน

โดยทั่วไปโครงสร้างของชุดทดสอบการยอมให้แก๊สซึมผ่านสำหรับฟิล์ม มีลักษณะเป็นฝา 2 ฝา มาประกบกัน โดยมีฟิล์มตัวอย่างที่ต้องการทดสอบเป็นตัวกั้นระหว่างฝาทั้ง 2 ฝา ดังภาพที่ 8 ซึ่งไม่สามารถใช้ทดสอบกับภาชนะบรรจุรูปแบบอื่นได้ ดังนั้นการออกแบบ ในส่วนของโครงสร้างของชุดทดสอบ เพื่อใช้สำหรับทดสอบได้กับภาชนะบรรจุ จะต้องออกแบบให้ส่วนของฝาด้านบนสามารถถอดเปลี่ยนได้ เพื่อให้ชุดทดสอบสามารถทดสอบกับภาชนะบรรจุรูปทรงได้

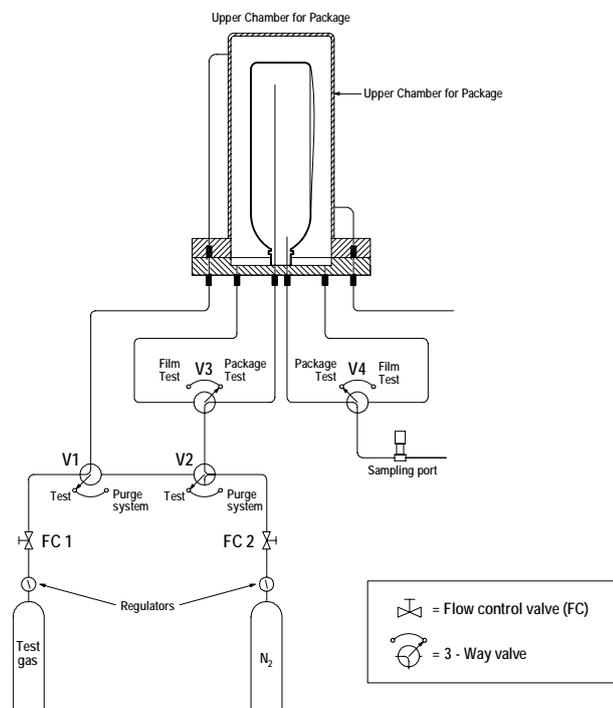
ในส่วนของการออกแบบระบบทดสอบ ใช้พื้นฐานหลักมาจากระบบทดสอบตามมาตรฐาน ISO 15105-2:2003(E) สิ่งที่ต้องมีการเพิ่มเติมอุปกรณ์ในระบบทดสอบพื้นฐาน เพื่อให้สามารถใช้ทดสอบภาชนะบรรจุหลากหลายรูปแบบ ได้แก่ ภาชนะบรรจุประเภทฟิล์ม และ ภาชนะบรรจุรูปทรง โดยใช้อุปกรณ์ช่วย คือ วาล์วสามทาง เป็นตัวเลือกรูปแบบการทดสอบให้สอดคล้องกับภาชนะบรรจุ

จากแนวคิดในการออกแบบระบบท่อ อุปกรณ์ และโครงสร้างของชุดทดสอบให้ตรงตามเป้าหมายที่กล่าวมาข้างต้น ลักษณะระบบท่อและอุปกรณ์ ของชุดทดสอบประกอบไปด้วย ระบบ

ทดสอบหลักตามมาตรฐาน ISO 15105-2:2003(E) ตามภาพที่ 10 โดยเพิ่มวาล์วสามทาง V3 และ V4 ที่ใช้สำหรับการเลือกทดสอบกับฟิล์มหรือภาชนะบรรจุจุกรูป แสดงดังภาพที่ 17 และภาพที่ 18 ตามลำดับ



ภาพที่ 17 แผนผังของระบบชุดทดสอบที่ออกแบบ (สำหรับใช้ทดสอบสำหรับฟิล์ม)

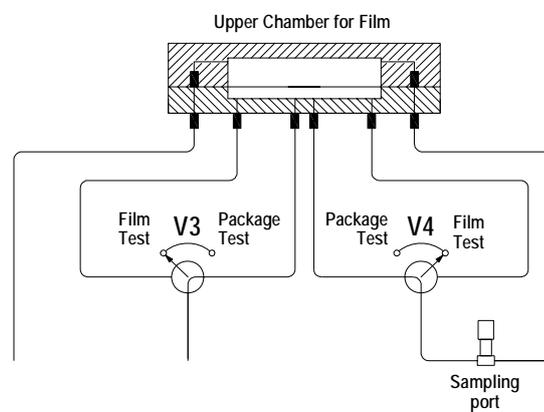


ภาพที่ 18 แผนผังของระบบชุดทดสอบที่ออกแบบ (สำหรับใช้ทดสอบสำหรับขวด)

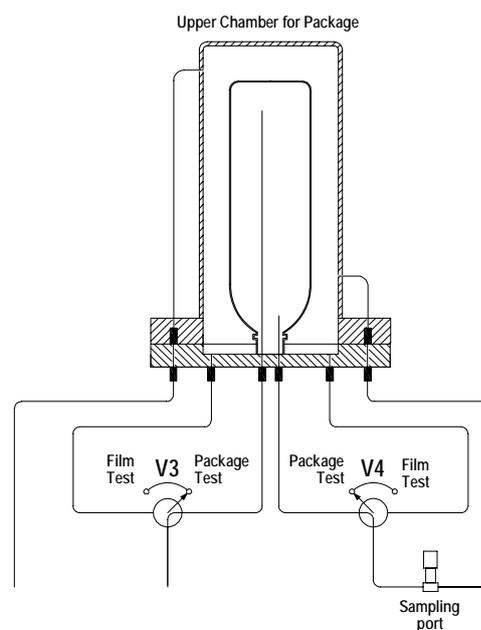
## 1.1 หลักการทำงานของระบบทดสอบ

หลักการทำงานของระบบทดสอบต้นแบบ แบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอนคือ

1.1.1 ขั้นตอนก่อนการทดสอบ ก่อนทำการทดสอบต้องปรับระบบของชุดทดสอบให้ตรงตามชนิดของภาชนะบรรจุที่จะทำการทดสอบ โดยหมุนเปลี่ยนตำแหน่งวาล์วสามทาง V3 และ V4 ไปในทิศทางที่ต้องการทดสอบ และเปลี่ยนฝาของชุดทดสอบให้ตรงกับการทดสอบ ลักษณะของแผนผังของระบบที่ใช้เลือกชนิดของภาชนะบรรจุแสดงดังภาพที่ 19 และ 20



ภาพที่ 19 ตำแหน่งวาล์วสามทาง V3 และ V4 ภายในระบบ สำหรับทดสอบฟิล์ม



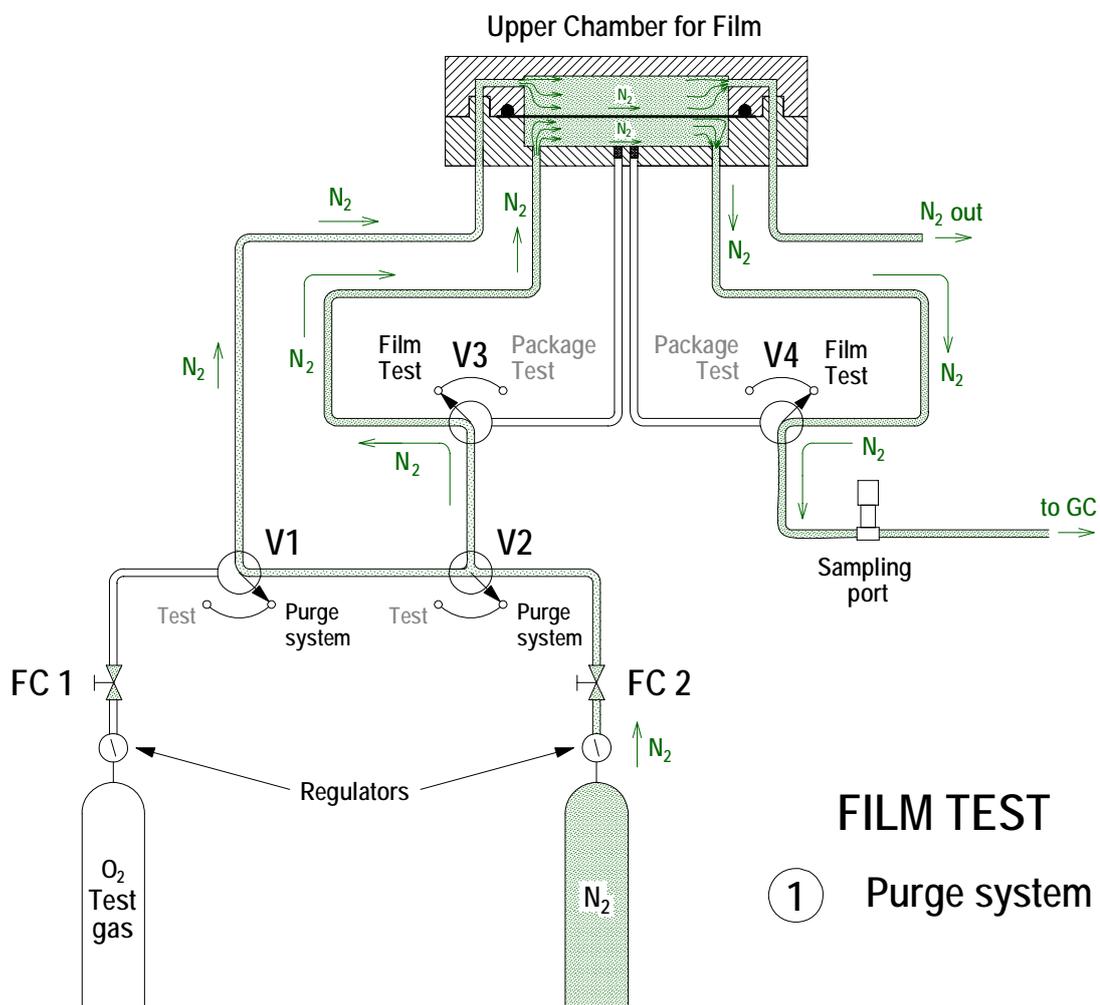
ภาพที่ 20 ตำแหน่งวาล์วสามทาง V3 และ V4 ภายในระบบ สำหรับทดสอบภาชนะบรรจุ

1.1.2 ขั้นตอนการไล่แก๊สออกซิเจนภายในระบบ (purge system) เป็นการไล่แก๊สออกซิเจนที่ค้างอยู่ในชุดทดสอบ เริ่มต้นโดยทำการปรับตำแหน่งวาล์วสามทาง V1 และ V2 ไปตำแหน่งไล่แก๊ส (Purge system) ต่อจากนั้นเปิดแก๊สไนโตรเจน ควบคุมอัตราการไหลโดยใช้วาล์ว FC 2 แก๊สไนโตรเจนไหลผ่านวาล์ว V2 ส่วนหนึ่งไหลผ่านไปสู่วาล์ว V1 และไหลต่อเข้าไปภายในห้องด้านล่างหรือภาชนะบรรจุและไหลออกผ่านวาล์ว V4 ผ่านออกสู่บรรยากาศ แก๊สไนโตรเจนอีกส่วนหนึ่งที่ไหลผ่านวาล์ว V2 จะไหลไปสู่วาล์ว V1 และไหลต่อเข้าไปยังส่วนห้องด้านบนหรือบริเวณภายนอกของภาชนะบรรจุ ต่อจากนั้นไหลออกสู่บรรยากาศภายนอก ภาพที่ 21 และ 22 แสดงตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการไล่อากาศ (Purge system) ขณะทดสอบกับตัวอย่างฟิล์ม และภาชนะบรรจุคงรูปตามลำดับ ระยะเวลาที่ใช้ในการไล่ออกซิเจนขึ้นอยู่กับปริมาณของภาชนะบรรจุที่นำมาทดสอบ แสดงตามตารางที่ 3

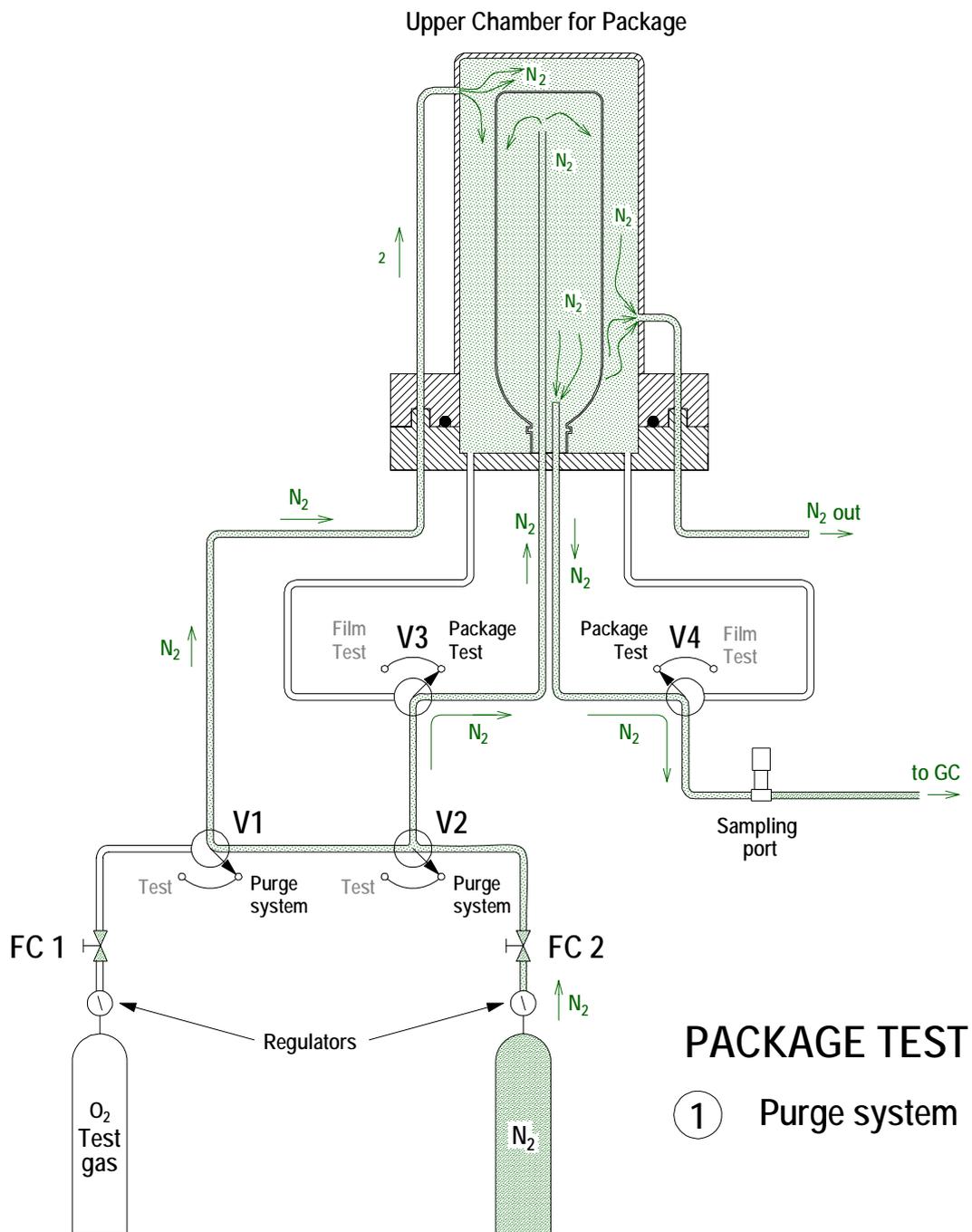
ตารางที่ 3 เวลาในการไล่แก๊สออกซิเจนในระบบ (purging system)

ปริมาณของภาชนะบรรจุ (ml)	purging time
< 100	30 min
100 – 200	1 h
200 – 500	2 h
500 - 1000	> 3 h

ที่มา : ASTM (2002)

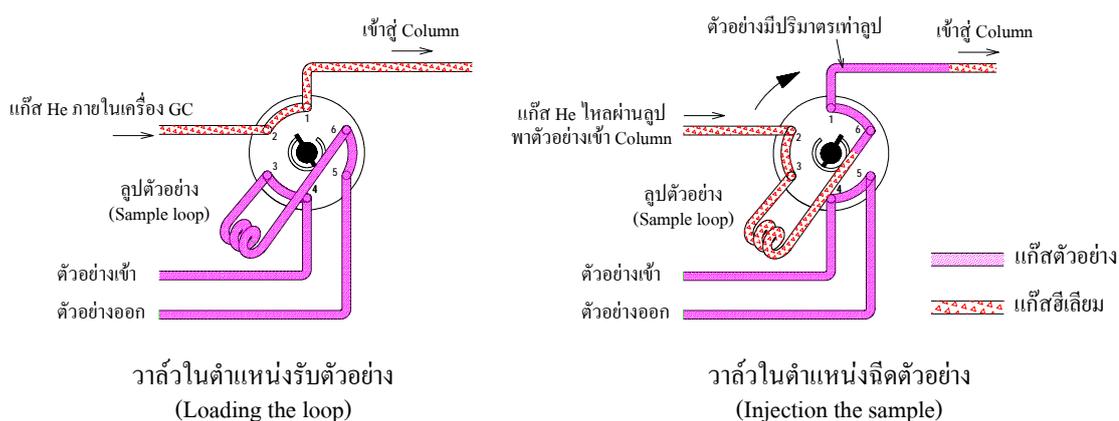


ภาพที่ 21 ตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการไล่อากาศ (purge system) สำหรับการทดสอบตัวอย่างฟิล์ม



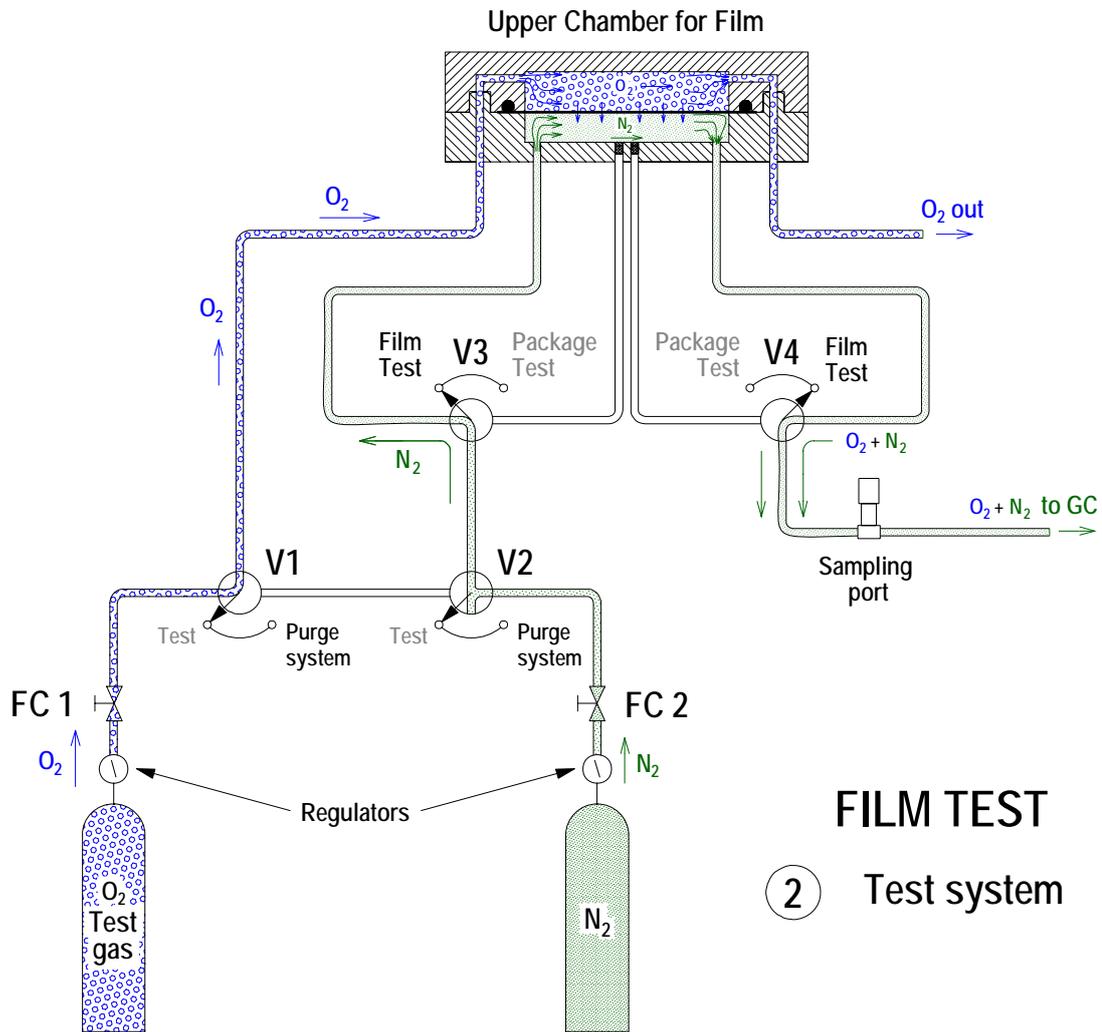
ภาพที่ 22 ตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการไล่อากาศ (purge system) สำหรับการทดสอบตัวอย่างภาชนะบรรจุทรงรูป

1.1.3 ขั้นตอนการทดสอบ (test procedure) หลังจากไล่แก๊สออกซิเจนออกจากระบบแล้ว ต่อไปเป็นขั้นตอนการทดสอบโดยการกลับทางวาล์วสามทาง V1 และ V2 ไปตำแหน่งทดสอบ (test) ต่อจากนั้นเปิดแก๊สออกซิเจนให้ไหลผ่านวาล์วควบคุมอัตราการไหล FC1 ไหลผ่านวาล์ว V1 เข้าสู่ห้องด้านบนหรือภายนอกภาชนะบรรจุ และไหลออกสู่บรรยากาศ ส่วนของแก๊สในโตรเจนจะไหลผ่านวาล์ว V2 ไปสู่วาล์ว V3 และไหลต่อเข้าไปภายในห้องด้านล่างหรือภายในภาชนะบรรจุ และไหลออกจากภาชนะบรรจุผ่านวาล์ว V4 ออกสู่บรรยากาศภายนอก ภาพที่ 24 และ 25 แสดงตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการทดสอบ (test system) ขณะทดสอบกับตัวอย่างฟิล์มและภาชนะบรรจุจรูปตามลำดับ ระหว่างช่วงเวลาทดสอบ ตรวจสอบปริมาณออกซิเจนที่ซึมผ่านภาชนะบรรจุด้วยเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี เป็นระยะๆ วิธีการนำตัวอย่างแก๊สเข้าไปสู่เครื่องวิเคราะห์ สามารถทำได้โดยใช้เข็มเก็บตัวอย่างแก๊ส (gas-tight syringes) เก็บตัวอย่างแก๊สผ่านช่องเก็บตัวอย่าง หรือใช้วาล์วนิดตัวอย่าง (gas sampling valve) โดยนำท่อทางออกแก๊สของห้องด้านล่าง ไปต่อเข้ากับวาล์วนิดตัวอย่างที่อยู่บนเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟีโดยตรง การใช้วาล์วนิดตัวอย่างจะง่ายต่อการวิเคราะห์แก๊สเพราะระบบวาล์วนิดตัวอย่างจะนำตัวอย่างจากชุดทดสอบเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี โดยอัตโนมัติมีข้อดีคือ ปริมาตรของตัวอย่างแก๊สที่ฉีดเข้าเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟีจะเท่ากันเสมอ ปริมาตรของตัวอย่างแก๊สถูกกำหนดจากลูปตัวอย่าง และสามารถกำหนดเวลาที่จะฉีดแก๊สได้ตามที่เราต้องการ ลักษณะการทำงานของวาล์วนิดตัวอย่าง แสดงดังภาพที่ 23 การต่อระบบชุดทดสอบเข้ากับวาล์วนิดตัวอย่าง (gas sampling valve) แสดงดังภาพที่ 26

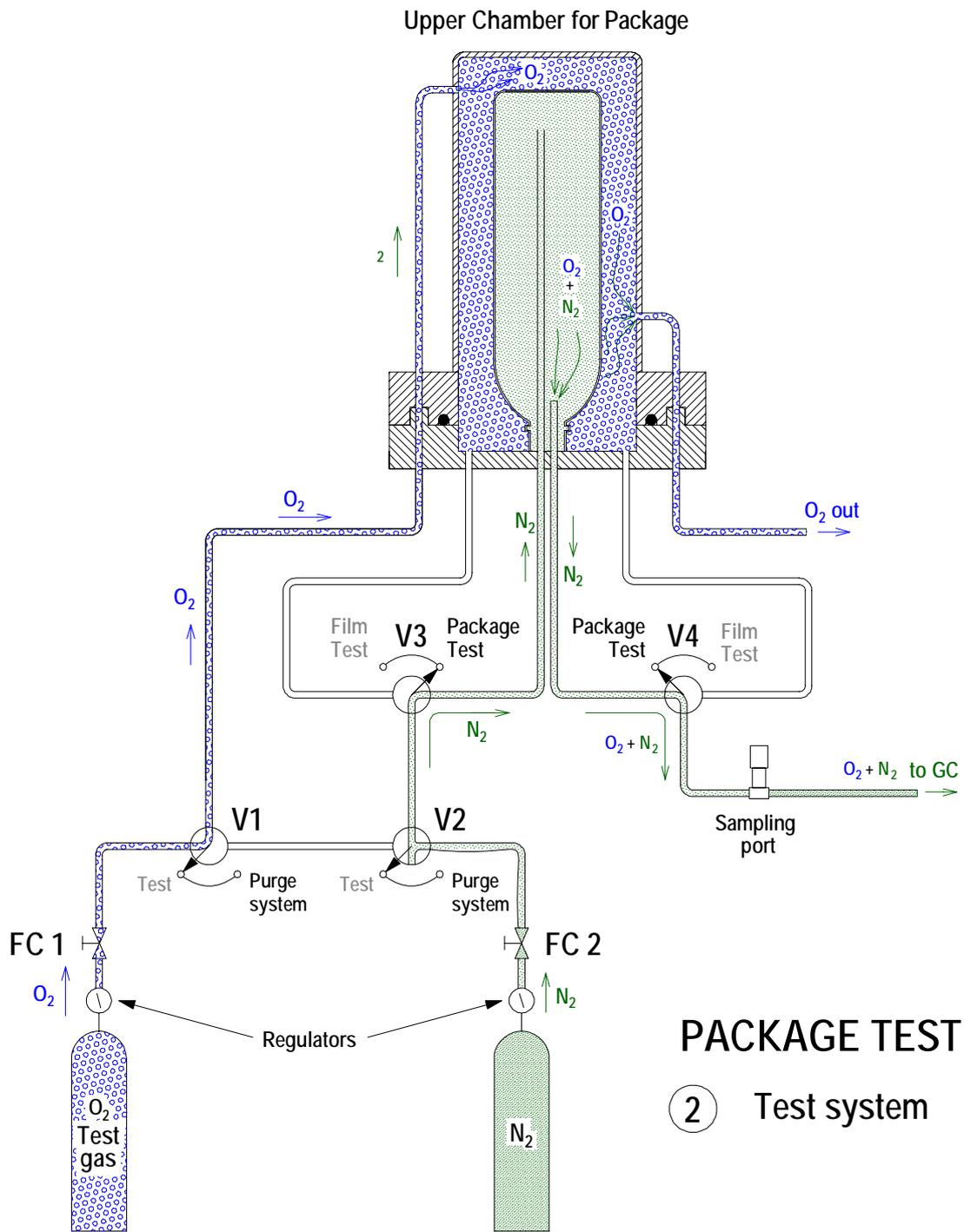


ภาพที่ 23 การทำงานของวาล์วนิดตัวอย่าง

คัดแปลงจาก: Agilent (2002)



ภาพที่ 24 ตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการทดสอบ (Test system) สำหรับการทดสอบตัวอย่างฟิล์ม



ภาพที่ 25 ตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการทดสอบ (Test system) สำหรับการทดสอบตัวอย่างภาชนะบรรจุรูป



## 2. ออกแบบโครงสร้างและการผลิตชุดทดสอบต้นแบบ

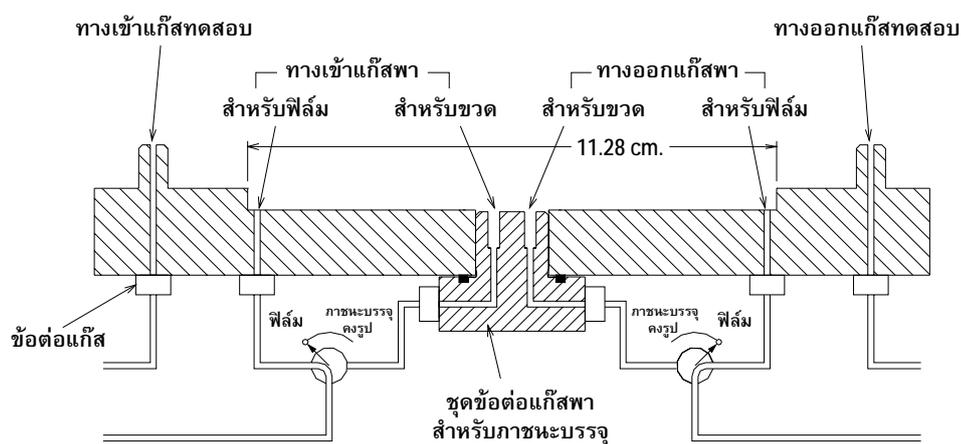
การออกแบบโครงสร้างของชุดทดสอบ เพื่อให้สามารถใช้ทดสอบได้ตามระบบที่ได้ ออกแบบไว้ข้างต้น เพื่อที่จะนำชุดทดสอบไปใช้ได้กับภาชนะบรรจุพลาสติกประเภทฟิล์มและ ภาชนะบรรจุทรงรูป โดยใช้ชุดทดสอบเพียงชุดเดียว เนื่องจากลักษณะทางกายภาพของภาชนะบรรจุ ทั้งสองประเภทมีความแตกต่างกัน ฟิล์มมีลักษณะแบน ส่วนภาชนะบรรจุทรงรูปจะมีสัดส่วนที่ แตกต่างกัน เช่น ขวด หรือ ถ้วย ดังนั้นชุดทดสอบจะต้องมีฝาสองชุด เพื่อใช้สำหรับทดสอบภาชนะ บรรจุแต่ละประเภท โดยใช้ชุดฐานร่วมกัน จากแนวคิดเบื้องต้น การออกแบบโครงสร้างของชุด ทดสอบจะแบ่งออกเป็น 5 ส่วนด้วยกัน คือ

### 2.1 การออกแบบร่างชุดฐาน

จากลักษณะของชุดทดสอบหาอัตราการซึมผ่านของแก๊สที่ใช้ทดสอบฟิล์มทั่วไป ส่วน ของฐานจะเป็นส่วนของห้องด้านล่างที่มีช่องให้แก๊สพาไหลผ่าน โดยมีตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบ เป็นตัวแบ่งระหว่างห้องทั้งสอง สำหรับงานวิจัยครั้งนี้รูปแบบของตัวอย่างภาชนะบรรจุที่ต้องการ ให้ทดสอบมีหลายประเภท ได้แก่ ฟิล์ม และ ภาชนะบรรจุทรงรูป เช่น ขวด หรือถ้วย ดังนั้นชุดฐาน จะต้องออกแบบให้สามารถรองรับ สำหรับการทดสอบตัวอย่างได้ทั้งสองประเภท แนวทางการ ออกแบบจะต้องพิจารณาจากรูปแบบทางกายภาพของตัวอย่างทั้งสองประเภท โดยเริ่มพิจารณาจาก ฟิล์มก่อน สำหรับการทดสอบฟิล์ม สิ่งที่ต้องทำการกำหนดคือ พื้นที่สัมผัสแก๊สทดสอบ (sample test area) ตามมาตรฐาน ISO 15105 - 2:2003 (E) กำหนดพื้นที่ดังกล่าวอยู่ระหว่าง 1 – 150 cm<sup>2</sup> โดยทั่วไปนิยมใช้ที่ 100 cm<sup>2</sup> เมื่อคำนวณจากพื้นที่ 100 cm<sup>2</sup> ให้เป็นขนาดของเส้นผ่าศูนย์กลางของ ห้องด้านล่าง จะได้ขนาด 11.28 cm ขนาดดังกล่าวนี้จะถูกใช้เป็นตัวกำหนดขนาดของห้องด้านล่าง โดยที่ช่องทางเข้าและออกของแก๊สพาจะต้องออกแบบให้มีการไหลครอบคลุมพื้นที่สัมผัสแก๊ส ทดสอบ ดังนั้นช่องทางเข้าและออกของแก๊สพาจะต้องอยู่ติดขอบด้านซ้ายและขวาของพื้นที่ทดสอบ เมื่อวางตัวอย่างฟิล์มบนชุดฐานแล้ว ห้องด้านล่างจะกลายเป็นห้องปิด เมื่อมีการเปิดแก๊สพาเข้าสู่ ห้องด้านล่าง แก๊สพาก็จะไหลจากช่องทางเข้าด้านซ้ายออกไปยังช่องทางด้านขวา

ต่อไปพิจารณาดังตัวอย่างที่เป็นภาชนะบรรจุทรงรูป สิ่งที่แตกต่างกันระหว่างภาชนะบรรจุ ทั้ง สองแบบคือ ลักษณะของการกั้นแบบระหว่างห้องด้านบนและห้องด้านล่าง สำหรับภาชนะบรรจุ ทรงรูป (ขวด และถ้วยพลาสติก) จะใช้ภาชนะบรรจุทรงรูปที่นำมาทดสอบเป็นตัวกั้นระหว่างห้องทั้งสอง

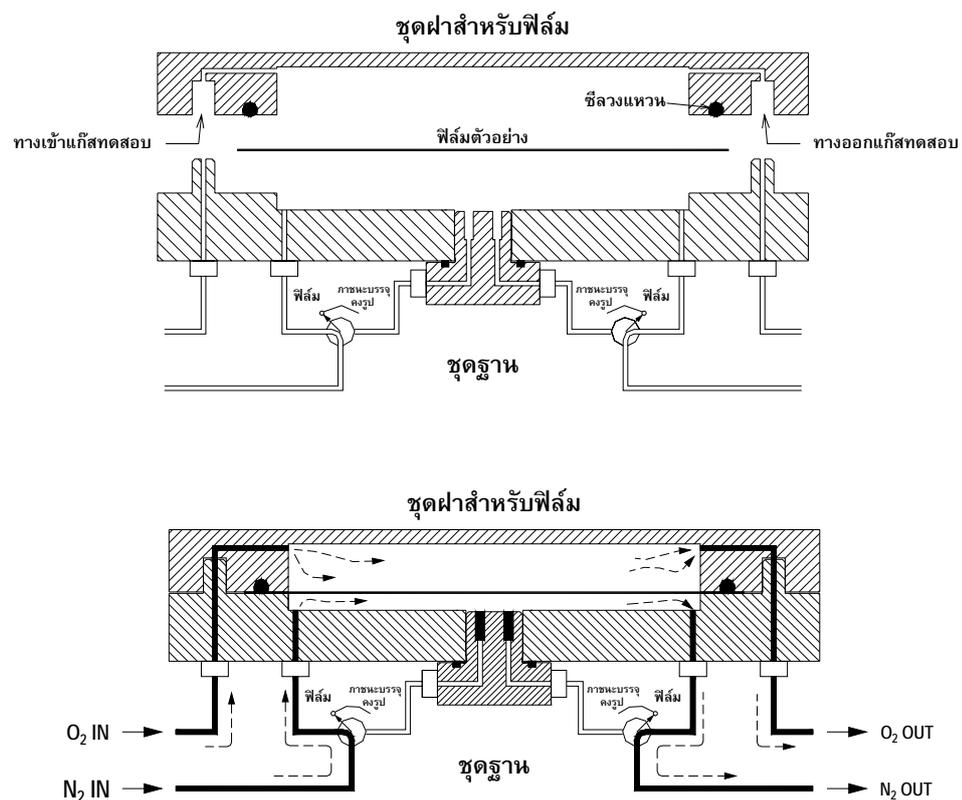
โดยห้องด้านล่างจะอยู่ภายในภาวะบรรจุคงรูป ดังนั้นปัญหาที่ตามมาคือ ช่องทางเข้าของแก๊สพลาสมาใช้ร่วมกับช่องทางเข้าของแก๊สพลาสมาสำหรับทดสอบฟิล์มไม่ได้ เนื่องจากทางเข้าและออกของแก๊สพลาสมาจะต้องผ่านบริเวณปากของภาวะบรรจุคงรูป คือเวลาทดสอบปากของขวดจะต้องครอบปิดช่องทางเข้าและออกของแก๊สพลาสมาได้พอดี ระยะห่างของช่องทางเข้าและออกของแก๊สพลาสมาจะต้องมีระยะห่างน้อยกว่าขนาดของปากขวด แต่เนื่องจากการต่อแก๊สเข้ากับชุดฐานจะต้องใช้ข้อต่อแก๊สเชื่อมติดกับชุดฐาน ในส่วนของช่องทางเข้าของแก๊สพลาสมาสำหรับทดสอบฟิล์ม สามารถเชื่อมต่อได้เลย แต่ช่องทางเข้าของแก๊สพลาสมาสำหรับทดสอบภาชนะบรรจุไม่สามารถเชื่อมต่อได้โดยตรงกับชุดฐาน เพราะระยะห่างของช่องมีระยะจำกัด (ปากขวดพลาสติกมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 mm) จึงได้ออกแบบอุปกรณ์ช่วยเพื่อที่จะสามารถเชื่อมต่อสำหรับท่อแก๊สได้ ส่วนของฐานนอกจากจะใช้เป็นส่วนของห้องด้านล่างแล้ว ยังจะต้องเป็นส่วนที่ใช้ยึดชุดฝา โดยชุดฝาจะเป็นส่วนของห้องด้านบนที่จะต้องมีการทดสอบ (แก๊สออกซิเจน) ไหลผ่าน ดังนั้นชุดฐานจะต้องมีช่องทางเข้าและออกของแก๊สทดสอบ ในส่วนนี้ออกแบบให้ช่องทางเข้าและออกของแก๊สทดสอบมีลักษณะเป็นสลักมีช่องแก๊สผ่านได้ข้างใน อยู่ด้านบนของชุดฐานเพื่อเป็นช่องสำหรับให้แก๊สทดสอบ (แก๊สออกซิเจน) ไหลเข้าและออกในส่วนของฝาด้านบน ลักษณะแบบร่างของชุดฐาน และอุปกรณ์ดังกล่าว แสดงดังภาพที่ 27 วัสดุที่ใช้ในการผลิตโครงสร้างทั้งหมดจะใช้เหล็กไร้สนิม SUS 304 (stainless steel) เพื่อป้องกันปฏิกิริยาระหว่างผิวของชุดทดสอบกับแก๊สที่นำมาทดสอบ



ภาพที่ 27 แบบร่างของชุดฐานและอุปกรณ์

## 2.2 การออกแบบร่างชุดฝา

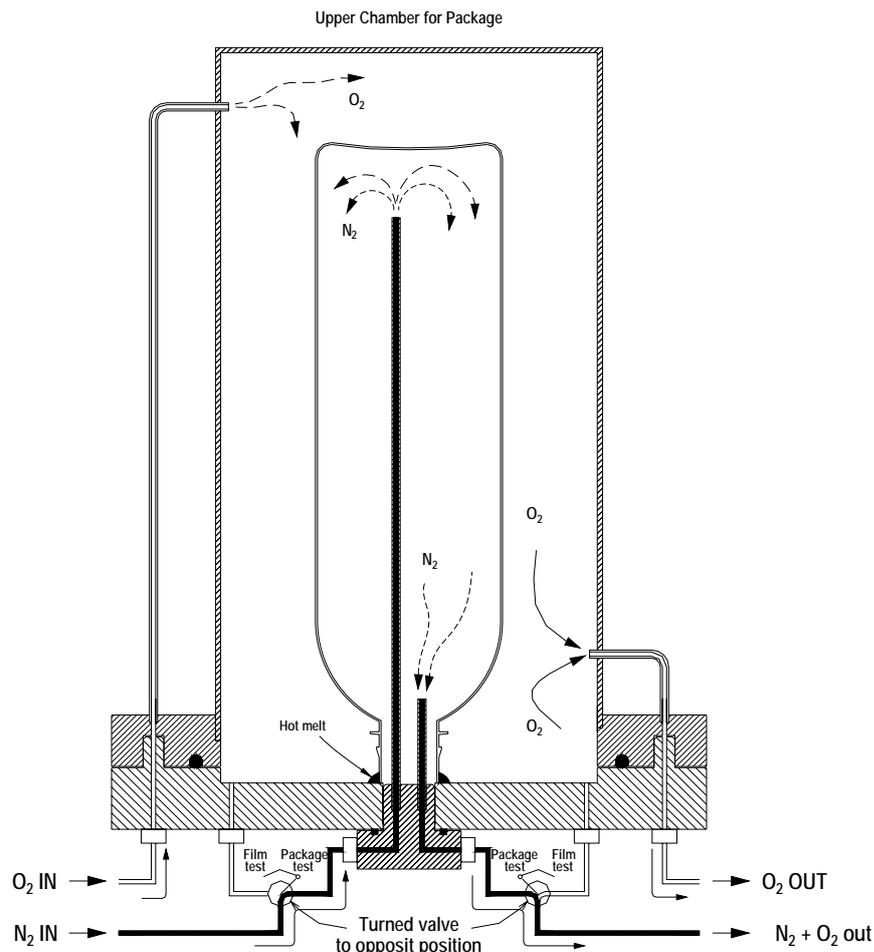
ในส่วนชุดฝาจะเป็นส่วนของห้องด้านบนที่จะให้แก๊สทดสอบไหลผ่านโดยมีฟิล์มหรือภาชนะบรรจุตัวอย่างกั้นระหว่างห้องด้านบนและด้านล่าง สำหรับชุดฝานี้จะมีสองชุด คือ ฝาสำหรับฟิล์ม และ ฝาสำหรับภาชนะบรรจุ ในส่วนของฝาสำหรับฟิล์มขนาดพื้นที่สัมผัสแก๊สทดสอบจะต้องมีขนาดเท่ากับพื้นที่สัมผัสแก๊สทดสอบของห้องด้านล่าง คือ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 11.28 cm และจะต้องมีช่องสำหรับให้แก๊สทดสอบไหลผ่านโดยช่องทางเข้าจะตรงกับช่องของชุดฐานในส่วนที่เป็นสลักยื่นขึ้นมา สำหรับการจับยึดฝาจะต้องใช้มือหมุนสลักเกลียวจำนวน 3 ตำแหน่ง และป้องกันการรั่วของแก๊สระหว่างทั้งสองห้องโดยใช้ซีลวงแหวน (o-ring) ลักษณะแบบร่างของฝาสำหรับฟิล์มแสดงดังภาพที่ 28



ภาพที่ 28 แบบร่างของชุดฝาสำหรับฟิล์ม

สำหรับชุดฝาสำหรับภาชนะบรรจุทรงรูป ที่ต้องใช้ร่วมกับชุดฐาน ขนาดของภาชนะบรรจุทรงรูป ที่สามารถใช้ทดสอบได้ต้องมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางไม่เกินขนาดพื้นที่สัมผัสแก๊สทดสอบ (เส้นผ่านศูนย์กลาง 11.28 cm) ข้อมูลจากการตรวจสอบขนาดของขวดพลาสติก (ภาชนะ

บรรจุรูป) ที่สามารถใช้ทดสอบกับชุดทดสอบนี้ มีปริมาตร 250-600 ml ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของขวดดังกล่าวมีขนาด 3-7 เซนติเมตร ลักษณะของฝาสำหรับภาชนะบรรจุรูปจะเหมือนกับ ชุดฝาสำหรับฟิล์ม แต่ชุดฝาสำหรับภาชนะบรรจุรูปจะมีส่วนสูงกว่าฝาสำหรับฟิล์ม ซึ่งส่วนสูงที่ ออกแบบจะต้องสูงกว่าขวดพลาสติกปริมาตร 600 ml ลักษณะแบบร่างของชุดฝาสำหรับภาชนะบรรจุรูปแสดง ดังภาพที่ 29

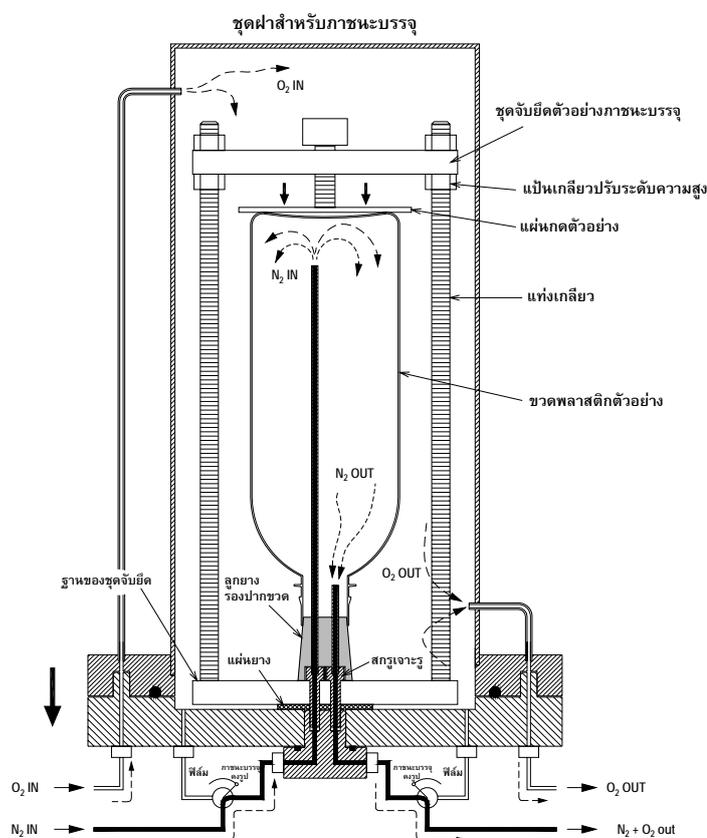


ภาพที่ 29 แบบร่างของชุดฝาสำหรับภาชนะบรรจุรูป

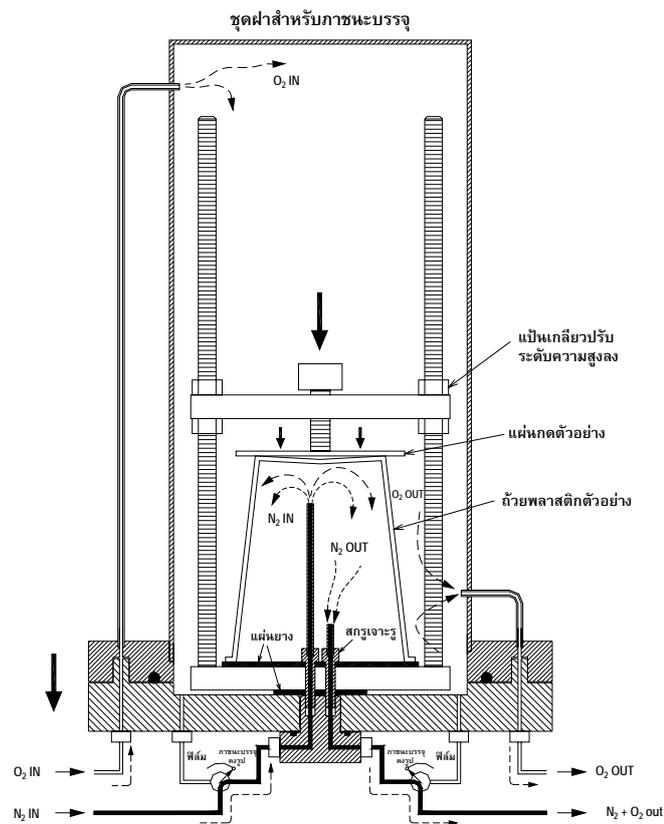
### 2.3 การออกแบบร่างอุปกรณ์จับยึดตัวอย่างทดสอบ

ในส่วนการทดสอบตัวอย่างประเภทฟิล์มสามารถยึดฟิล์มโดยซีลวงแหวนของฝาด้านบนตัวอย่างที่ใช้จะต้องมีขนาดใหญ่กว่าขนาดของซีลวงแหวน สำหรับตัวอย่างประเภทภาชนะบรรจุพลาสติกทรงรูป เช่น ขวดหรือถ้วย การจับยึดตัวอย่างตามมาตรฐาน ASTM 1307 การจับยึดตัวอย่างประเภทดังกล่าวทำโดยใช้กาวร้อนเชื่อมติดระหว่างปากขวดและฐานแสดงดังภาพที่ 15

หลังจากที่ได้ทำการทดลองยึดตามวิธีดังกล่าว เมื่อมีการปล่อยให้แก๊สไหลเข้าภาชนะบรรจุ โดยที่แก๊สมีความดันจะเกิดการรั่วที่บริเวณจุดเชื่อมกาวกับชุดฐาน ประกอบกับการจับยึดตัวอย่างภาชนะบรรจุโดยการติดกาวไม่ค่อยสะดวกนัก สำหรับในกรณีที่มีตัวอย่างจำนวนมาก จากปัญหาดังกล่าว จึงได้ออกแบบชุดจับยึดภาชนะบรรจุคงรูปใหม่ การแก้ปัญหที่เกิดจากการรั่วของแก๊สบริเวณระหว่างรอยต่อระหว่างปากของภาชนะบรรจุกับชุดฐาน จะต้องแก้ไขโดยหาตัวคดให้ปากของภาชนะบรรจุแนบกับผิวของชุดฐานให้ได้ ทำโดยใช้แผ่นยางกั้นระหว่างปากของภาชนะบรรจุกับชุดฐาน โดยที่ความสูงของตัวคด จะต้องสามารถปรับเปลี่ยนให้ได้ตามความสูงของภาชนะบรรจุคงรูป ตัวอย่าง ในส่วนนี้ออกแบบชุดจับยึดตัวอย่างภาชนะบรรจุคงรูป จะต้องใช้เสาเกลียวสองเสา ปรับระดับความสูงของชุดคดโดยใช้เป็นเกลียว เนื่องจากชุดจับยึด ไม่สามารถที่จะประกอบติดกับชุดฐานแบบถาวรได้ เนื่องจากจะต้องใช้ชุดฐานทดสอบกับตัวอย่างฟิล์ม ดังนั้นชุดจับยึดที่ออกแบบจะต้องให้มีฐานของตัวเองเพื่อที่จะยกถอดประกอบได้ ทั้งชุด ลักษณะของชุดจับยึดตัวอย่างสำหรับทดสอบตัวอย่างขวดพลาสติกขณะติดตั้งกับชุดฐานแสดงดังภาพที่ 30 และลักษณะของชุดจับยึดตัวอย่างสำหรับทดสอบตัวอย่างถ้วยพลาสติก แสดงดังภาพที่ 31



ภาพที่ 30 ลักษณะของชุดจับยึดตัวอย่างสำหรับทดสอบตัวอย่างขวดพลาสติกขณะติดตั้งกับชุดฐาน



ภาพที่ 31 ลักษณะของชุดจับยึดตัวอย่าง สำหรับทดสอบตัวอย่างถ้วยพลาสติก

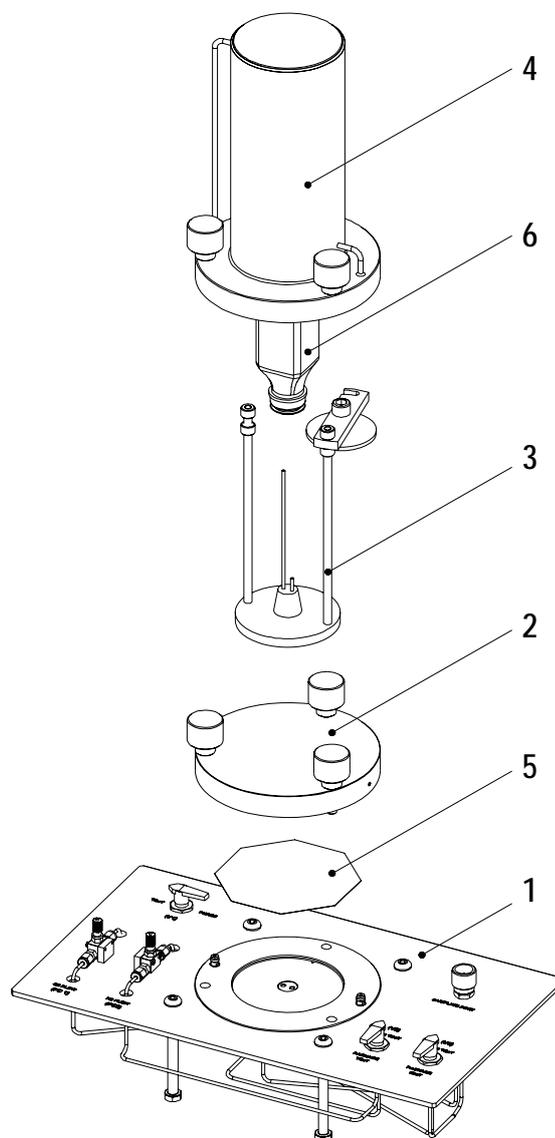
การติดตั้งชุดจับยึดเข้ากับชุดฐาน ทำโดยใช้สลักเกลียวร้อยเข้ากับช่องทางเข้า และออกของแก๊สพา ที่อยู่ตรงกลางของชุดฐาน ซึ่งปลายของช่องดังกล่าวจะต้องทำเกลียวเพื่อที่จะสามารถขันยึดสลักเกลียวได้ แต่สลักเกลียวที่ใช้จะต้องเจาะช่องเพื่อให้แก๊สไหลเข้าได้เหมือนเดิม และใช้แผ่นยางกันรั่ว (rubber seal) กันแก๊สรั่วระหว่างช่องทางเข้าและออกของแก๊สพากับสลักเกลียวเจาะช่อง ขนาดของขวดที่จะนำมาทดสอบจะถูกกำหนดจากขนาดของพื้นที่สัมผัสแก๊ส ดังนั้นขนาดของภาชนะบรรจุที่จะนำมาทดสอบได้จะต้องมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางไม่เกิน 11.28 cm จากการตรวจสอบขนาดของขวดพลาสติก (ภาชนะบรรจุจุกรูป) ที่มีขนาดไม่เกินขนาดดังกล่าว มีปริมาตรอยู่ในช่วง 100-600 ml

## 2.4 การเลือกอุปกรณ์ท่อและวาล์ว

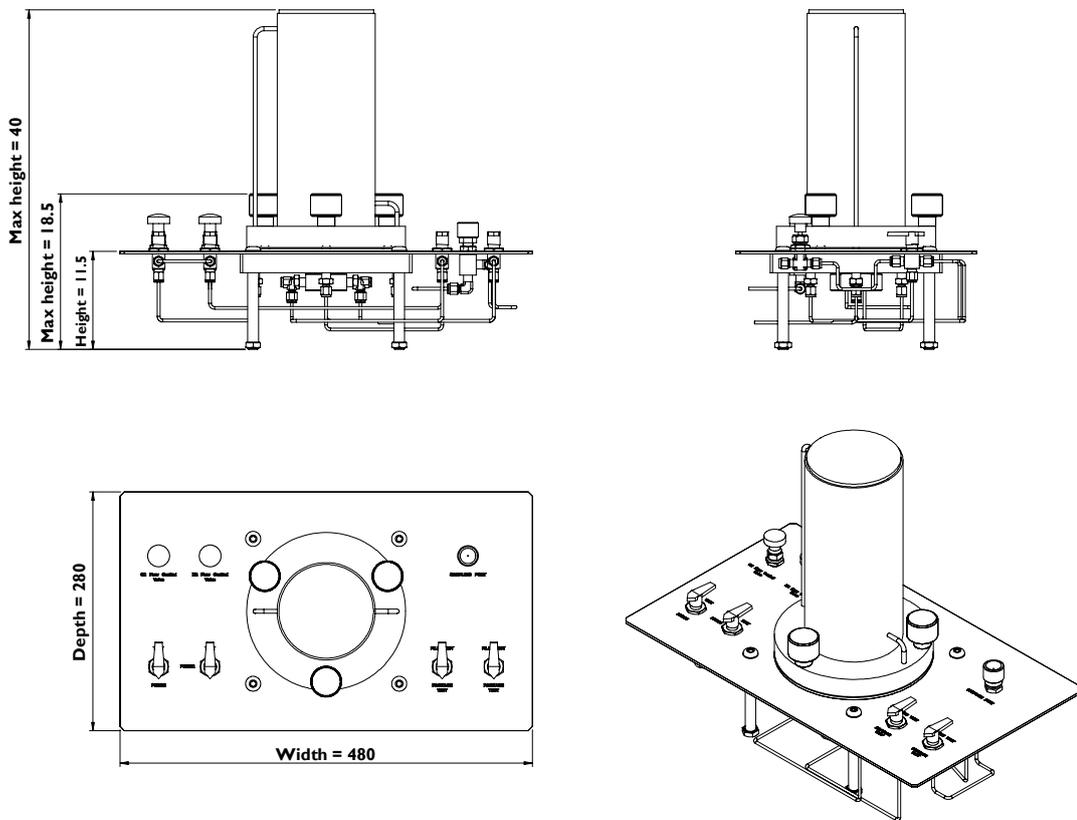
ขนาดของวาล์วที่จะนำมาใช้ถูกกำหนดจากปริมาณอัตราการไหลของแก๊สที่ใช้ในการทดสอบตามมาตรฐาน ISO 15003 กำหนดให้ใช้อัตราการไหลของแก๊สในช่วง 0-100 ml/min จากข้อมูลดังกล่าวจึงได้เลือกใช้ขนาดของท่อและวาล์วขนาด 1/8 นิ้ว

## 2.5 การออกแบบสิ่งผลิตและผลิตชุดทดสอบต้นแบบ

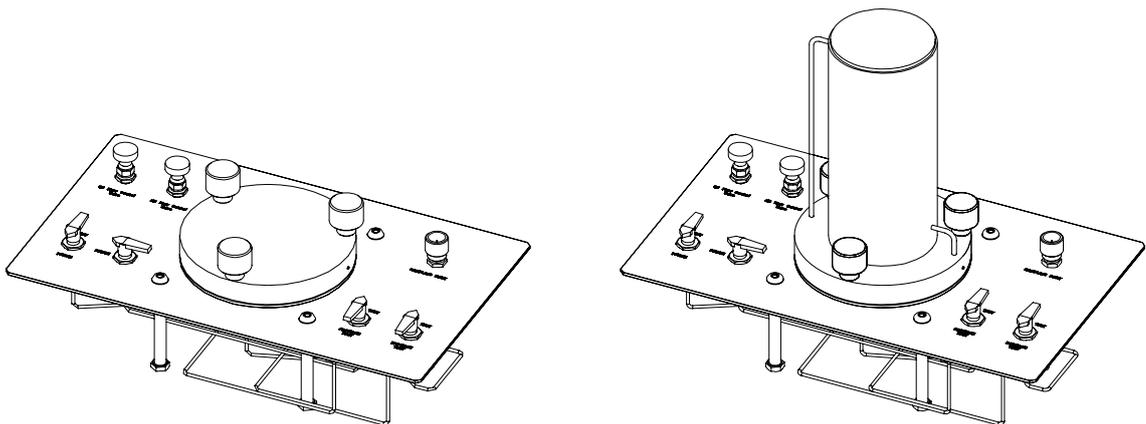
หลังจากที่ได้แบบร่างของส่วนต่างๆ ของชุดทดสอบทั้งหมดแล้ว นำข้อมูลจากแบบร่าง ออกแบบสิ่งผลิต โดยใช้โปรแกรม Solidworks 2004 รายละเอียดของแบบสิ่งผลิตที่สมบูรณ์แสดง อยู่ในส่วนภาคผนวก ข ส่วนประกอบของชุดทดสอบ ขนาดของชุดทดสอบ และลักษณะของชุด ทดสอบสำหรับทดสอบกับตัวอย่างฟิล์มและภาชนะบรรจุจุกรูป แสดงดังภาพที่ 32, 33 และ 34 ตามลำดับ เมื่อตรวจสอบแบบเรียบร้อยแล้ว นำแบบที่ออกแบบ ไปสร้างชุดทดสอบ



ภาพที่ 32 ส่วนประกอบของชุดทดสอบ 1) ชุดฐาน 2) ฝาสำหรับฟิล์ม 3) ชุดจับยึดชิ้นงาน 4) ฝาสำหรับภาชนะบรรจุชิ้นรูป 5) ตัวอย่างแผ่นฟิล์ม และ 6) ตัวอย่างขวด



ภาพที่ 33 ขนาดของชุดทดสอบ



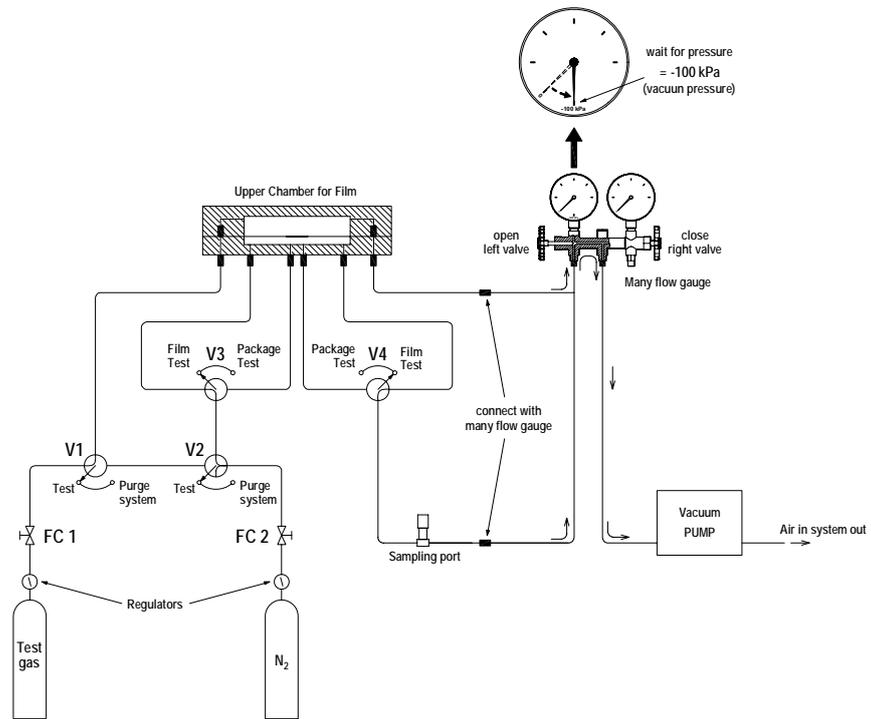
ภาพที่ 34 ชุดทดสอบสำหรับทดสอบกับตัวอย่างฟิล์มและภาชนะบรรจุทรงรูป

### 3. การตรวจสอบและปรับปรุงชุดทดสอบต้นแบบก่อนใช้

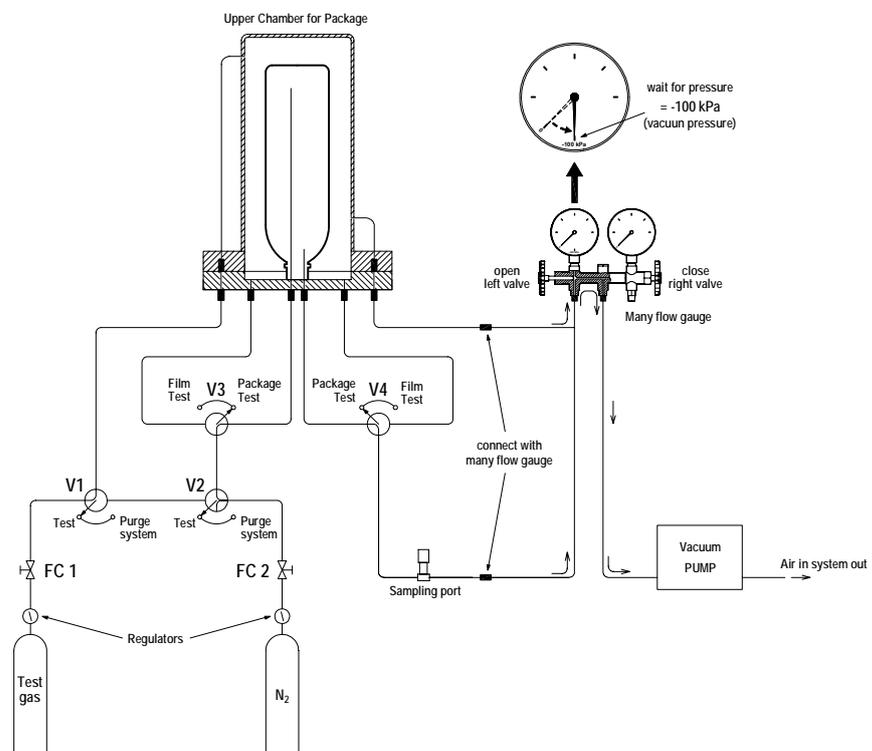
หลังจากได้ดำเนินการจัดสร้างชุดทดสอบเรียบร้อยแล้ว ทำการตรวจสอบชุดทดสอบเบื้องต้น โดยเริ่มจาก

#### 3.1 การตรวจสอบการรั่วของระบบ (leakage test)

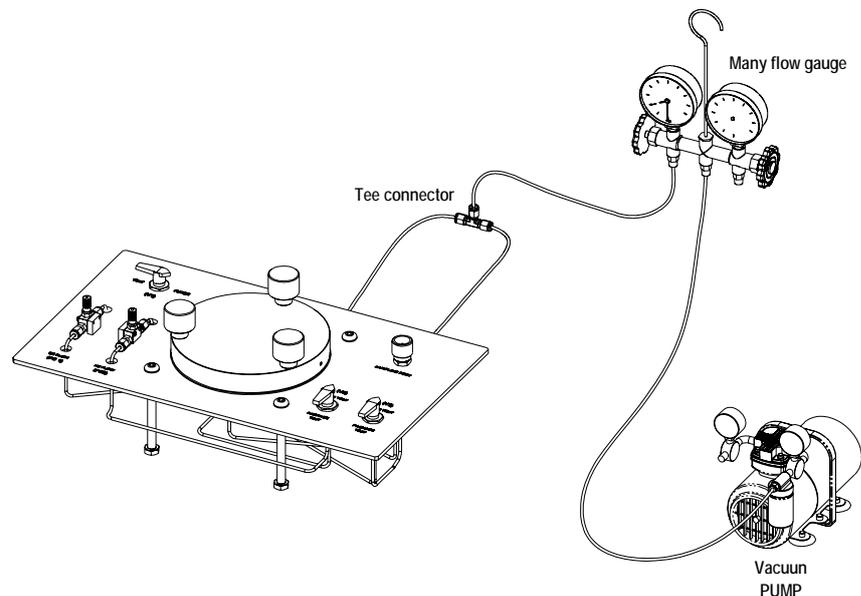
ด้วยชุดทดสอบเป็นอุปกรณ์ที่จะต้องนำไปใช้ทดสอบกับแก๊ส ดังนั้นก่อนนำไปทดสอบ จะต้องมีการตรวจสอบการรั่วของระบบ (leakage test) วิธีการตรวจสอบสามารถทำได้โดยการนำชุดทดสอบไปแช่ในน้ำ แล้วปล่อยแก๊สให้ไหลผ่าน ตรวจสอบการรั่วโดยดูจากฟองอากาศที่ไม่เหมาะสำหรับการตรวจสอบรอยรั่วที่มีขนาดเล็กมาก ๆ เนื่องจากไม่สามารถเห็นฟองอากาศที่ออกมาได้ วิธีการตรวจสอบรอยรั่วที่มีขนาดเล็กมาก ๆ ให้ได้นั้น จะใช้วิธีการตรวจสอบจากความดันที่เพิ่มหรือลดลง เป็นหลักการเดียวกับการตรวจสอบรอยรั่วของการติดตั้งเครื่องปรับอากาศ วิธีการทำโดยนำเอาอากาศภายในระบบออกโดยการใช้ปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump) ให้หมดจนกระทั่ง ความดันภายในระบบเป็นสุญญากาศ สังเกตดูความดัน ถ้าความดันไม่เพิ่มขึ้นแสดงว่าระบบไม่มีการรั่ว แต่ถ้าความดันเพิ่มขึ้นแสดงว่าระบบมีการรั่ว ระบบการต่อชุดทดสอบเข้ากับอุปกรณ์ตรวจสอบการรั่ว ของชุดทดสอบสำหรับฟิล์มและภาชนะบรรจุ แสดงดังภาพที่ 35 และ 36 ตามลำดับ มาตรวัดความดันหลายทาง (many flow gauge) ใช้สำหรับอ่านค่าความดัน ซึ่งมีวาล์วเปิด ปิด ปลายท่อด้านหนึ่งของมาตรวัดความดันหลายทาง ต่อเข้ากับชุดทดสอบที่ท่อแก๊สออกทั้งสอง ปลายท่ออีกด้านหนึ่งของมาตรวัดความดันหลายทาง ต่อกับปั๊มสุญญากาศ ดังรูป หลังจากนั้น ปิดวาล์วของถังแก๊ส (gas cylinder) ทั้งถังออกซิเจนและถังไนโตรเจน ตามลำดับต่อจากนั้นเปิดให้ปั๊มสุญญากาศทำงาน ขณะทำงานปั๊มสุญญากาศ จะดูดอากาศภายในระบบผ่านปั๊มสุญญากาศ ออกสู่ภายนอก ให้สังเกตที่มาตรวัดความดันด้านสุญญากาศ จะหมุนทวนเข็มนาฬิกาไปด้านข่านมาตรวัดสุญญากาศ จากความดัน 0 kPa ลดลงถึงความดัน -100 kPa ประมาณ 5 นาที ต่อจากนั้น ปิดวาล์วด้านซ้ายของมาตรวัดความดันหลายทาง (many flow gauge) และปิดปั๊มสุญญากาศ รอเวลา 30 นาที หลังจากนั้นสังเกตดูความดันที่เปลี่ยนไป ถ้าเข็มของมาตรวัดความดันไม่อยู่ที่ -100 kPa แสดงว่าเกิดการรั่วในระบบ ต้องทำการตรวจหารอยรั่ว หรือขึ้นเกลียวบริเวณข้อต่อ ของชุดทดสอบให้แน่นแล้วทำการทดสอบระบบรั่วอีก จนระบบไม่มีรอยรั่ว ทำการทดสอบ ลักษณะการต่อชุดทดสอบเข้ากับอุปกรณ์ตรวจสอบการรั่ว แสดงดังภาพที่ 37 ผลการตรวจสอบแสดงดังตารางที่ 4



ภาพที่ 35 แผนผังของระบบการตรวจสอบรอยรั่วของชุดทดสอบสำหรับฟิล์ม



ภาพที่ 36 แผนผังของระบบการตรวจสอบรั่วของชุดทดสอบสำหรับภาชนะบรรจุ



ภาพที่ 37 การต่อชุดทดสอบเข้ากับอุปกรณ์ตรวจสอบการรั่ว

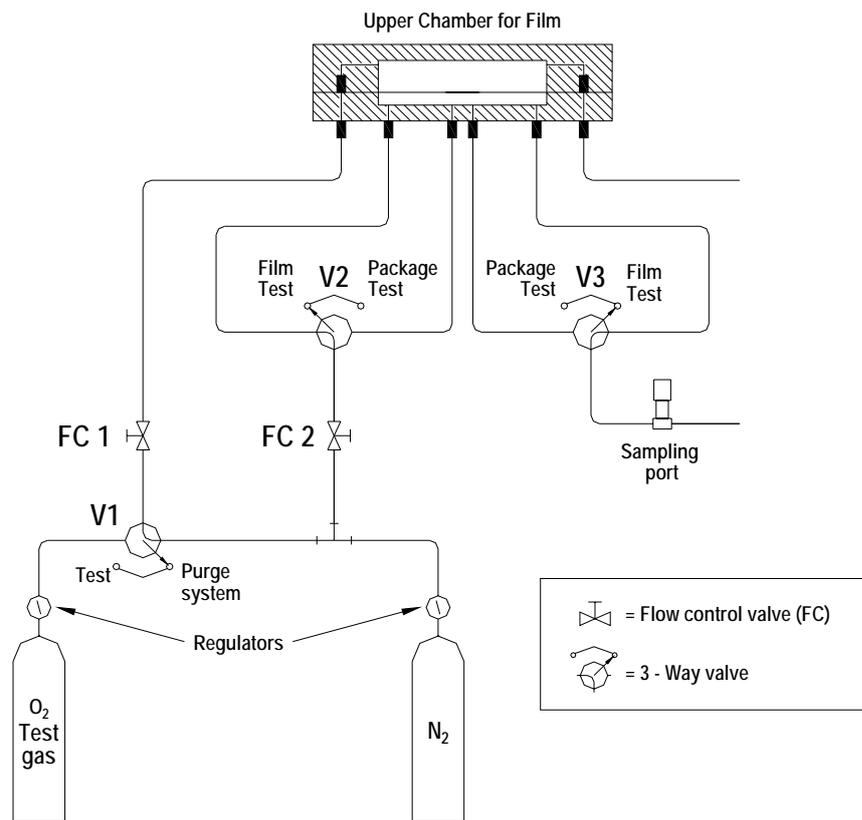
ตารางที่ 4 ผลการตรวจสอบระบบรั่ว (leakage test)

ลักษณะชุดทดสอบ	ความดันหลังจาก 30 นาที (คงที่ หรือ ไม่คงที่)	สรุปผล (รั่ว หรือ ไม่รั่ว)
ฟิล์ม	คงที่	ไม่รั่ว
ภาชนะบรรจุ	คงที่	ไม่รั่ว

### 3.2 ทดลองใช้ชุดทดสอบเบื้องต้นกับตัวอย่างฟิล์ม และการปรับปรุงแก้ไข

3.2.1 เริ่มใช้ชุดทดสอบ โดยทดลองหาอัตราการซึมผ่านของฟิล์ม จึงได้พบปัญหาว่า แผ่นฝั่งของระบบที่ได้ออกแบบ (รูปที่ 17) ทำงานไม่สะดวก ในขั้นตอนของการไล่อากาศออกจาก ระบบ (purge) ต้องปรับวาล์ว V2 เพื่อให้แก๊สไนโตรเจนไหลเข้าสู่ฝาด้านบนและฝาด้านล่าง ซึ่ง อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนจะถูกควบคุมจากวาล์ว FC2 ดังนั้นอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนจะถูกแบ่ง ทำให้อัตราการไหลที่เข้าสู่ฝาด้านทั้งสองด้านไม่เท่ากัน โดยฝาด้านบนจะมีอัตราการไหลที่มากกว่าฝาด้านล่าง ทำให้แก๊สออกซิเจนที่อยู่ภายในฝาด้านล่างออกช้า ทำให้ใช้เวลานานในการไล่อากาศนาน

3.2.2 การแก้ไข้ปัญหา จากปัญหาดังกล่าวจึงต้องมีการปรับปรุงระบบของชุดทดสอบใหม่ โดยต้องจัดให้วาล์วควบคุมอัตราการไหล FC1 อยู่หลังจากวาล์วเปลี่ยนระบบการไล่อากาศ V1 และเปลี่ยนเอาวาล์ว V2 ออก มาใช้ข้อต่อ 3 ทางแทน แทนผังของระบบหลังจากการแก้ไข้เป็นไปตามรูปที่ 38

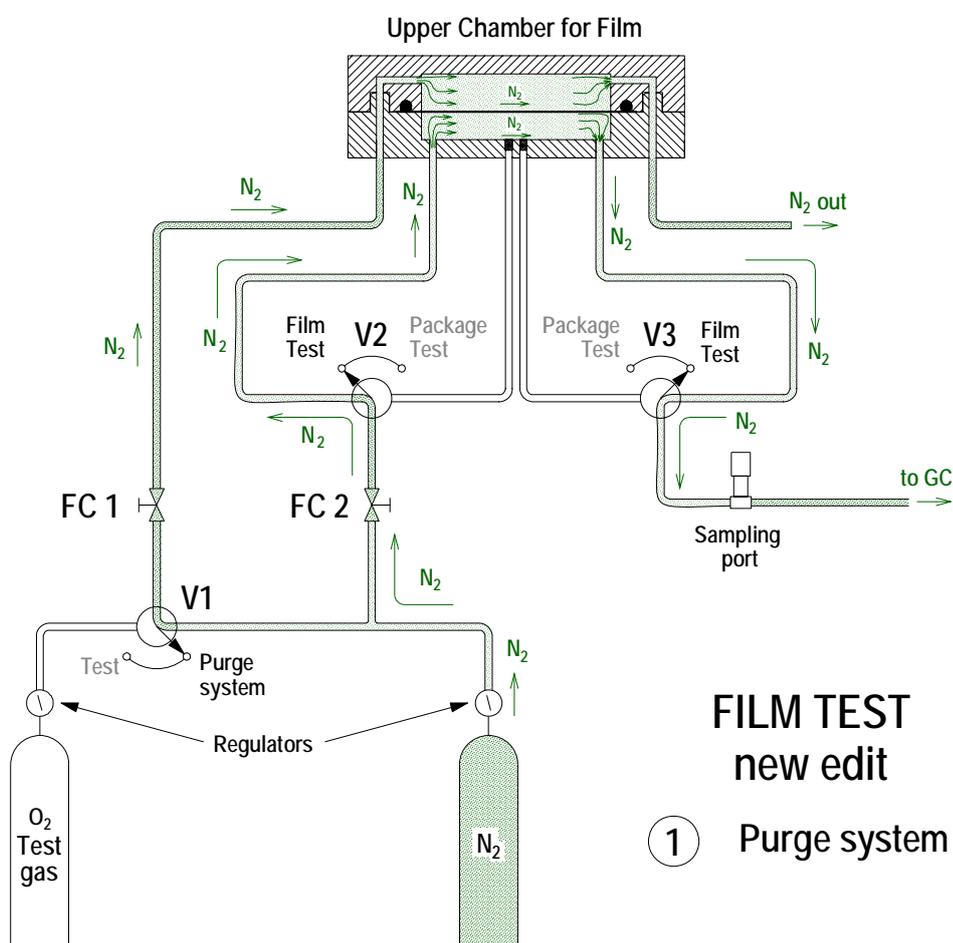


ภาพที่ 38 แผนผังของระบบชุดทดสอบแก้ไข้ใหม่ ในขั้นตอนการไล่อากาศออกจากระบบ (purge) สำหรับการให้ทดสอบสำหรับฟิล์ม

การทำงานของระบบทดสอบหลังจากการแก้ไข้ จะมีขั้นตอนหลักเหมือนกับการทำงานของระบบที่ออกแบบไว้เบื้องต้น เริ่มจาก

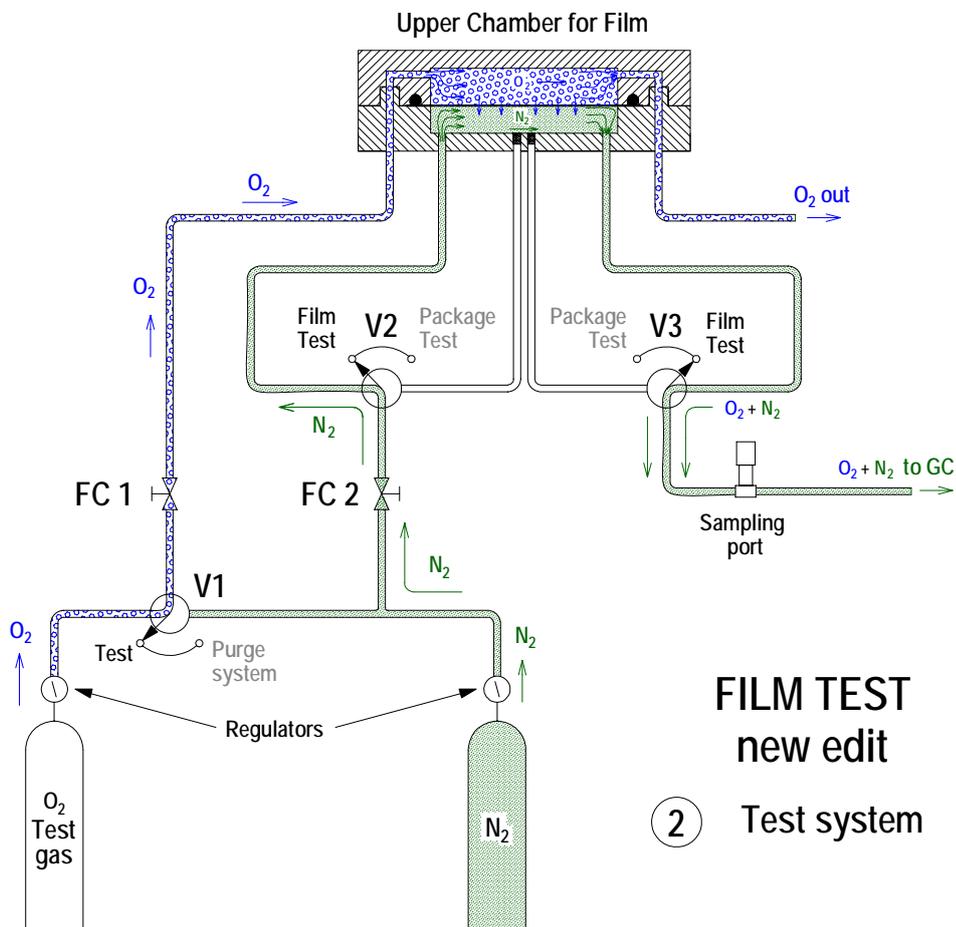
a) ขั้นตอนการไล่อากาศออกซิเจนภายในระบบ (purge system) จากระบบท่อและอุปกรณ์ตามภาพที่ 38 เริ่มต้นขั้นตอนนี้โดยทำการปรับตำแหน่งวาล์วสามทาง V1 ไปตำแหน่งไล่อากาศ (purge system) ต่อจากนั้นเปิดแก๊สไนโตรเจน แก๊สไนโตรเจนจากถังส่วนหนึ่งไหลผ่านวาล์ว V1 ไปสู่วาล์วควบคุมอัตราการไหล FC 1 และไหลต่อเข้าไปยังส่วนห้องด้านบน ต่อจากนั้นไหลออกสู่บรรยากาศภายนอก และแก๊สไนโตรเจนอีกส่วนหนึ่งจะไหลผ่านข้อต่อสามทาง ไปสู่วาล์ว

ควบคุมอัตราการไหล FC 2 และไหลผ่านวาล์วสาม ทาง V2 (เลือกชนิดการทดสอบฟิล์ม) สู่อ่างด้านล่างหรือภายในภาชนะบรรจุ ต่อจากนั้นแก๊สไนโตรเจนไหลผ่านวาล์วสาม ทาง V3 ซึ่งต้องเลือกชนิดการทดสอบฟิล์มเหมือนกับ วาล์ว V2 แล้วผ่านช่องเก็บแก๊ส (sampling port) ออกสู่บรรยากาศ โดยควบคุมอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน ให้อยู่ในช่วง 1-100 ml/min (ISO, 20032) โดยใช้วาล์ว FC 1 (ควบคุมอัตราการไหลผ่านฝาด้านบน) และ FC 2 (ควบคุมอัตราการไหลผ่านฝาด้านล่าง) ภาพที่ 39 แสดงตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการไล่อากาศ (Purge system) ขณะทดสอบกับตัวอย่างฟิล์ม ระยะเวลาที่ใช้ในการไล่ออกซิเจนขึ้นอยู่กับปริมาตรของภาชนะบรรจุที่นำมาทดสอบ แสดงตามตารางที่ 3



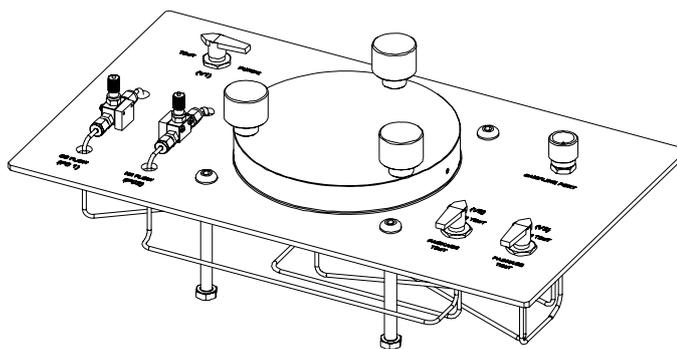
ภาพที่ 39 ตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการไล่อากาศ (purge system) หลังจากการแก้ไขสำหรับการทดสอบตัวอย่างฟิล์ม

b) ขั้นตอนการทดสอบ (test system) หลังจากทำการไล่แก๊สออกซิเจนออกจากระบบ ตรวจสอบได้โดยใช้เข็ม (gas-tight syringes) เก็บตัวอย่างแก๊สผ่านทางช่องเก็บตัวอย่าง (sampling port) จากห้องด้านล่างไปวิเคราะห์ เมื่อตรวจสอบจนไม่พบแก๊สออกซิเจน จึงจะเริ่มขั้นตอนการทดสอบได้ โดยปรับเปลี่ยนทิศทางของวาล์วสามทางที่ตำแหน่ง V1 ไปยังตำแหน่งทดสอบ (test) จากระบบท่อและอุปกรณ์ตามภาพที่ 40 เริ่มต้นขั้นตอนนี้ แก๊สออกซิเจนจะไหลผ่านวาล์วสามทาง V1 ไปยังวาล์วควบคุมอัตราการไหล FC1 เข้าสู่ห้องด้านบน ภายนอกภาชนะบรรจุ และไหลออกสู่บรรยากาศ ในส่วนของแก๊สไนโตรเจนจะไหลผ่านห้องด้านล่างเหมือนเดิม แต่ไม่สามารถที่จะไหลไปยังส่วนของห้องด้านบนเนื่องจากวาล์วสามทาง V1 เปลี่ยนทิศทางแล้ว ภาพที่ 41 แสดงตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการทดสอบ (test system)



ภาพที่ 40 ตำแหน่งวาล์ว และการไหลของแก๊สภายในระบบการทดสอบ (test system) หลังจากการแก้ไขสำหรับการทดสอบตัวอย่างฟิล์ม

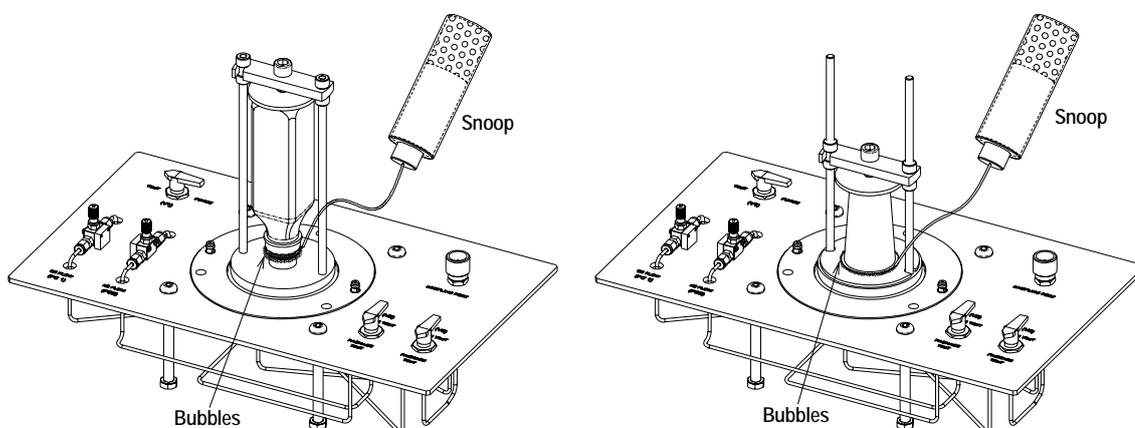
หลังจากที่มีการแก้ไขระบบ ต่อไปต้องมีการแก้ไขที่ชุดทดสอบด้วย โดยการเปลี่ยนระบบการต่อท่อ อุปกรณ์และวาล์วให้เป็นไปตามระบบที่แก้ไขใหม่ พร้อมทำการตรวจสอบรอยรั่วตามขั้นตอนที่ 3.1 รูปร่างชุดทดสอบหลังจากการแก้ไขแสดงดังภาพที่ 41



ภาพที่ 41 ชุดทดสอบหลังจากการแก้ไขระบบการต่อท่อและวาล์ว

### 3.3 ทดลองใช้ชุดทดสอบเบื้องต้นกับตัวอย่างภาชนะบรรจุคงรูป

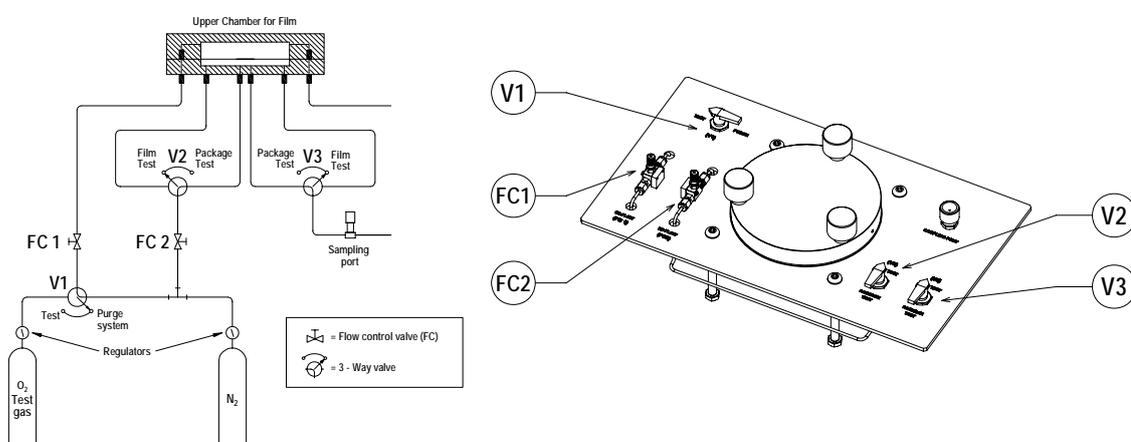
สิ่งที่สำคัญต่อการใช้ชุดทดสอบ กับตัวอย่างภาชนะบรรจุ คือการจับยึดภาชนะบรรจุให้ไม่เกิดการรั่ว ตรวจสอบโดยใช้น้ำยาตรวจสอบรอยรั่ว (snoop) ป้ายบริเวณที่ปากของภาชนะบรรจุ คงรูปสัมผัสกับซีล เปิดแก๊สในโตรเจนเข้าสู่ห้องด้านล่าง (ปรับระบบให้อยู่ในขั้นตอนการทดสอบ test) สังเกตรอยรั่วจากฟองอากาศที่เกิดขึ้น หลังจากทดลองใช้แล้วพบว่าไม่เกิดการรั่วของแก๊ส วิธีการตรวจสอบเป็นไปตามภาพที่ 42



ภาพที่ 42 วิธีการตรวจสอบรอยรั่วจากการจับยึดตัวอย่าง โดยใช้น้ำยาตรวจสอบรอยรั่ว (snoop)

#### 4. กำหนดขั้นตอนการทำงานของชุดทดสอบต้นแบบ

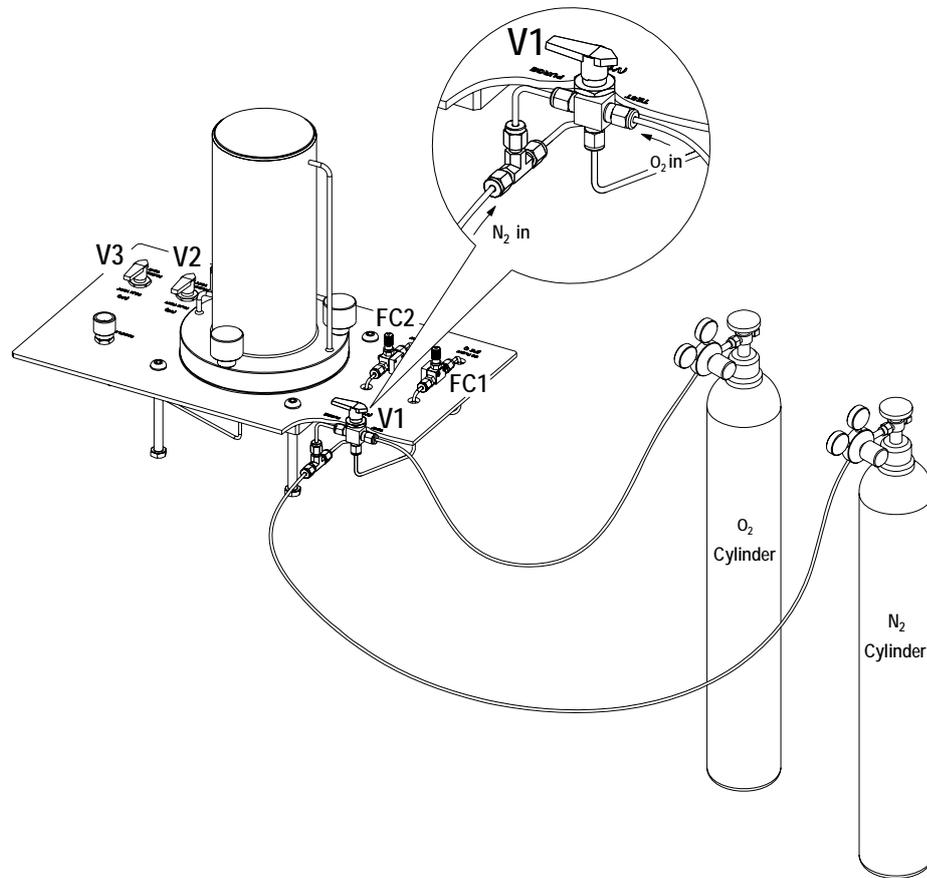
หลังจากทำการตรวจสอบ ชุดทดสอบต้นแบบพร้อมสำหรับการใช้ทดสอบจริง ในส่วนนี้จะอธิบายขั้นตอนและวิธีการใช้ชุดทดสอบ เพื่อใช้ทดสอบกับตัวอย่างฟิล์มและภาชนะบรรจุคงรูป ซึ่งขั้นตอนต่างๆ ได้รวบรวมเป็นคู่มือการใช้งานแสดงในภาคผนวก ค จากภาพที่ 43 แสดงหมายเลขกำกับวาล์วในส่วนของระบบท่อและวาล์วกับชุดทดสอบต้นแบบ ตามลำดับ หมายเลขกำกับวาล์วดังกล่าวจะใช้อ้างอิงในการอธิบายในส่วนขั้นตอนการทำงาน



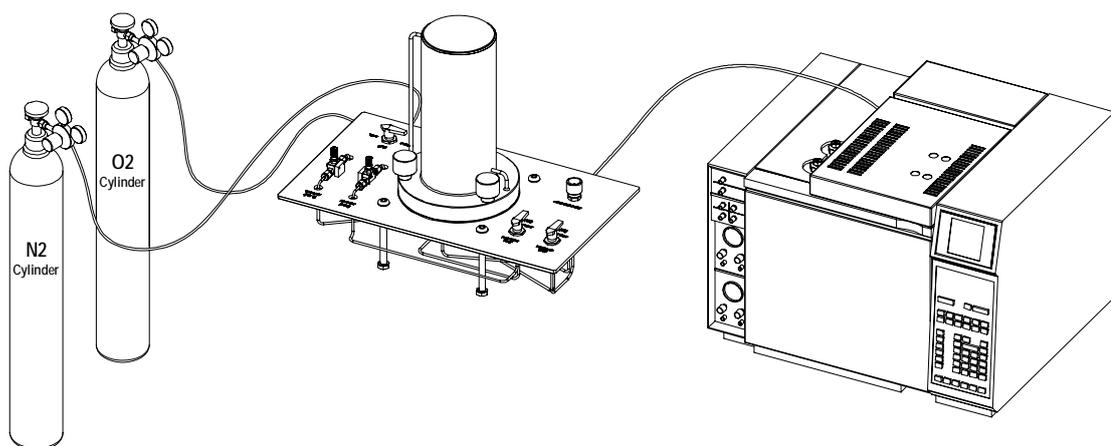
ภาพที่ 43 หมายเลขกำกับวาล์วในส่วนของแผนผัง กับชุดทดสอบต้นแบบ

##### 4.1 การต่อเชื่อมชุดทดสอบกับถังแก๊ส (Gas cylinder)

นำท่อแก๊สขนาด 1/8 นิ้ว ที่ปลายด้านหนึ่งต่ออยู่กับอุปกรณ์ปรับความดัน (regulator) ของถังแก๊สไนโตรเจน และออกซิเจน ต่อเข้ากับชุดทดสอบ โดยให้ท่อจากถังแก๊สออกซิเจนต่อเข้ากับช่องแก๊สเข้าด้านขวาของวาล์ว FC1 และท่อที่มาจากจากถังแก๊สไนโตรเจนต่อเข้ากับข้อต่อสามทาง ดังภาพที่ 44 ส่วนปลายท่อทางออกของแก๊สไนโตรเจนหลังจากช่องเก็บแก๊ส นำไปต่อกับวาล์วเก็บตัวอย่างบนเครื่องวิเคราะห์แก๊ส ดังรูปที่ 45



ภาพที่ 44 การต่อท่อแก๊สจากถังแก๊ส (gas cylinder) ออกซิเจนและไนโตรเจนเข้ากับชุดทดสอบ

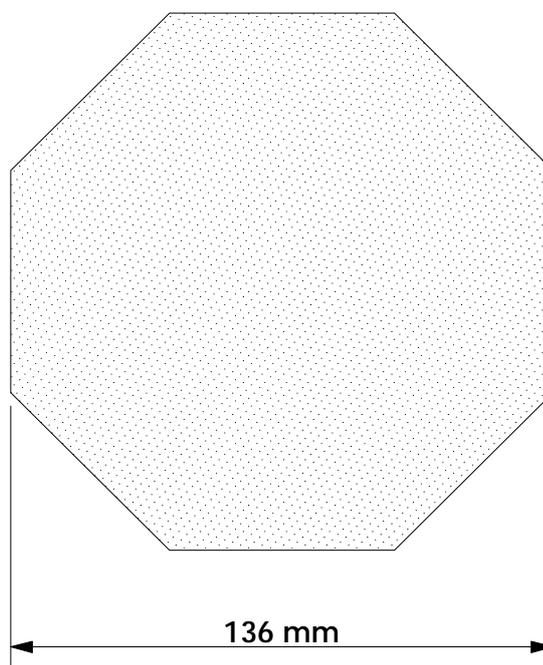


ภาพที่ 45 การต่อท่อทางออกแก๊สพาเข้าสู่วาล์วเก็บตัวอย่างของเครื่องวิเคราะห์แก๊ส

## 4.2 การใช้ชุดทดสอบ ตรวจสอบกับตัวอย่างรูปแบบฟิล์ม

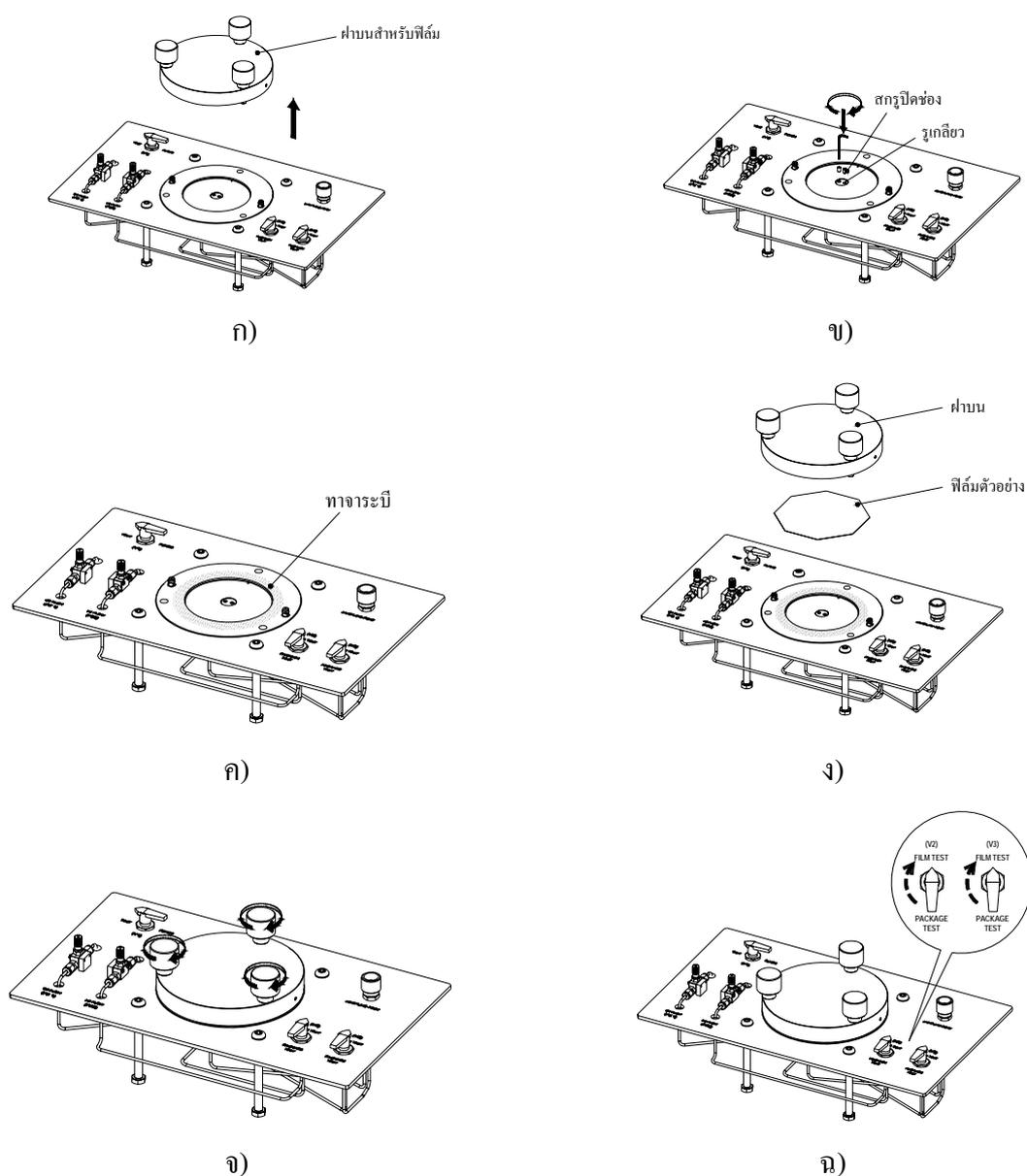
ในส่วนนี้จะอธิบาย ขั้นตอนการใช้ชุดทดสอบ ตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊ส ออกซิเจนผ่านฟิล์ม ขั้นตอนแรกเริ่มจาก

4.2.1 การเตรียมตัวอย่างฟิล์ม ก่อนทำการทดสอบต้องมีการเตรียมตัวอย่างฟิล์ม โดย ตัวอย่างฟิล์มที่ใช้สำหรับการทดสอบจะต้องปราศจาก รอยขุ่น รอยพับ รู (pinholes) และมีความหนา ที่เท่ากัน ขนาดและรูปร่างของฟิล์มตัวอย่าง ลักษณะเป็นรูปแปดเหลี่ยมด้านเท่า ขนาดของด้าน คู่ขนานเท่ากับ 136 mm แสดงดังภาพที่ 46 เพื่อให้ง่ายต่อการตัดตัวอย่าง ได้ทำการสร้างแบบ สำหรับตัดตัวอย่างทำจากพลาสติก อะคริลิกหนา 1 mm ที่มีขนาดและรูปร่างดังกล่าว จากนั้นทำ เครื่องหมายที่ผิวของฟิล์มด้านที่สัมผัสกับแก๊สออกซิเจน และเก็บฟิล์มตัวอย่างในสภาวะอุณหภูมิ  $25 \pm 2^{\circ}\text{C}$  และความชื้น 0 % RH



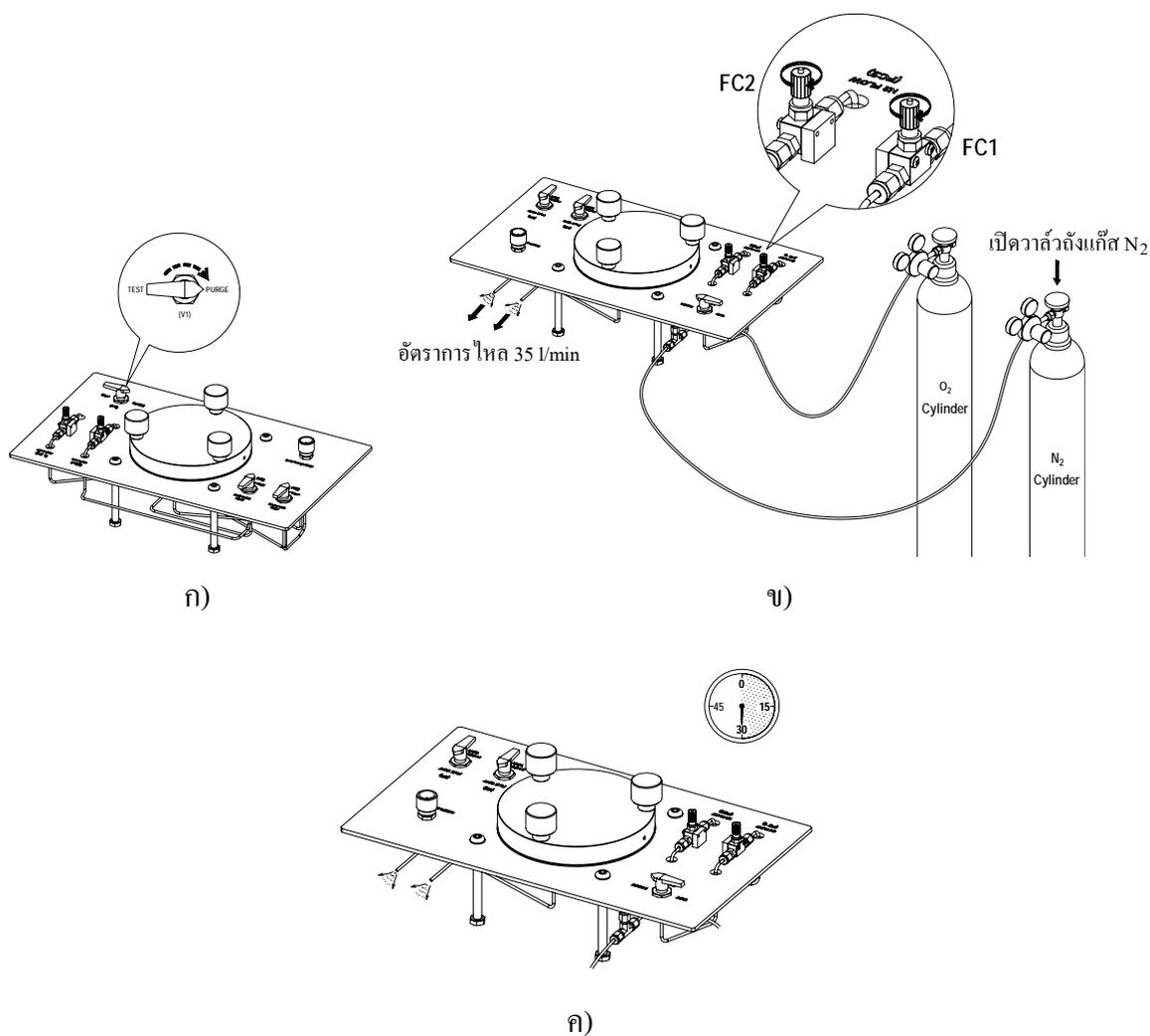
ภาพที่ 46 รูปร่างและขนาดของฟิล์มตัวอย่าง

4.2.2 ขั้นตอนการประกอบตัวอย่างฟิล์มเข้ากับชุดทดสอบ เริ่มต้นจากเปิดฝาสำหรับฟิล์มออก (ภาพที่ 47 ก) ปิดช่องทางเข้าของแก๊สไนโตรเจนสำหรับทดสอบกับภาชนะบรรจุ โดยใช้ประแจหกเหลี่ยมขันสกรูปิดช่องแก๊สเข้าไนโตรเจนทั้งสองช่อง (ภาพที่ 47 ข) ทาจาระบีกันแก๊สออกซิเจนที่บริเวณขอบของชุดฐาน (ภาพที่ 47 ค) นำฟิล์มที่ผ่านการเตรียมเรียบร้อยแล้ววางลงบนชุดฐานระวังอย่าให้ฟิล์มย่น (ภาพที่ 47 ง) ปิดฝาโดยใส่ให้ตรงกับเดือยของชุดฐานด้านล่าง ขันสกรูทั้งสามตัวให้แน่น (ภาพที่ 47 จ) หมุนวาล์ว V2 และ V3 (ทิศทางตามเข็มนาฬิกา) ให้อยู่ใน ตำแหน่ง FILM TEST (ภาพที่ 47 ฉ)



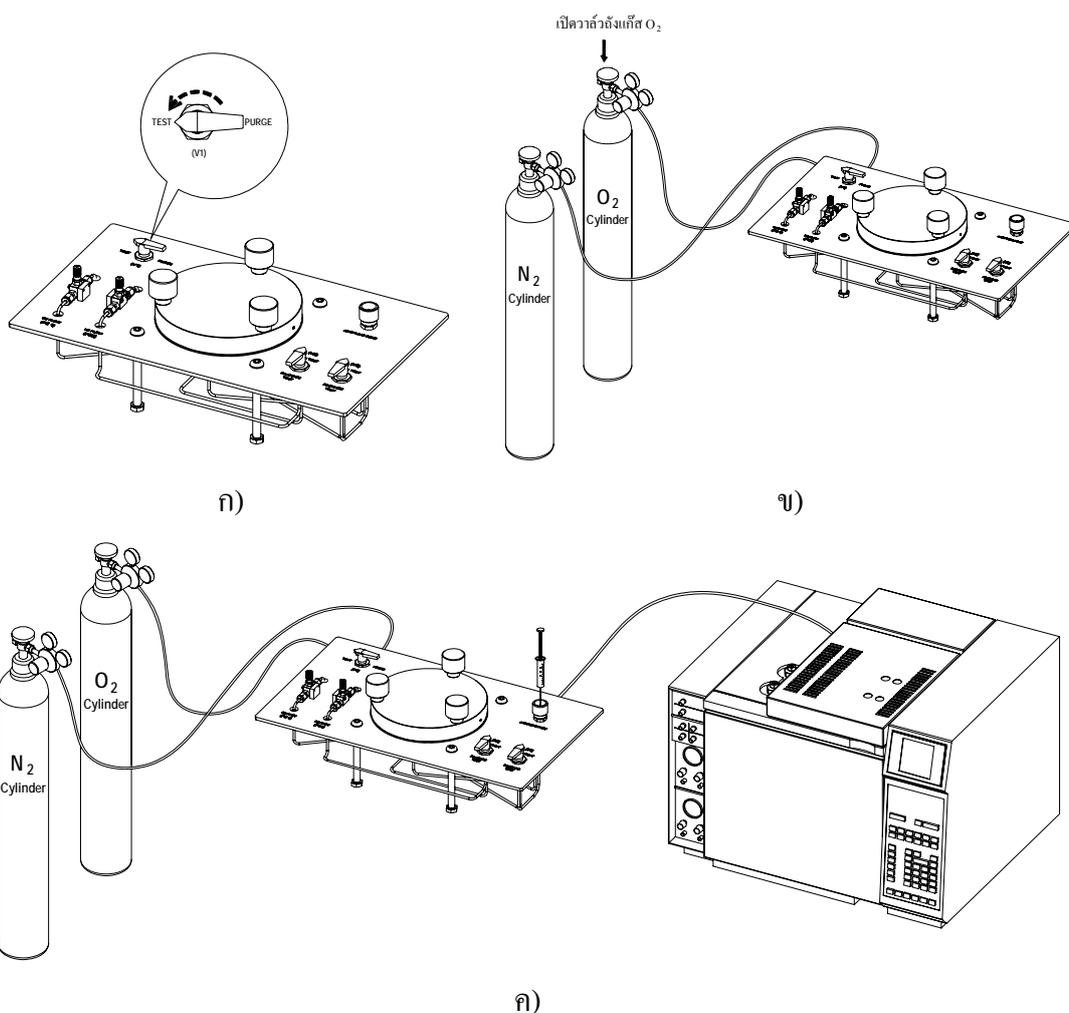
ภาพที่ 47 ขั้นตอนการประกอบฟิล์มเข้ากับชุดทดสอบ

4.2.3 ขั้นตอนการไล่อากาศภายในระบบ (purging) สำหรับการทดสอบฟิล์ม หลักการทำงาน ตำแหน่งวาล์ว และลักษณะการไหลของแก๊สภายในระบบของขั้นตอนนี้อธิบายอยู่ในหัวข้อ 3.2.2 (a) ขั้นตอนการไล่แก๊สออกซิเจนภายในระบบ (purge system) การใช้ชุดทดสอบในขั้นตอนนี้เริ่มจาก ปรับตำแหน่งวาล์ว V1 ให้อยู่ในตำแหน่ง PURGE (ภาพที่ 48 ก) เปิดวาล์วบนถังแก๊สไนโตรเจน ปรับความดันของอุปกรณ์ตั้งความดัน (regulator) ให้ได้ความดัน 0.1 MPa แก๊สไนโตรเจนจะไหลผ่านห้องด้านบนและด้านล่าง ใช้วาล์ว FC1 และ FC2 คุมอัตราการไหลผ่านห้องด้านบนและด้านล่างตามลำดับ ปรับอัตราการไหลให้ได้ 35 ml/min วัดอัตราการไหลที่ด้านปลายของท่อทางออกทั้งสองที่อยู่ด้านหลังของชุดทดสอบ โดยใช้ bubble flow (ภาพที่ 48 ข) ปลอ่ยให้แก๊สไนโตรเจนไหล 30 นาทีเพื่อไล่แก๊สออกซิเจน (แก๊สทดสอบ) ออกจากระบบให้หมด (ภาพที่ 48 ค)



ภาพที่ 48 ขั้นตอนการไล่อากาศภายในระบบ (purging) สำหรับการทดสอบฟิล์ม

4.2.4 ขั้นตอนการทดสอบตัวอย่างฟิล์ม หลักการทำงาน ตำแหน่งวาล์ว และลักษณะการไหลของแก๊สภายในระบบของขั้นตอนการทดสอบนี้ อธิบายอยู่ในหัวข้อ 3.2.2 (b) ขั้นตอนการทดสอบ (test system) ขั้นตอนนี้เริ่มต้นจาก หมุนวาล์ว V1 (ทิศทางการเข็มนาฬิกา) ให้อยู่ในตำแหน่ง TEST (ภาพที่ 49 ก) เปิดวาล์วบนถังแก๊สออกซิเจน ปรับความดันของอุปกรณ์ตั้งความดัน (regulator) ให้ได้ความดัน 0.1 MPa แก๊สออกซิเจน จะไหลผ่าน วาล์ว V1 เข้าสู่ห้องด้านบนบนแทนแก๊สไนโตรเจน (ภาพที่ 49 ข) ระหว่างการทดสอบเก็บตัวอย่างแก๊สไปวิเคราะห์โดยเครื่องวิเคราะห์แก๊สเป็นระยะๆ โดยใช้เข็มเก็บตัวอย่าง (syringe) จากช่องเก็บตัวอย่าง (sampling port) หรือใช้วาล์วนิดตัวอย่าง (injection valve) (ภาพที่ 49 ค) บันทึกค่าความเข้มข้นของแก๊สที่ตรวจสอบได้ นำไปคำนวณหาอัตราการซึมผ่านของแก๊สโดยใช้สมการที่ (12) ในหน้าที่ 13 การทดลองจะสิ้นสุดเมื่อผลที่ตรวจสอบได้ไม่มีการเปลี่ยนแปลง (steady stage)



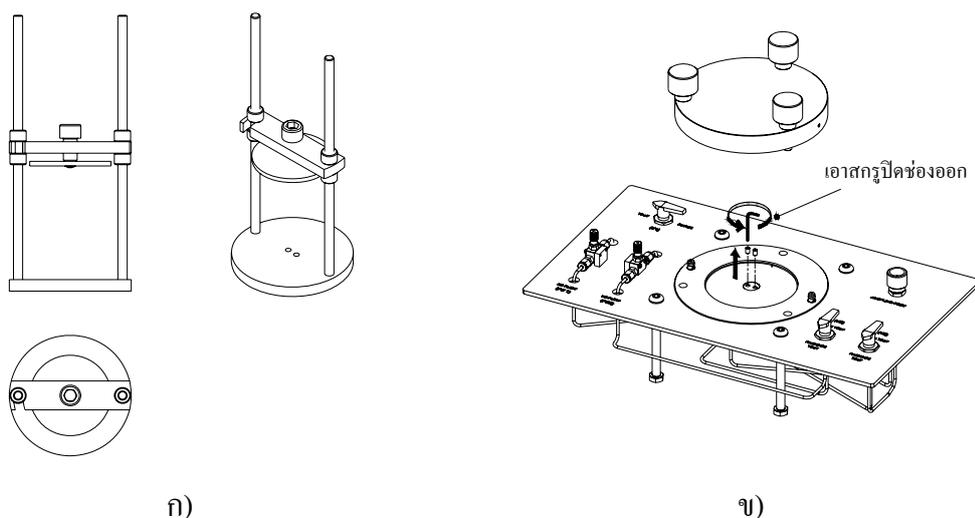
ภาพที่ 49 ขั้นตอนการทดสอบตัวอย่างฟิล์ม

### 4.3 การใช้ชุดทดสอบ ตรวจสอบกับตัวอย่างรูปแบบภาชนะบรรจุคงรูป

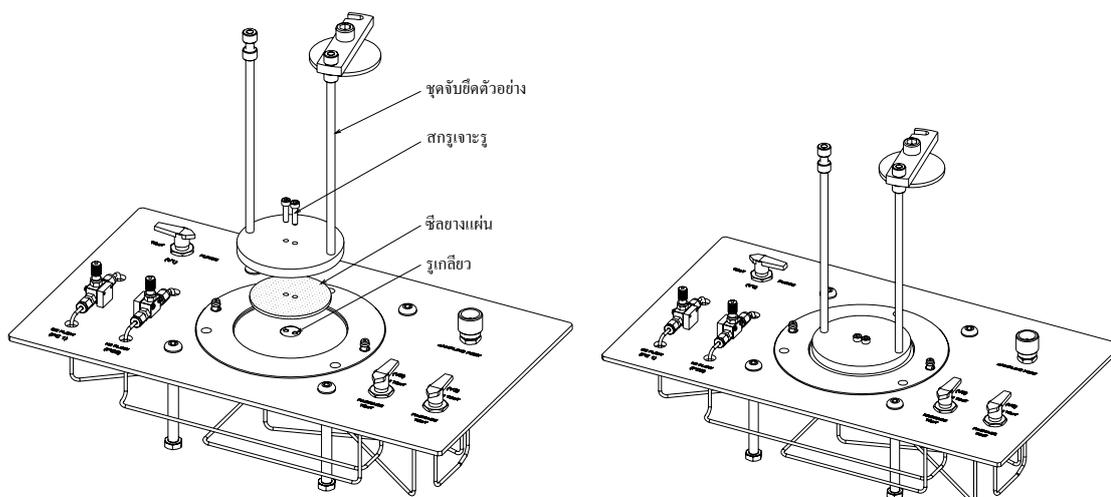
ในส่วนนี้จะอธิบาย ขั้นตอนการใช้ชุดทดสอบ ตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊ส ออกซิเจนผ่านภาชนะบรรจุคงรูป ขั้นตอนแรกเริ่มจาก

4.3.1 การเตรียมตัวอย่างภาชนะบรรจุคงรูป ก่อนทำการทดสอบต้องมีการเตรียม ตัวอย่าง โดยตัวอย่างภาชนะบรรจุพลาสติกที่ใช้สำหรับการทดสอบจะต้องปราศจาก รอยขุ่น รอย ฟัน และรู (pinholes) หาปริมาณภายในภาชนะบรรจุโดยใช้หลักการแทนที่น้ำ และเก็บภาชนะ บรรจุตัวอย่างในสภาวะอุณหภูมิ  $25 \pm 2$  °C และความชื้น 0 % RH

4.3.2 การติดตั้งชุดจับยึดตัวอย่างเข้ากับชุดทดสอบ การจับยึดภาชนะบรรจุพลาสติกคง รูปเข้ากับชุดทดสอบ รูปแบบของตัวอย่างที่สามารถใช้กับชุดทดสอบ มี 2 แบบ คือ ขวดและถ้วย ด้วยลักษณะทางกายภาพที่แตกต่างกันทำให้การจับยึดตัวอย่างทั้ง 2 แบบต่างกันด้วย โดยใช้อุปกรณ์ จับยึดตัวอย่าง (ภาพที่ 50 ก) วิธีการประกอบชุดจับยึดเข้ากับชุดฐานเริ่มจากเปิดฝาสำหรับฟิล์มออก ใช้ประแจหกเหลี่ยมคลายสกรูปิดช่องแก๊สทั้งสองออกจากชุดฐาน (ภาพที่ 50 ข) ใช้ประแจหก เหลี่ยมขันสกรูเจาะรู ผ่านรูของชุดจับยึดตัวอย่าง เข้ากับชุดฐานให้แน่น มีซีล ยางแผ่นเป็นตัว ป้องกันการรั่วของแก๊ส (ภาพที่ 51)



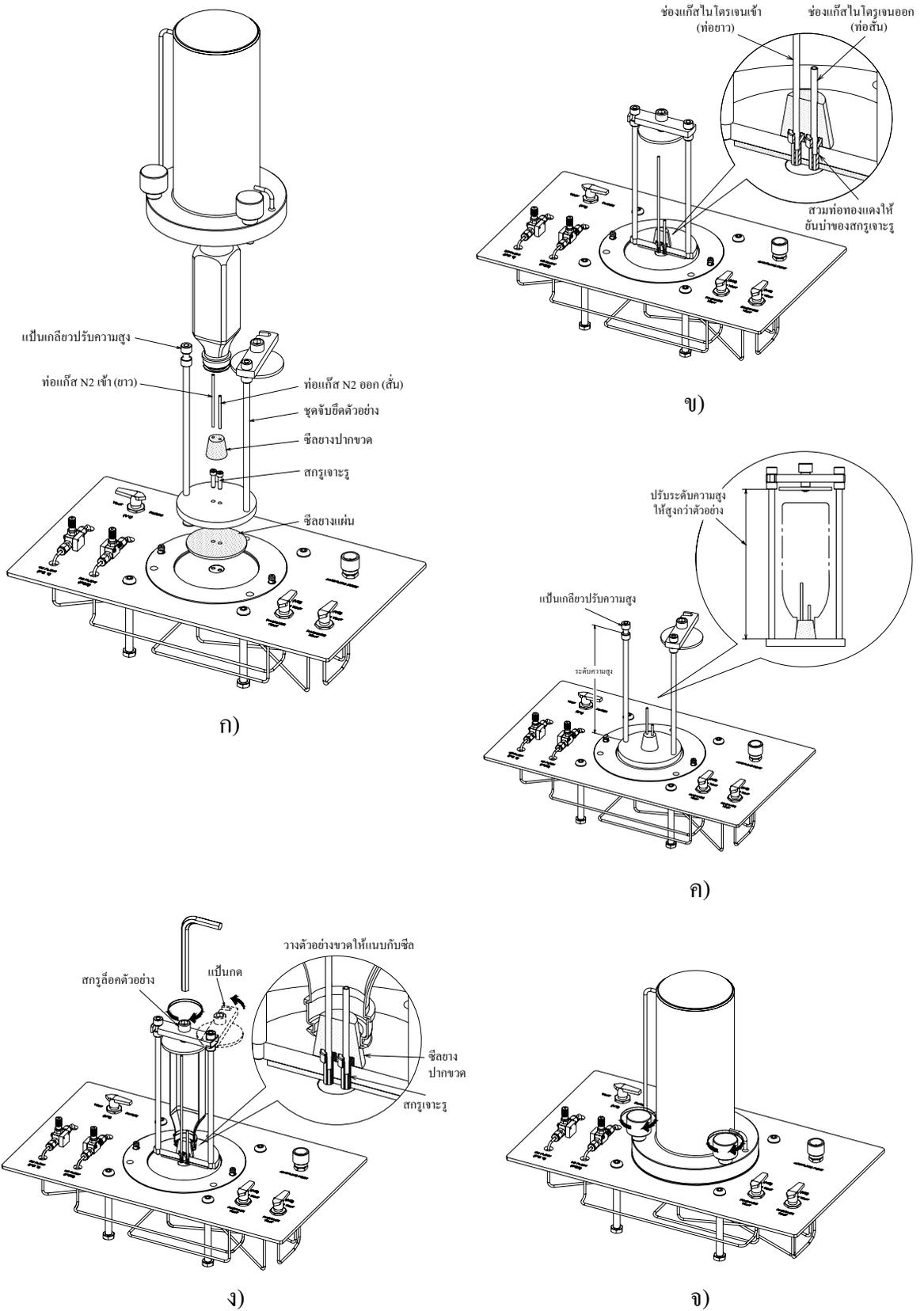
ภาพที่ 50 ลักษณะของอุปกรณ์จับยึดตัวอย่างประเภทภาชนะบรรจุคงรูป



ภาพที่ 51 การประกอบชุดจับยึดตัวอย่างเข้ากับชุดฐาน

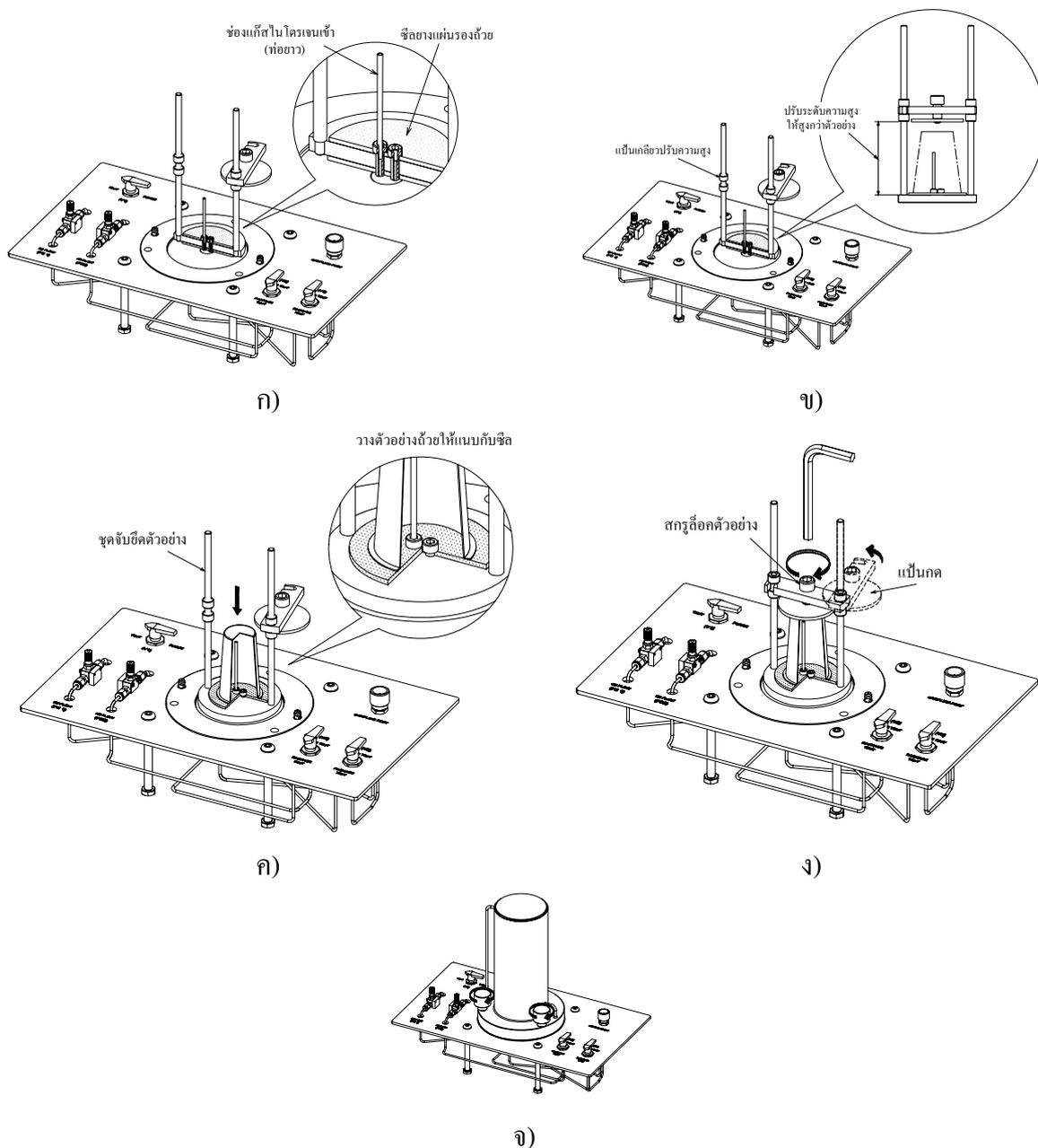
หลังจากทำการประกอบชุดจับยึดตัวอย่างเข้ากับชุดฐาน จากนั้นจึงจะนำตัวอย่างประกอบเข้ากับชุดจับยึด ซึ่งตัวอย่างภาชนะบรรจุจุงรูปมี 2 แบบ คือ ขวดและถ้วยทำให้การจับยึดตัวอย่างเข้ากับชุดจับยึดแตกต่างกันไปด้วย แบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ

a) การใช้ชุดจับยึดกับภาชนะบรรจุจุงรูปประเภทขวด ติดตั้งอุปกรณ์ตามภาพที่ 52 ก โดยตัดท่อขนาด 1/8 นิ้ว สองเส้น คือ ท่อสั้นและท่อยาว ความสูงของท่อสั้น คือ 3 cm และความยาวของท่อยาวต้องมีระยะสั้นกว่าความสูงของขวด ที่นำมาทดสอบเสียบท่อทั้งสองเส้น ผ่านรูของซีลยางปากขวด ลงในบ่าของสกรูเจาะรู (ภาพที่ 52 ข) โดยท่อยาวใส่อยู่ในช่องแก๊สไนโตรเจนเข้า (ด้านซ้าย) ท่อสั้นใส่อยู่ในช่องแก๊สไนโตรเจนออก (ด้านขวา) หมุนเป็นเกลียวปรับระดับความสูงให้อยู่ในระดับใกล้เคียงกับความสูงของขวดที่นำมาทดสอบ (ภาพที่ 52 ค) นำขวดที่ผ่านการปรับสถานะเรียบร้อยแล้ว ครอบท่อที่เสียบไว้ วางให้ปากของภาชนะบรรจุแนบกับซีลยางปากขวด หมุนเป็นกดตัวอย่างเข้าหาเสา ชั้นสกรูล็อคตัวอย่างด้านบนเบาๆ เพื่อล็อคขวด ระวังอย่าขันมากเกินไป ทำให้ขวดตัวอย่างเสียหายได้ตัวอย่างเสียหาย (ภาพที่ 52 ง) ใส่ฝาสำหรับภาชนะบรรจุปิด โดยใส่ให้ตรงกับเดือยของฐานด้านล่าง ชั้นสกรูทั้งสามตัวให้แน่น (ภาพที่ 52 จ)



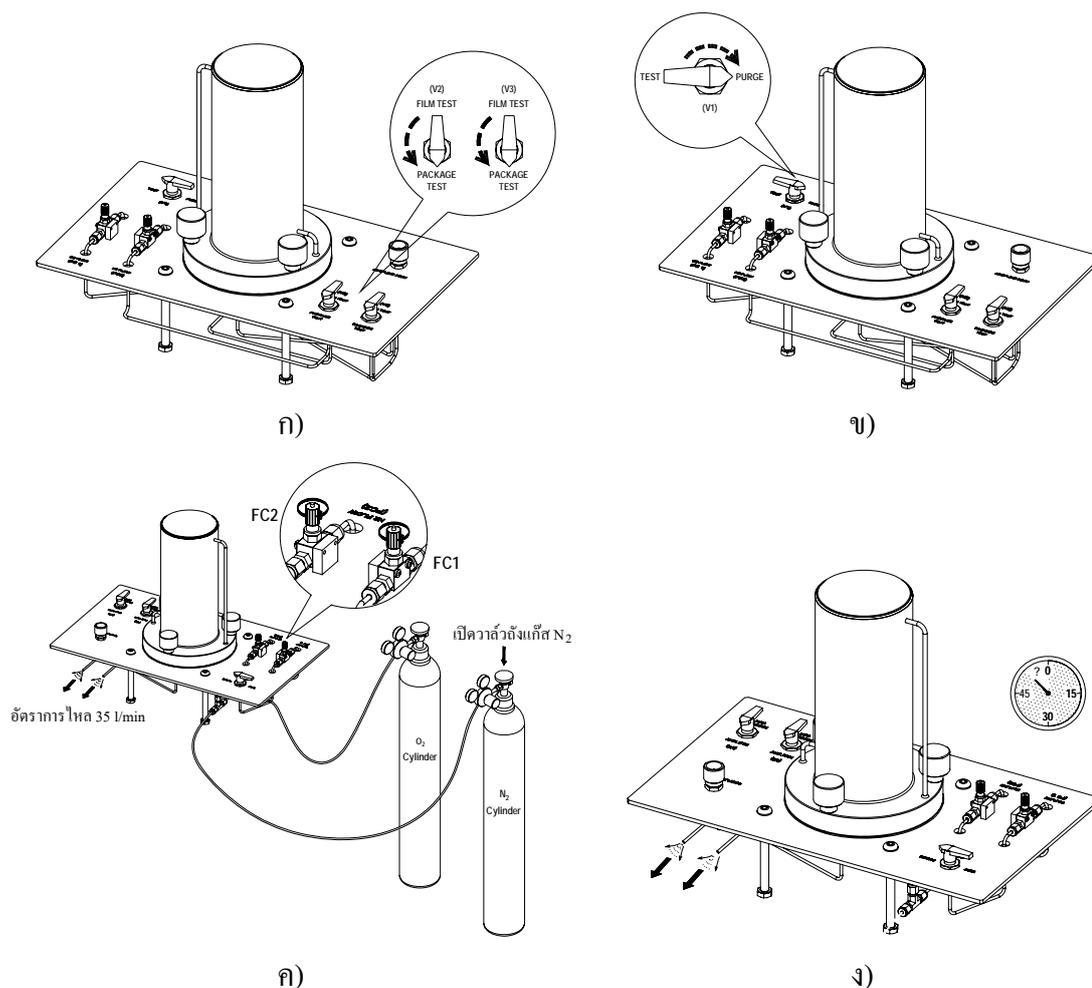
ภาพที่ 52 ขั้นตอนการใช้ชุดจับยึดกับภาชนะบรรจุจุกรูปประเภทขวด

บ) การใช้ชุดจับยึดกับภาชนะบรรจุทรงรูปประเทถั่วย จะใช้ชุดจับยึดชุดเดิม มีการเปลี่ยนอุปกรณ์ คือ นำซิลยางปากขวดออก แล้วเปลี่ยนเป็นซิลแผ่นยางรองถั่วย (ภาพที่ 53 ก) หมุนเป็นเกลียวปรับระดับความสูงให้อยู่ในระดับใกล้เคียงกับความสูงของถั่วยที่นำมาทดสอบ (ภาพที่ 53 ข) วางถั่วยตัวอย่างให้ขอบของถั่วยแนบกับซิล (ภาพที่ 53 ค) หมุนเป็นกคตัวอย่างเข้าหาเสา ชั้นสกรูล็อคตัวอย่างด้านบนเบาๆ เพื่อล็อคถั่วย ระวังอย่าขันมากเกินไปจนอาจทำให้ขวดตัวอย่างเสียหายได้ตัวอย่างเสียหาย (ภาพที่ 53 ง) ใส่ฝาสำหรับภาชนะบรรจุปิด โดยใส่ให้ตรงกับเดือยของฐานด้านล่าง ชั้นสกรูทั้งสามตัวให้แน่น (ภาพที่ 53 จ)



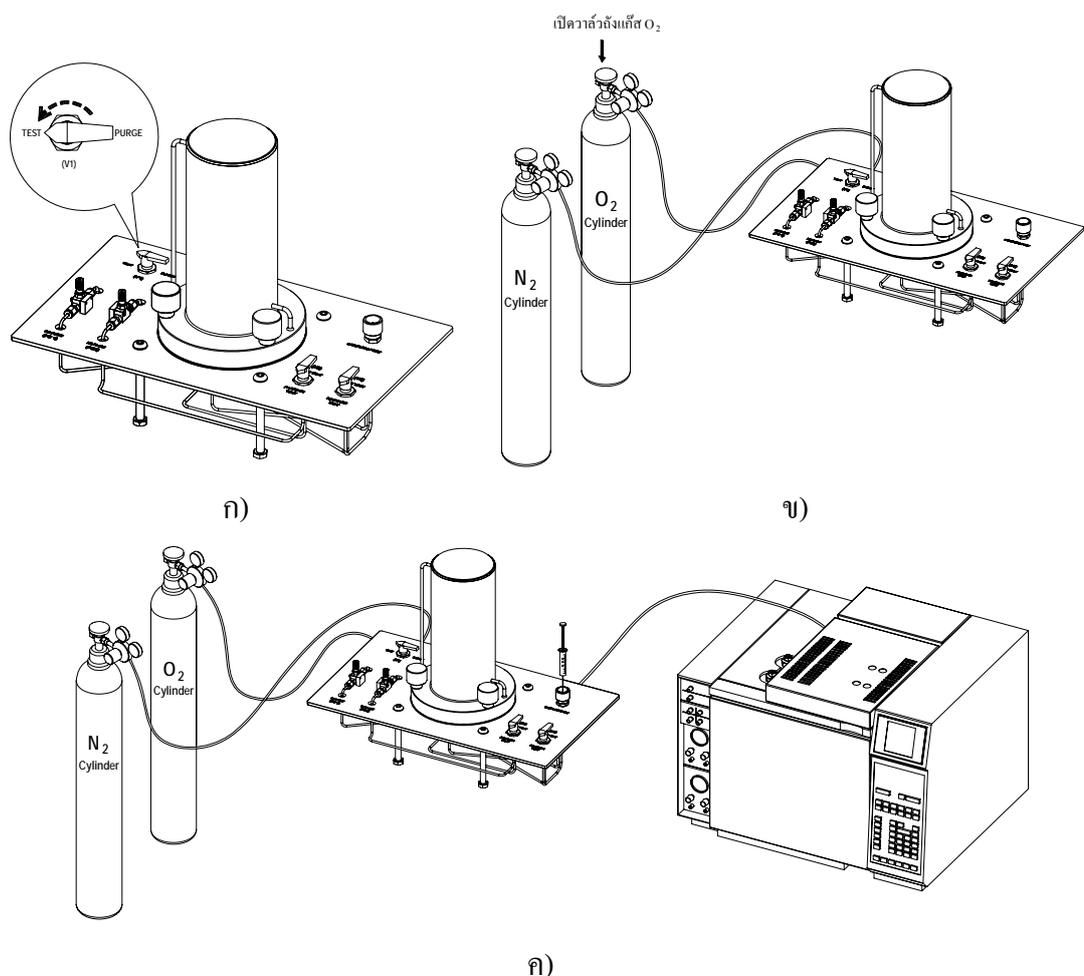
ภาพที่ 53 ขั้นตอนการใช้ชุดจับยึดกับภาชนะบรรจุทรงรูปประเทถั่วย

4.3.3 ขั้นตอนการไล่อากาศภายในระบบ (purging) สำหรับการทดสอบภาชนะบรรจุ หลักการทำงาน ตำแหน่งวาล์ว และลักษณะการไหลของแก๊สภายในระบบของขั้นตอนนี้ อธิบายอยู่ในหัวข้อ 3.2.2 a) ในหน้าที่ 49 ขั้นตอนการไล่อากาศออกซิเจนภายในระบบ (purge system) การใช้ชุดทดสอบในขั้นตอนนี้เริ่มจาก ปรับตำแหน่งวาล์วสามทาง V2 และ V3 ในทิศทางทดสอบภาชนะบรรจุคงรูป (package test) (ภาพที่ 54 ก) ปรับตำแหน่งวาล์ว V1 ให้อยู่ในตำแหน่ง PURGE (ภาพที่ 54 ข) เปิดวาล์วบนถังแก๊สไนโตรเจน ปรับความดันของอุปกรณ์ตั้งความดัน (regulator) ให้ได้ความดัน 0.1 MPa แก๊สไนโตรเจนจะไหลผ่านห้องด้านบนและด้านล่าง ใช้วาล์ว FC1 และ FC2 คุมอัตราการไหลผ่านห้องด้านบนและด้านล่างตามลำดับ ปรับอัตราการไหลให้ได้ 35 l/min วัตถุประสงค์การไหลที่ด้านปลายของท่อทางออกทั้งสอง ที่อยู่ด้านหลังของชุดทดสอบ โดยใช้ bubble flow (ภาพที่ 54 ค) ปลดปล่อยแก๊สไนโตรเจนไหลเพื่อไล่อากาศออกซิเจน (แก๊สทดสอบ) ออกจากระบบให้หมด (ภาพที่ 54 ง) เวลาในการไล่อากาศภายในระบบขึ้นอยู่กับปริมาตรของภาชนะบรรจุ ตามตารางที่ 3



ภาพที่ 54 ขั้นตอนการไล่อากาศภายในระบบ (purging) สำหรับการทดสอบภาชนะบรรจุ

4.3.4 ขั้นตอนการทดสอบตัวอย่างภาชนะบรรจุคงรูป หลักการทำงาน ตำแหน่งวาล์ว และลักษณะการไหลของแก๊สภายในระบบของขั้นตอนการทดสอบนี้ อธิบายอยู่ในหัวข้อ 3.2.2 b) ในหน้าที่ 51 ขั้นตอนการทดสอบ (test system) ขั้นตอนนี้เริ่มต้นจาก หมุนวาล์ว V1 (ทิศทางการเข็มนาฬิกา) ให้อยู่ในตำแหน่ง TEST (ภาพที่ 55 ก) เปิดวาล์วบนถังแก๊สออกซิเจน ปรับความดันของอุปกรณ์ตั้งความดัน (regulator) ให้ได้ความดัน 0.1 MPa แก๊สออกซิเจน จะไหลผ่าน วาล์ว V1 เข้าสู่ห้องด้านบนแทนแก๊สไนโตรเจน (ภาพที่ 55 ข) ระหว่างการทดสอบเก็บตัวอย่างแก๊สไปวิเคราะห์โดยเครื่องวิเคราะห์แก๊สเป็นระยะๆ โดยใช้เข็มเก็บตัวอย่าง (syringe) จากช่องเก็บตัวอย่าง (sampling port) หรือใช้วาล์วฉีดตัวอย่าง (injection valve) (ภาพที่ 55 ค) บันทึกค่าความเข้มข้นของแก๊สที่ตรวจสอบได้ นำไปคำนวณหาอัตราการซึมผ่านของแก๊ส โดยใช้สมการที่ (8) การทดลองจะสิ้นสุดเมื่อผลที่ตรวจสอบได้ไม่มีการเปลี่ยนแปลง (steady stage)



ภาพที่ 55 แสดงขั้นตอนการทดสอบตัวอย่างภาชนะบรรจุคงรูป

## 5. การเตรียมแก๊สมาตรฐานเพื่อใช้สร้างกราฟเทียบค่า (calibration graph) ของแก๊สออกซิเจน สำหรับการวิเคราะห์แก๊ส

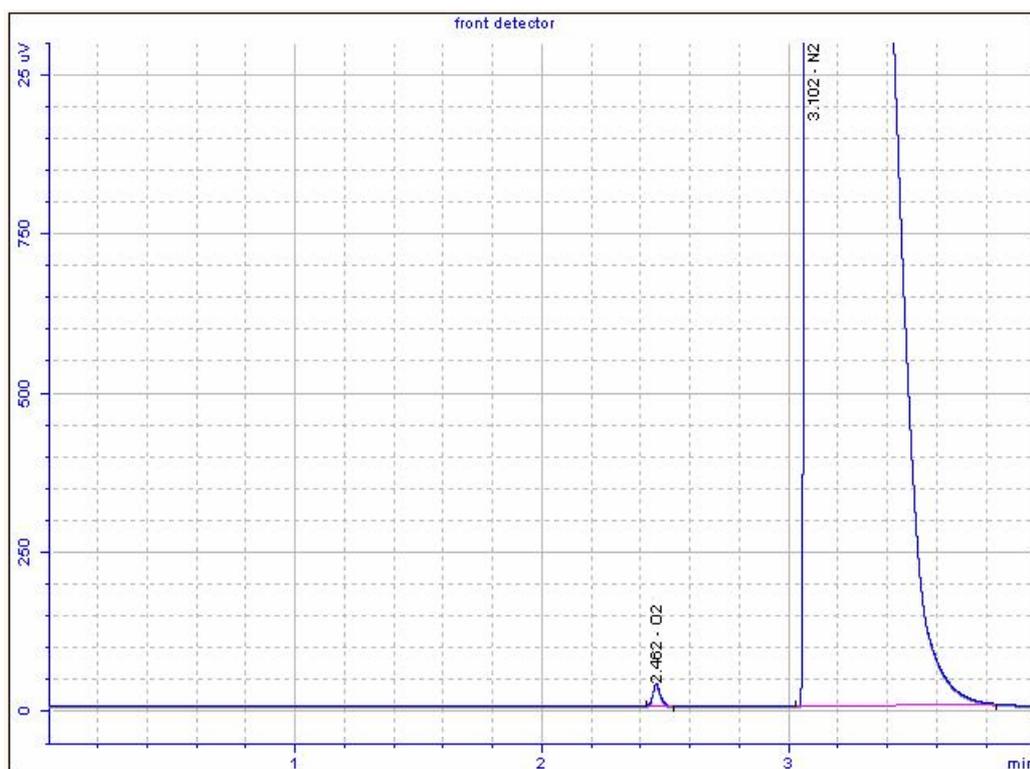
เครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography) สามารถใช้วิเคราะห์แก๊สได้ทั้งคุณภาพและปริมาณ ก่อนใช้เครื่องต้องทำการหาเวลาแสดงผลของแก๊ส (retention time) ที่ต้องการ ตรวจสอบ และสร้างกราฟเทียบค่า (calibration graph) ของแก๊สทดสอบ (แก๊สออกซิเจน) เพื่อใช้เปรียบเทียบค่าของแก๊สออกซิเจนขณะทำการทดสอบว่ามีปริมาตรของแก๊สทดสอบขณะนั้นเท่าใด โดยเตรียมแก๊สมาตรฐาน จากการผสมแก๊ส (mixing gas) ระหว่างแก๊สทดสอบ (แก๊สออกซิเจน) กับ แก๊สพา (แก๊สไนโตรเจน) ที่มีความเข้มข้นของแก๊สทดสอบแตกต่างกัน จากปริมาตรน้อย ๆ ไปมาก นำแก๊สผสมแต่ละตัวอย่างฉีดเข้าเครื่องวิเคราะห์แก๊ส บันทึกความเข้มข้นของแก๊สออกซิเจน เวลาแสดงผล (retention time) และ พื้นที่แสดงผล (area response) นำข้อมูลที่ได้เขียนกราฟระหว่าง พื้นที่แสดงผล (แกน x) กับ ความเข้มข้นของแก๊สทดสอบ (แกน y)

### 5.1 การตั้งค่าเครื่องวิเคราะห์แก๊ส

ก่อนการใช้เครื่องวิเคราะห์แก๊ส ต้องทำการตั้งค่าของเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี โดยใช้

Column	GS-Molesieve 30 m x 0.53 x I.D.
Injector temperature	100 °C
Oven temperature แบบอุณหภูมิคงที่	50 °C
Detector temperature (TCD)	150 °C
Carrier gas (He) flow	5 ml/min
Aux gas (He) flow	10 ml/min
Reference gas (He) flow	22.5 ml/min
Split Ratio	1 : 15
Injection volumn	2 ml

หลังจากทำการวิเคราะห์ตัวอย่างแก๊สออกซิเจน และไนโตรเจน พบว่าเวลาแสดงผล (retention time) ของแก๊สออกซิเจนอยู่ที่ 2.462 นาที และแก๊สไนโตรเจนอยู่ที่ 3.102 นาที ช่วงเวลาการวิเคราะห์แก๊สหนึ่งตัวอย่างอยู่ที่ 4 นาที ใช้โปรแกรม Agilent Cerity Networked Data System for Chemical QA/QC Revision - A.04.05 สำหรับการวิเคราะห์แก๊ส ลักษณะของผลจากเครื่องวิเคราะห์แก๊สแสดงดังรูปที่ 56

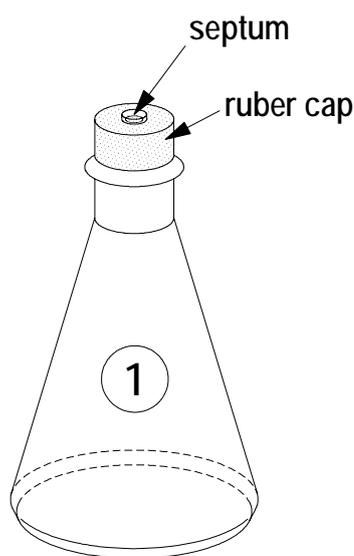


Signal	Retention Time [min]	Type	Area [25 uV*s]	Amt/Area	Amount [ppm]	Name
1	2.462	BB	74.52661	10.67038	795.22740	O2
1	3.102	PB S	70280.74793	0.00001	0.98066	N2

ภาพที่ 56 ตัวอย่างการแสดงผลวิเคราะห์ของเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี

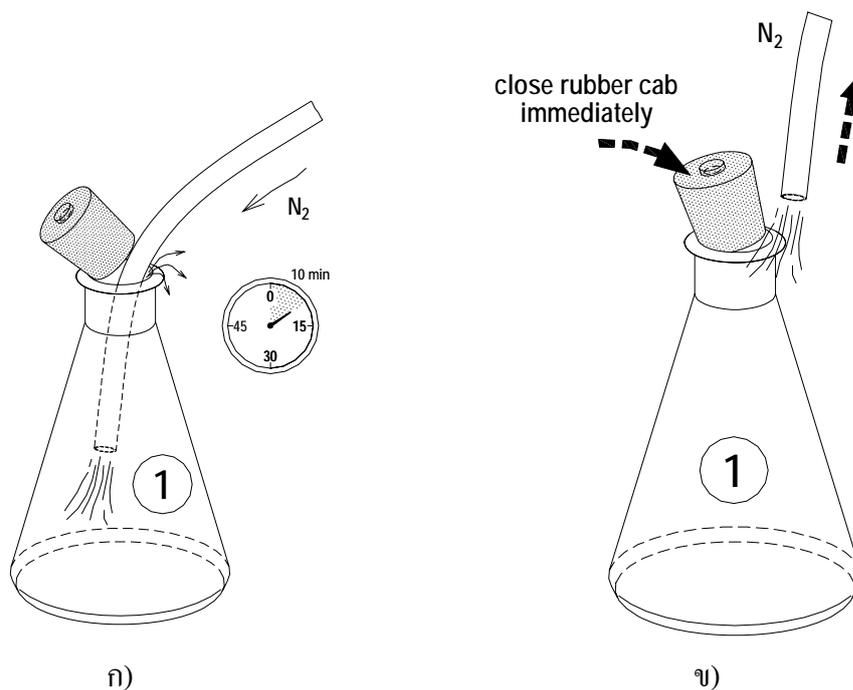
## 5.2 ขั้นตอนการเตรียมแก๊สมาตรฐาน

5.2.1 ขั้นตอนหาปริมาตรขวดรูปชมพู่ เตรียมขวดรูปชมพู่ (flask) พร้อมจุกยางแบบมีรู ปิดด้วย septum แล้วหาปริมาตรของขวดรูปชมพู่ (flask) โดยอาศัยหลักการแทนที่น้ำ บันทึกค่าที่ได้ พร้อมทำหมายเลขกำกับขวดรูปชมพู่ (ภาพที่ 57)



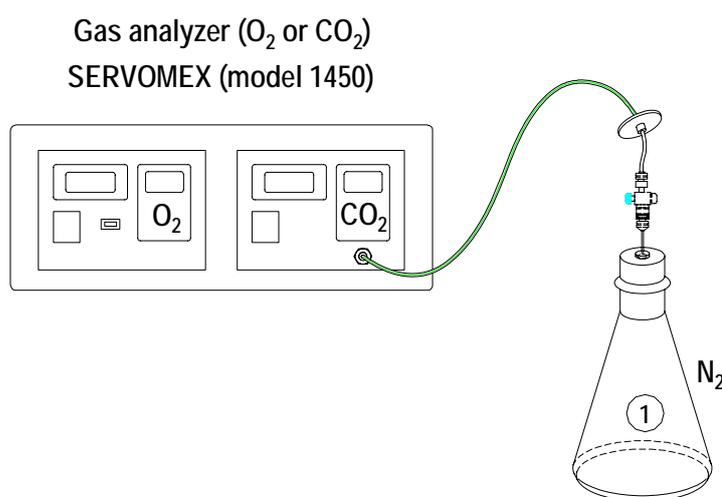
ภาพที่ 57 การหาปริมาตรของขวดรูปชมพู่ (flask) ก่อนการผสมแก๊ส

5.2.2 การไล่อากาศออกจากขวด โดยเปิดจุกยางออก แล้วไล่ (purging) อากาศภายในขวด โดยนำท่อแก๊สไนโตรเจน เสียบเข้าไปภายในขวด แล้วเปิดให้ แก๊สไนโตรเจนไหลเข้าสู่ภายในขวด (ภาพที่ 58 ก) และไหลทิ้งออกจากขวดสู่ภายนอก ปล่อยให้ไหลทิ้งประมาณ 10 นาทีเพื่อให้มีอากาศมีเหลืออยู่ภายในขวดน้อยที่สุด แล้วเอาท่อแก๊สออกพร้อมปิดฝาอย่างรวดเร็ว (ภาพที่ 58 ข)



ภาพที่ 58 การไล่อากาศออกจากขวด

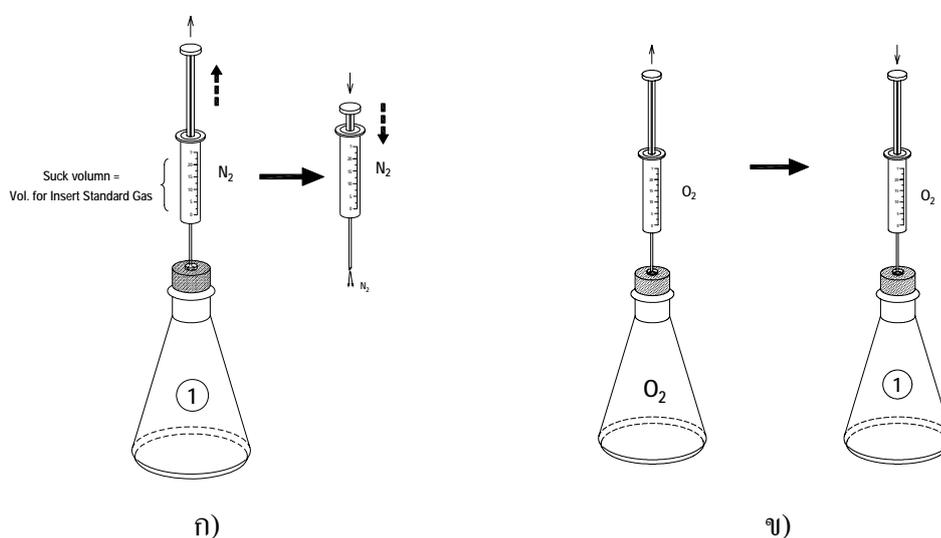
5.2.3 ตรวจสอบปริมาตรที่เหลือของแก๊สออกซิเจนภายในขวดโดยใช้เครื่อง Gas analyzer SERVOMEX (model 1450) (ภาพที่ 59) พร้อมบันทึก เปอร์เซ็นต์ของแก๊สออกซิเจนที่วัดได้ จำนวนปริมาตรของแก๊สออกซิเจนที่ได้เป็น (ml) เมื่อเทียบกับปริมาตรของ flask จะได้ปริมาณของแก๊สออกซิเจนที่เหลือ (volume of residual gas)



ภาพที่ 59 ตรวจสอบแก๊สที่ยังคงมีอยู่ภายในขวดด้วยเครื่องวิเคราะห์แก๊ส

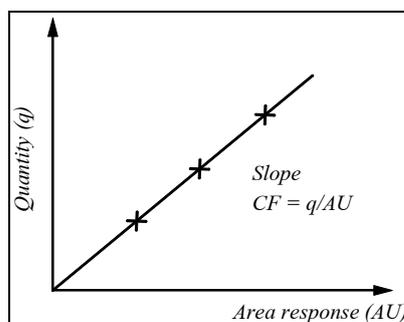
5.2.4 จำนวนปริมาตรของแก๊สออกซิเจนที่กำหนดจากความเข้มข้น (ppm) ให้เป็น ปริมาตร (ml) เมื่อเทียบกับปริมาตรของ flask จะได้ปริมาตรของแก๊สออกซิเจนกำหนดที่ต้องใส่เข้าไป (require volume of standard gas) แล้วหักปริมาตรแก๊สที่ค้างอยู่ภายในขวด จะได้ปริมาตรของแก๊สออกซิเจนที่ต้องฉีดเข้าสู่ระบบจริง (volume for insert standard gas)

5.2.5 นำเข็มฉีดตัวอย่าง (syringe) ครอบแก๊สไนโตรเจนภายใน flask ออกเท่ากับปริมาณของแก๊สออกซิเจนที่ต้องฉีดเข้าสู่ระบบจริง (vol. for insert standard gas) ฉีดทิ้งสู่ภายนอก เพื่อทำให้ปริมาตรของแก๊สภายในขวดเท่าเดิม (ภาพที่ 60ก) หลังจากนั้นนำเข็มฉีดตัวอย่างครอบแก๊สออกซิเจนที่คำนวณจากขั้นตอนที่ 5.2.4 ฉีดเข้าในขวด (ภาพที่ 60 ข)



ภาพที่ 60 นำแก๊สออกซิเจนผสมในขวดแก๊สไนโตรเจน

5.2.6 นำเข็มฉีดตัวอย่าง (syringe) ครอบแก๊สผสม ไปตรวจสอบโดยใช้เครื่องวิเคราะห์แก๊ส ทำให้ครบทุกขั้นของความเข้มข้นของแก๊สออกซิเจนตามที่กำหนดไว้ นำค่าที่ได้ไปเขียนกราฟพร้อมหาความชัน (ภาพที่ 61)



ภาพที่ 61 การเขียนกราฟมาตรฐาน

## 5.2 ผลการเตรียมแก๊สมาตรฐาน

เบื้องต้นทำการตรวจสอบการไหลแก๊สออกจากขวดโดยไม่มีการผสมแก๊ส ภายในขวด จะมีแต่แก๊สไนโตรเจน ทดลองทำ 5 ครั้ง นำแก๊สไปตรวจสอบโดยเครื่องวิเคราะห์ ผลการวิเคราะห์ แก๊สแสดงดังตารางที่ 5

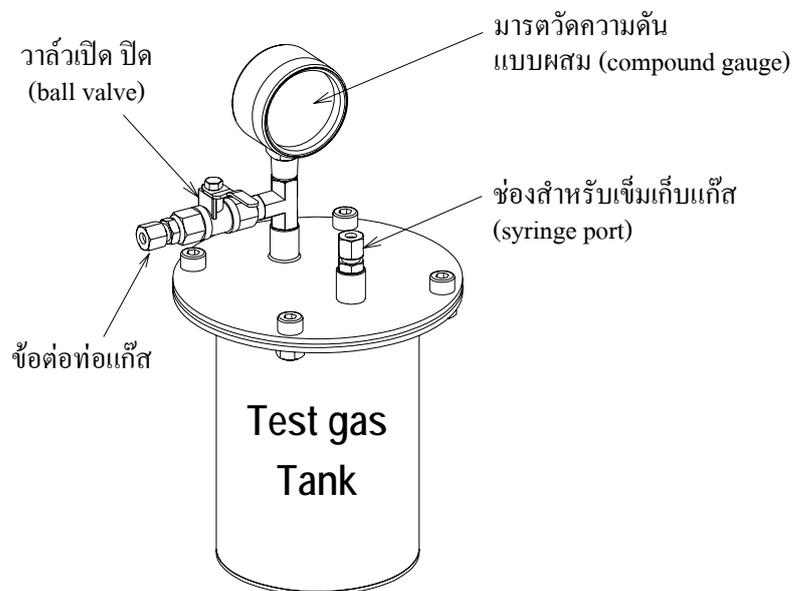
ตารางที่ 5 ผลการเตรียมแก๊สมาตรฐาน

ความเข้มข้น	พื้นที่ใต้กราฟของออกซิเจนของการเตรียม 5 ครั้ง				
	(หน่วย peak area)				
	1	2	3	4	5
0 ppm	160.638	145.039	82.206	113.510	372.752

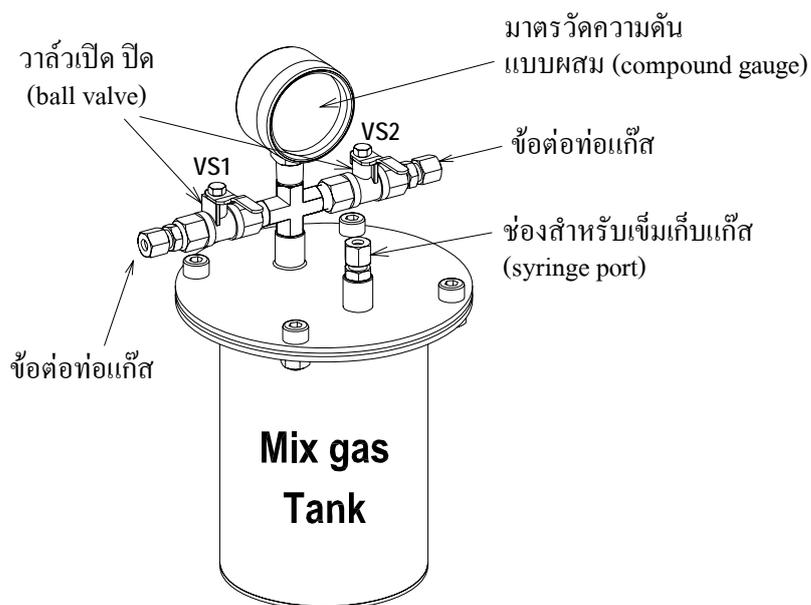
จากการทดลองเบื้องต้นค่าที่ได้จากการวิเคราะห์แก๊สมีความแตกต่างกันอย่างมาก อาจมี ปัญหาเนื่องจากการรั่วจากจุกยางปิดขวด ตรวจสอบการรั่วได้ยากเพราะแก๊สไม่สามารถมองเห็นได้ ค่าที่ไม่คงที่อาจเกิดได้จากแก๊สจากภายนอกขวดไหลเข้าไปในขวด ทำให้ผลการเตรียมแก๊สไม่คงที่ ประกอบกับระบบการนำแก๊สตัวอย่างเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์แก๊สใช้เข็มฉีดยาตัวอย่าง (syringe) ซึ่ง สำหรับงานวิจัยนี้ ใช้วาล์วฉีดยาตัวอย่าง ฉะนั้นในส่วนของ การนำตัวอย่างแก๊สผสมเข้าสู่เครื่อง วิเคราะห์ ควรจะต้องใช้วาล์วฉีดยาตัวอย่างเช่นเดียวกัน

## 5.3 การแก้ไขวิธีการเตรียมแก๊สมาตรฐาน

จากปัญหาดังกล่าว มีปัญหา 2 ข้อ คือ การรั่วของแก๊สในขวดผสมแก๊ส และการนำแก๊ส เข้าสู่เครื่องวิเคราะห์แก๊ส แก้ไขโดย ออกแบบอุปกรณ์สำหรับการเตรียมแก๊สมาตรฐาน โดยสร้าง ภาชนะผสมแก๊สที่มีลักษณะเป็นถัง 2 ใบ ทำจากวัสดุเหล็กโรสนิม (SUS 304) ใบแรกเป็นภาชนะ หรือถังสำหรับผสมแก๊ส ดังภาพที่ 62 อีกใบเป็นภาชนะหรือถังสำหรับเก็บแก๊สทดสอบดังภาพที่ 63 ถึงทั้งสองใบจะมี วาล์วเปิดปิด (ball valve) ข้อต่อท่อแก๊ส ช่องสำหรับเข็มเก็บแก๊ส (syringe port) และมาตรวัดความดันแบบผสม (compound gauge) ซึ่งสามารถใช้วัดความดันสุญญากาศ และความดันปกติได้ การตรวจสอบการรั่วของถัง ตรวจสอบได้จากมาตรวัดความดัน และการแก้ปัญหาการ นำแก๊สเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์แก๊ส แก้ไขโดยเตรียมแก๊สผสมให้มีความดันมากกว่าความดันบรรยากาศ เพื่อให้แก๊สเกิดการไหลเข้าสู่วาล์วฉีดยาตัวอย่างบนเครื่องวิเคราะห์แก๊ส



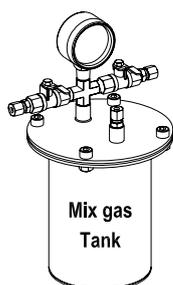
ภาพที่ 62 ถังสำหรับแก๊สทดสอบ



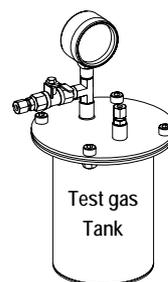
ภาพที่ 63 ถังสำหรับผสมแก๊ส

#### 5.4 ขั้นตอนการเตรียมแก๊สมาตรฐาน (ภายหลังการปรับปรุงแก้ไข)

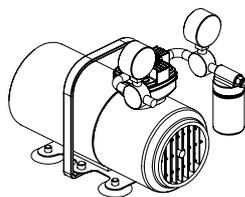
อุปกรณ์ที่ใช้สำหรับการเตรียมแก๊สมาตรฐาน มีดังนี้คือ ถังเก็บแก๊สทดสอบ ภาพที่ 64 (ก) ถังผสมแก๊ส ภาพที่ 64 (ข) ปั๊มสุญญากาศ ภาพที่ 64 (ค) เข็มเก็บตัวอย่างแก๊สแบบมีวาล์วเปิดและปิด ภาพที่ 64 (ง) และแก๊สที่ต้องการทดสอบ กับแก๊สไนโตรเจน ภาพที่ 64 (จ)



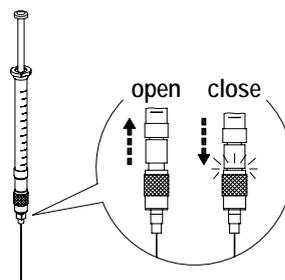
ก) ถังผสมแก๊ส



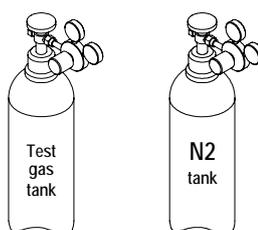
ข) ถังเก็บแก๊สทดสอบ



ค) ปั๊มสุญญากาศ



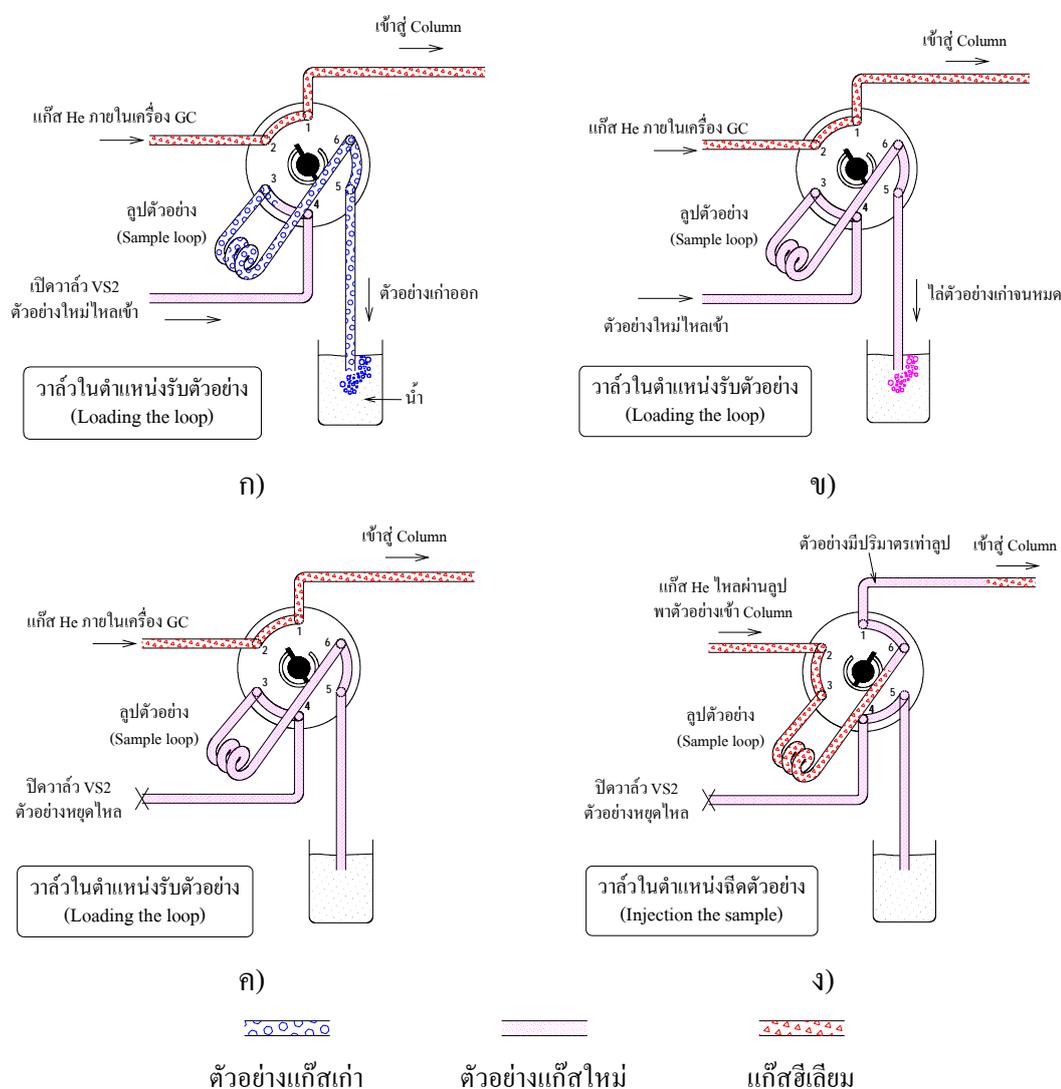
ง) เข็มเก็บตัวอย่างแก๊สแบบมีวาล์วเปิดและปิด



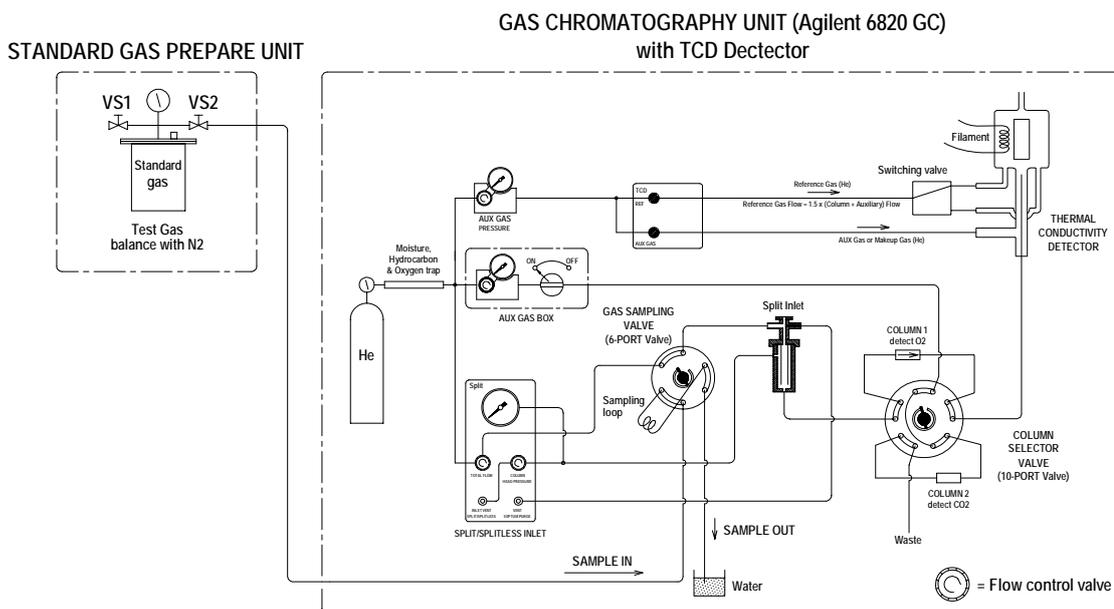
จ) แก๊สที่ต้องการทดสอบและแก๊สไนโตรเจน

ภาพที่ 64 อุปกรณ์ที่ใช้สำหรับการเตรียมแก๊สมาตรฐาน

การแก้ปัญหาในส่วนการส่งแก๊สเข้าสู่วาล์วนิ็ดตัวอย่าง (gas sampling valve) แก้ไขโดยเตรียมแก๊สมาตรฐานให้มีความดันมากกว่าความดันบรรยากาศ เพื่อให้แก๊สไหลเข้าสู่วาล์วนิ็ดตัวอย่างบนเครื่องวิเคราะห์แก๊ส หลักการส่งแก๊สเข้าสู่วาล์ว เริ่มจากเปิดวาล์ว VS2 บนถังผสมแก๊ส แก๊สจะไหลเข้าสู่วาล์วดังภาพที่ 65 (ก) และไหลแทนที่หรือไล่ตัวอย่างแก๊สเก่า ที่ยังคงค้างอยู่ภายในลูบออกไปจนหมดดังภาพที่ 65 (ข) จึงปิดวาล์ว VS2 ดังภาพที่ 65 (ค) ที่ปลายท่อทางออกของวาล์วนิ็ดตัวอย่าง (sample out) ใช้น้ำเป็นตัวกันเพื่อให้แก๊สตัวอย่างถูกกักอยู่ในลูบ แล้วจึงนิ็ดเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์แก๊ส ดังภาพที่ 65 (ง) ระบบการต่อท่อระหว่างอุปกรณ์เตรียมมาตรฐานกับเครื่องวิเคราะห์แก๊ส แสดงดังภาพที่ 66



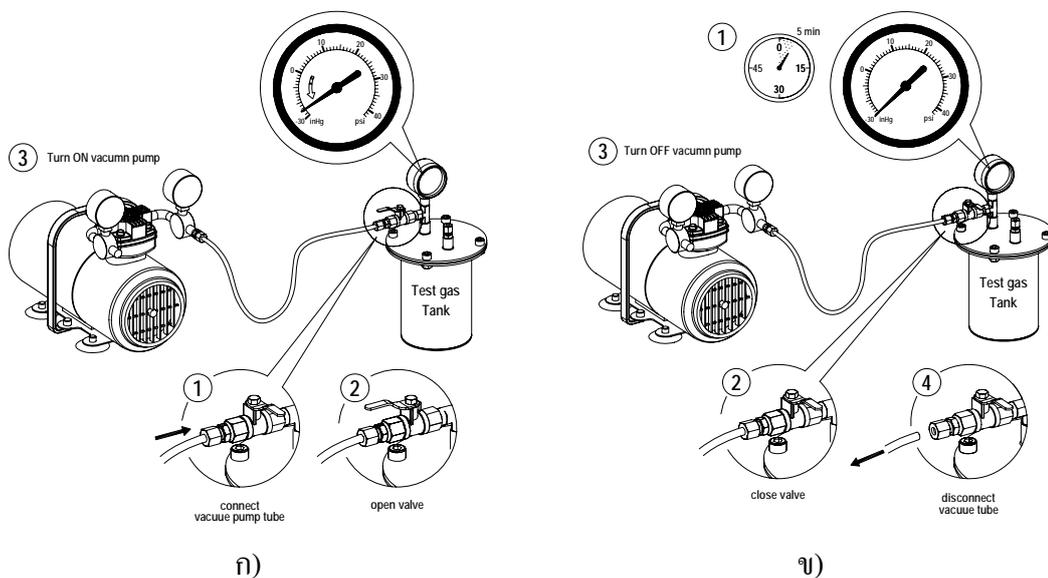
ภาพที่ 65 ขั้นตอนการนิ็ดตัวอย่างแก๊สของวาล์วนิ็ดตัวอย่างเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์แก๊ส



ภาพที่ 66 ระบบการต่อท่อระหว่างอุปกรณ์เตรียมมาตรฐานกับเครื่องวิเคราะห์แก๊ส

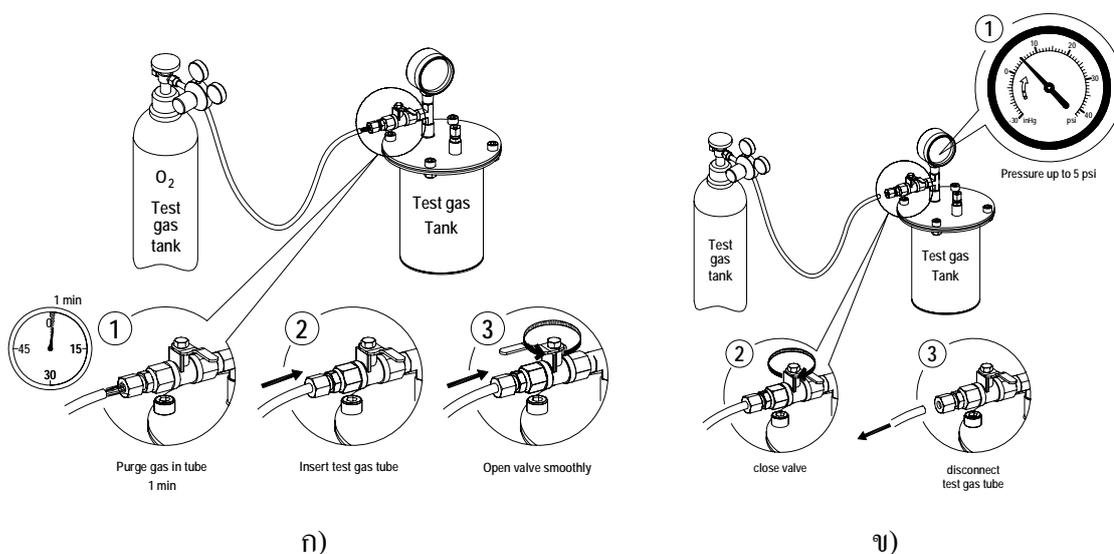
วิธีการเตรียมแก๊สมาตรฐาน มีหลักการคือ ภาชนะที่จะนำมาใช้ผสมแก๊ส ภายในต้องไม่มีแก๊สอื่นอยู่ ทำโดยใช้ปั๊มสุญญากาศดูดแก๊สออก และการผสมแก๊สทดสอบ (แก๊สออกซิเจน) กับแก๊สพา (แก๊สไนโตรเจน) จะต้องผสมแก๊สทั้งสองที่ความดันเท่ากัน ดังนั้นจะต้องแบ่งแก๊สทดสอบและแก๊สพา ออกมาจากถังแก๊ส (gas cylinder) มาเก็บในภาชนะที่สามารถควบคุมและตรวจสอบความดันภายในได้ โดยแก๊สออกซิเจนที่แบ่งออกมาจากถังแก๊สจะถูกเก็บในถังเก็บแก๊สทดสอบ และแก๊สไนโตรเจนที่แบ่งออกมาจากถังแก๊สจะถูกเก็บในถังผสมแก๊ส เพื่อรอการผสมแก๊ส ขั้นตอนการเตรียมแก๊สมาตรฐานแบบใหม่มีขั้นตอนดังนี้

5.4.1 แบ่งแก๊สทดสอบออกจากถังแก๊ส (gas cylinder) ขั้นตอนนี้จะเป็นการเตรียมแก๊สทดสอบโดยใช้ถังเก็บแก๊สทดสอบ เริ่มต้นจากไล่อากาศออกจากถังเก็บแก๊สทดสอบ โดยต่อท่อจากปั๊มสุญญากาศ เข้ากับข้อต่อวาล์วของถัง (ภาพที่ 67 ก-1) เปิดวาล์วด้านขวาของถัง (ภาพที่ 67 ก-2) แล้วเปิดปั๊มให้ทำงาน (ภาพที่ 67 ก-3) รอให้ความดันเป็นสุญญากาศ (-30 mmHg) เปิดปั๊มทิ้งไว้ 5 นาที (ภาพที่ 67 ข-1) ปิดวาล์ว (ภาพที่ 67 ข-2) ปิดปั๊ม (ภาพที่ 67 ข-3) แล้วดึงท่อสุญญากาศออก (ภาพที่ 67 ข-4)



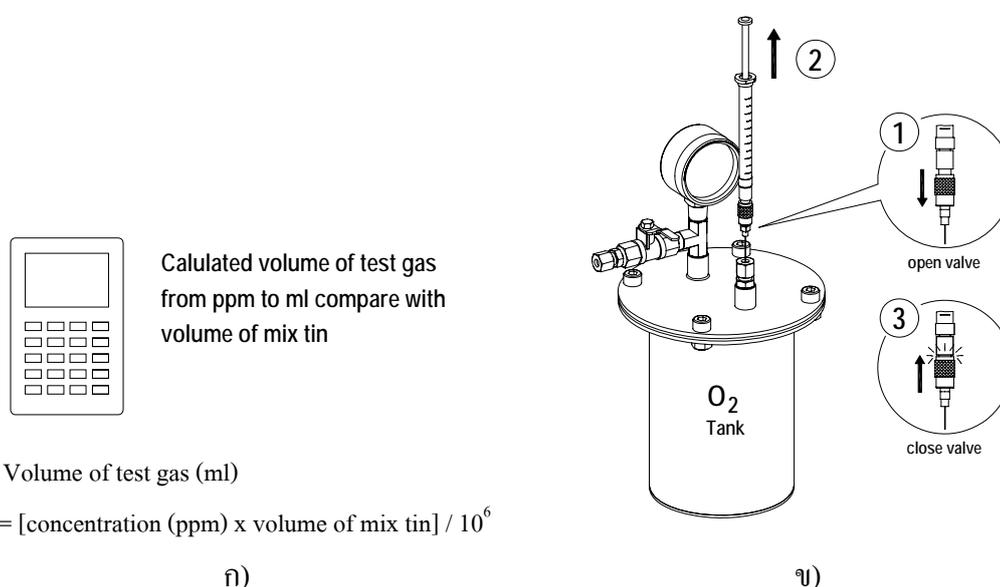
ภาพที่ 67 ขั้นตอนการไล่อากาศออกจากถังเก็บแก๊สทดสอบ

5.4.2 บรรจุแก๊สทดสอบเข้าไปในถังเก็บแก๊สทดสอบ โดยเอาปลายท่อแก๊สจากถังแก๊สทดสอบมาจ่อใกล้ ๆ วาล์ว เปิดวาล์วที่ถังแก๊สทดสอบ แก๊สจะไหลผ่านท่อดังกล่าว ปล่อยให้แก๊สไหลทิ้งเพื่อไล่อากาศที่มีอยู่ภายในท่อเป็นเวลา 1 นาที (ภาพที่ 68 ก-1) แล้วจึงเสียบท่อเข้าสู่ข้อต่อวาล์วด้วยความรวดเร็ว (ภาพที่ 68 ก-2) ค่อยๆ เปิดวาล์วให้แก๊สเข้าสู่ภายในถัง (ภาพที่ 68 ก-3) รอจนความดันภายในถังเพิ่มขึ้นจนได้ความดันถึง 5 psi (ภาพที่ 68 ข-1) (เป็นความดันที่เหมาะสมในการผสมแก๊ส ถูกจำกัดจากเข็มเก็บตัวอย่าง ถ้าความดันสูงมากกว่านี้จะทำให้แก๊สดันก้านของเข็มออก) ปิดวาล์ว (ภาพที่ 68 ข-2) แล้วจึงดึงท่อแก๊สทดสอบออก (ภาพที่ 68 ข-3)



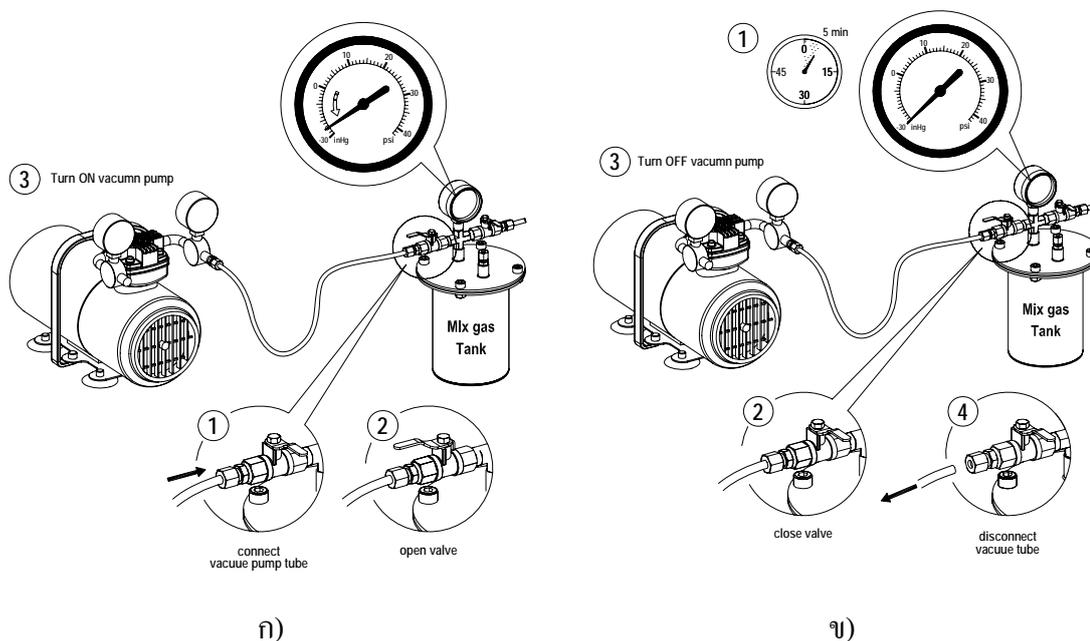
ภาพที่ 68 ขั้นตอนการบรรจุแก๊สทดสอบเข้าไปในถังเก็บแก๊สทดสอบ

5.4.3 จำนวนปริมาตรแก๊สทดสอบที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน จาก ppm ให้เป็น ml โดยเทียบกับปริมาตรของถังผสมแก๊ส (ภาพที่ 69 ก) หาปริมาตรภายในถังผสมแก๊ส โดยวิธีการแทนที่ด้วยน้ำ ดูดแก๊สออกจากถัง โดยใช้เข็มเก็บแก๊ส ผ่านช่องสำหรับเก็บแก๊ส (syringe port) ที่มียางกันรั่ว (septum) ให้ได้ปริมาตรตามที่คำนวณไว้ โดยใช้เข็มแทงผ่านช่องสำหรับเก็บแก๊ส เปิดวาล์วของเข็ม (ภาพที่ 69 ข-1) ดูปริมาตรจากสเกล ดึงก้านของเข็มให้ได้ปริมาตรตามที่คำนวณไว้ (ภาพที่ 69 ข-2) ปิดวาล์วของเข็ม (ภาพที่ 69 ข-3) แล้วค่อยดึงออกจากถัง เหตุผลที่ต้องใช้เข็มเก็บตัวอย่างแก๊สแบบมีวาล์วเปิดและปิด เนื่องจากแก๊สที่ใช้มีความดัน ดังนั้นจึงต้องใช้วาล์วกักแก๊สให้อยู่ภายในเข็ม ไม่ให้แก๊สภายในเข็มไหลออกสู่บรรยากาศ



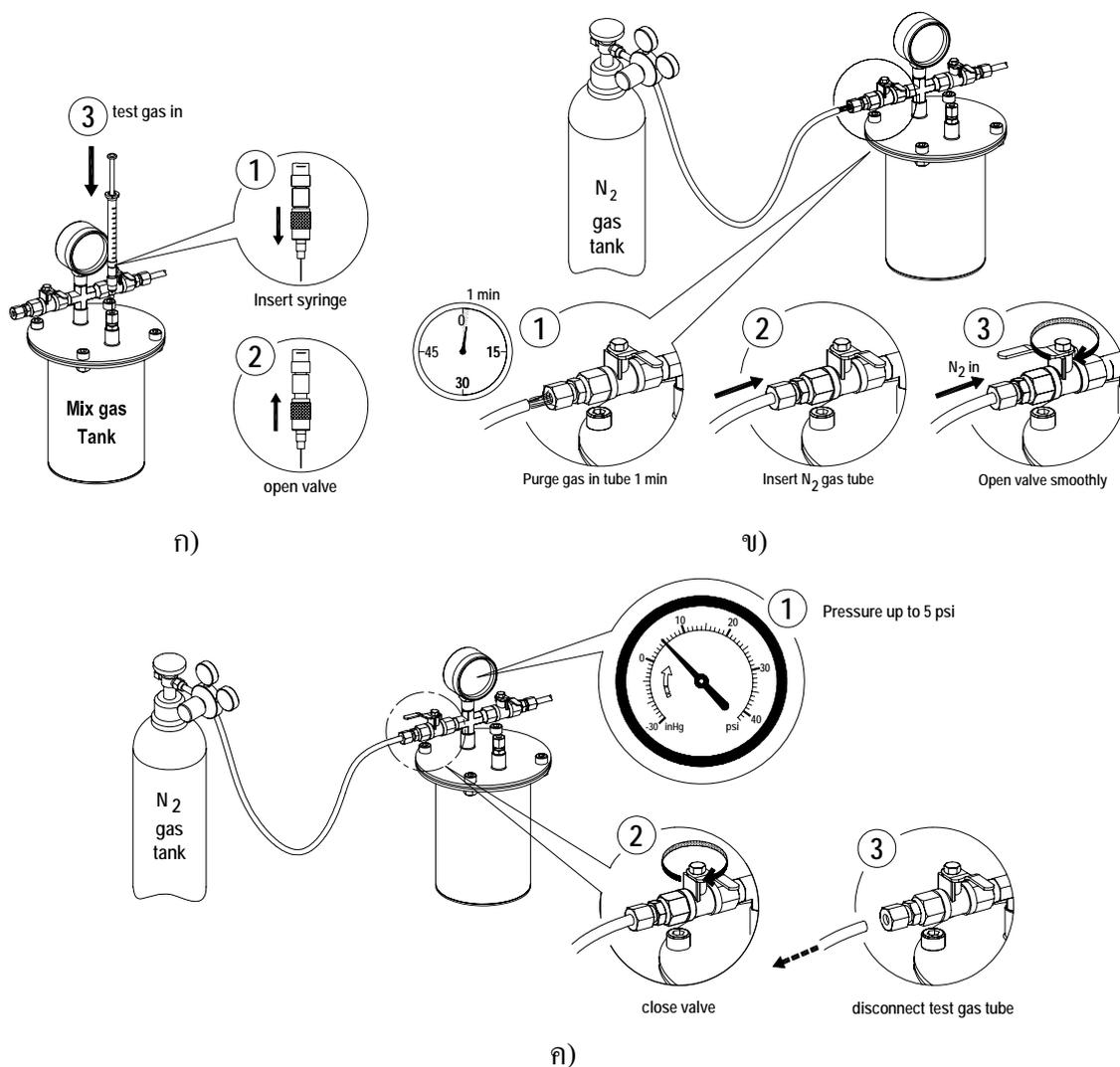
ภาพที่ 69 การคำนวณปริมาตรของแก๊สทดสอบ และการดูดแก๊สสำหรับรอกการการผสมแก๊ส

5.4.4 ขั้นตอนการผสมแก๊ส เริ่มจากเอาอากาศออกจากถังผสมแก๊สออก โดยโดยต่อท่อจากปั๊มสุญญากาศ เข้ากับข้อต่อท่อด้านขวา (ภาพที่ 70 ก-1) เปิดปั๊มสุญญากาศ (ภาพที่ 70 ก-2) แล้วเปิดวาล์วด้านขวา (ภาพที่ 70 ก-3) โดยวาล์วด้านซ้ายปิด รอให้ความดันเป็นสุญญากาศ (-30 mmHg) ดูจากมาตรวัดความดัน รอเวลา 5 นาที (ภาพที่ 70 ข-1) ปิดวาล์ว (ภาพที่ 70 ข-2) ปิดปั๊ม (ภาพที่ 70 ข-3) แล้วดึงท่อสุญญากาศออก (ภาพที่ 70 ข-4)



ภาพที่ 70 การเอาอากาศออกจากถังผสมแก๊ส

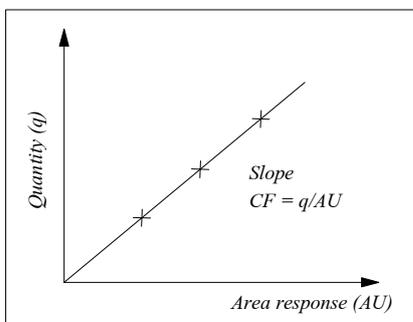
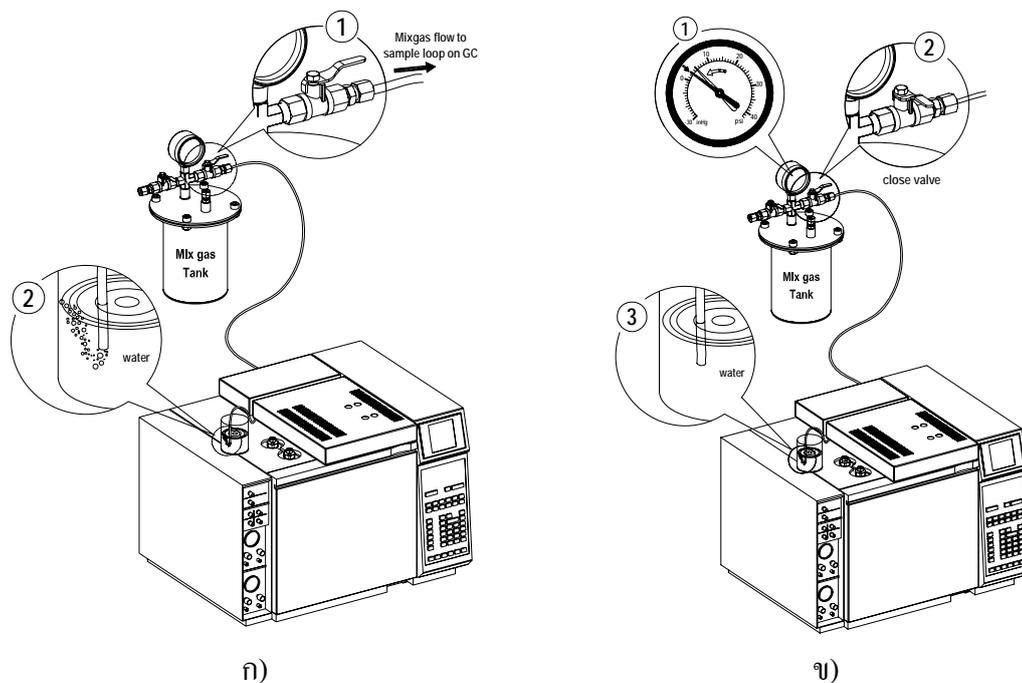
ต่อไปจะทำการผสมแก๊ส เริ่มจากนำเข็มที่เก็บแก๊สทดสอบจากขั้นตอนที่ 5.2.3 แวงเข็มผ่านช่องเก็บแก๊สเข้าสู่ถังผสมแก๊ส (ภาพที่ 71 ก-1) เปิดวาล์วของเข็ม (ภาพที่ 71 ก-2) แก๊สทดสอบที่เก็บอยู่ในเข็มจะถูกดูดเข้าสู่ถังผสมแก๊ส (ภาพที่ 71 ก-3) เนื่องจากภายในถังผสมแก๊สมีความดันเป็นสุญญากาศ จากนั้นค้นก้านเข็มลงให้สุด เพื่อฉีดแก๊สที่อยู่ในเข็มให้หมด เสร็จแล้วดึงเข็มออกไปใส่แก๊สไนโตรเจนลงไปในถัง เพื่อให้แก๊สทั้งสองผสมกัน โดยเอาปลายท่อแก๊สจากถังแก๊สไนโตรเจนมาจ่อใกล้ ๆ วาล์วด้านซ้ายของถังผสมแก๊ส เปิดวาล์วที่ถังแก๊สไนโตรเจน แก๊สจะไหลผ่านท่อดังกล่าว ปล่อยแก๊สให้ไหลทิ้งเพื่อไล่อากาศที่มีอยู่ภายในท่อเป็นเวลา 1 นาที (ภาพที่ 71 ข-1) แล้วจึงเสียบท่อเข้าสู่ข้อต่อวาล์วด้วยความรวดเร็ว (ภาพที่ 71 ข-2) ค่อยๆ เปิดวาล์วให้แก๊สเข้าสู่ภายในถัง (ภาพที่ 71 ข-3) แก๊สไนโตรเจนจะไหลเข้าไปผสมกับแก๊สออกซิเจนที่ใส่รอไว้แล้ว การไหลของแก๊สไนโตรเจนจะทำให้แก๊สเกิดการผสมได้ดียิ่งขึ้น รอจนความดันภายในถังเพิ่มขึ้นจนได้ความดันถึง 5 psi (ภาพที่ 71 ค-1) (ความดันที่จะใช้ผสมแก๊ส) ปิดวาล์วด้านขวา (ภาพที่ 71 ค-2) แล้วจึงดึงท่อแก๊สทดสอบออก (ภาพที่ 71 ค-3)



ภาพที่ 71 ขั้นตอนการผสมแก๊สออกซิเจนและไนโตรเจน

5.4.5 ขั้นตอนการนำแก๊สผสมเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟฟี เปิดวาล์ว ด้านซ้าย (ภาพที่ 72 ก-1) ให้แก๊สผสมไหลผ่านวาล์วนิดตัวอย่าง (injection valve) ที่อยู่บนเครื่อง วิเคราะห์แก๊ส ปลายท่อแก๊สออกของวาล์วนิดตัวอย่าง จุ่มลงในน้ำเพื่อกักแก๊สให้อยู่ภายในลูป (loop) เมื่อมีการไหลของแก๊สจะเกิดฟองอากาศในน้ำตลอดเวลา (ภาพที่ 72 ก-2) ในการเปิดตัวอย่าง ให้อ่านลูป (loop) ช่วงแรกต้องให้แก๊สผสมไหล ไต่แก๊สที่มีค้างภายในลูป (loop) โดยเปิดแก๊สไหล ไต่แก๊สที่ค้างภายในท่อจนความดันในถังลดลงเหลือ 3 psi (ภาพที่ 72 ข-1) (จากการทดลองเมื่อ ความดันลดลงไป 2 psi ทำให้มีปริมาณแก๊สใหม่ไหลไปไล่แก๊สเก่าที่มีอยู่ก่อนได้หมด) ปิดวาล์ว ด้านซ้ายที่ถังผสมแก๊ส (ภาพที่ 72 ข-2) และรอนจนกระทั่ง ฟองอากาศที่ปลายท่อหมด (ภาพที่ 72 ข-3) แก๊สผสมจะถูกกักอยู่ในลูป (loop) พร้อมสำหรับการฉีดเข้าเครื่องวิเคราะห์แก๊ส โครมาโท-

การพี ทำให้ครบทุกขั้นของความเข้มข้น ตามที่กำหนดไว้ นำพื้นที่ใต้กราฟที่ตรวจสอบได้ไปเขียนกราฟระหว่าง ความเข้มข้นของแก๊สทดสอบกับพื้นที่ใต้กราฟ พร้อมหาความชัน (ภาพที่ 72 ค)



ค)

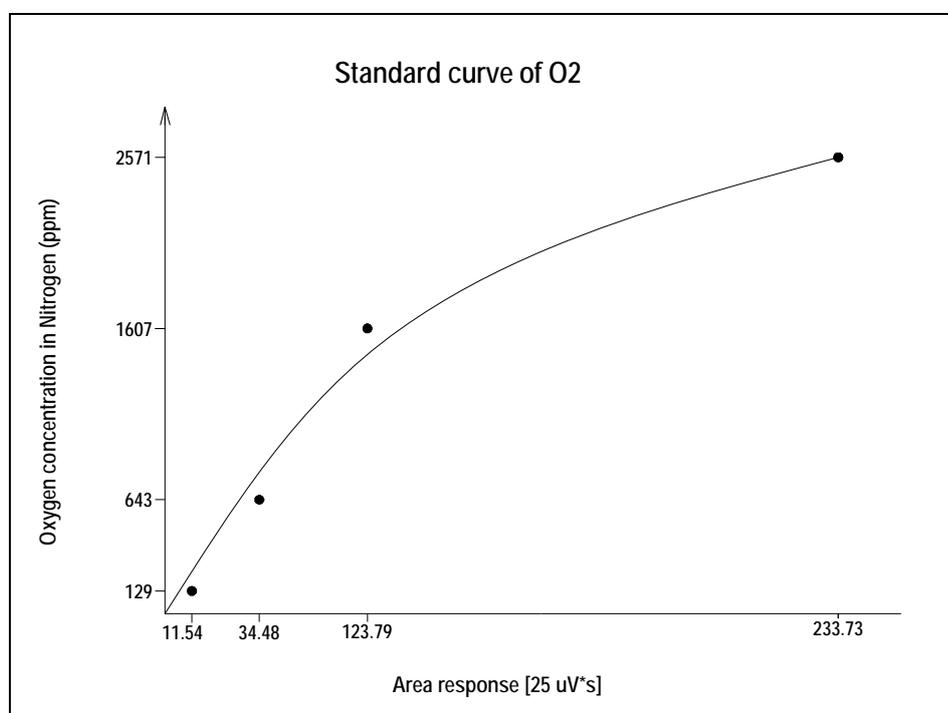
ภาพที่ 72 การนำแก๊สผสมเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์แก๊สและการเขียนกราฟมาตรฐาน

### 5.5 ผลการเตรียมแก๊สมาตรฐาน (ภายหลังการปรับปรุงแก้ไข)

เตรียมแก๊สผสมระหว่างแก๊สออกซิเจนและไนโตรเจนที่ความเข้มข้น 129, 643, 1607 และ 2571 ppm ผลการวิเคราะห์แก๊สผสมแสดงดังตารางที่ 6 นำค่าที่ได้ไปเขียนกราฟมาตรฐานดังภาพที่ 73

ตารางที่ 6 พื้นที่ใต้กราฟของแก๊สผสมระหว่างออกซิเจนกับไนโตรเจน ที่ความเข้มข้นต่างๆ จาก เครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี

ความเข้มข้นของ O <sub>2</sub> (ppm)	จำนวนซ้ำ	พื้นที่ใต้กราฟ (Area response)	
		พื้นที่ใต้กราฟ	ค่าเฉลี่ยของพื้นที่ใต้กราฟ
129	1	11.5354	11.1175
	2	11.4998	
	3	10.3172	
643	1	34.6681	33.5683
	2	32.8627	
	3	33.1740	
1607	1	81.6866	81.3883
	2	80.0904	
	3	82.3879	
2571	1	233.5585	231.0412
	2	230.0085	
	3	229.5567	



ภาพที่ 73 กราฟเทียบค่าความเข้มข้นของแก๊สออกซิเจน (O<sub>2</sub>) ppm ใน แก๊สไนโตรเจน (N<sub>2</sub>) กับ พื้นที่ใต้กราฟ

## 6. ผลการประเมินประสิทธิภาพของชุดทดสอบต้นแบบ

หลังจากมีการสร้างกราฟเทียบค่า (calibration graph) ของแก๊สทดสอบเรียบร้อยแล้ว จึงจะนำชุดทดสอบไปทดลองใช้ได้ ในส่วนการนำชุดทดสอบต้นแบบไปทดลองใช้ แบ่งออกเป็น

6.1 การทดสอบเพื่อประเมินความเที่ยงตรง (accuracy) ใช้ชุดทดสอบตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านตัวอย่างฟิล์ม โดยเปรียบเทียบค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนที่วัดได้จากชุดทดสอบต้นแบบกับเครื่องมือตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์ม (Illinois 8500) เพื่อวิเคราะห์ความเที่ยงตรงของชุดทดสอบต้นแบบ สำหรับตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง เป็นฟิล์ม 3 ชนิด ฟิล์มชนิดละ 5 ซ้ำ (เปลี่ยนตัวอย่างทุกซ้ำ) การวิเคราะห์ข้อมูลสำหรับการสร้างเครื่องมือวัด ในการวิเคราะห์ความแม่นยำ ใช้การวิเคราะห์ความต่างของทั้ง 2 กลุ่ม โดยการใช้การตรวจสอบความแตกต่างสองตัวแทน (t-test) โดยเปรียบเทียบค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนที่ได้จากเครื่องมือตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊ส (Illinois 8500 Oxygen permeation analyzer) กับชุดทดสอบต้นแบบ

ผลการทดลองใช้ชุดทดสอบตัวอย่างฟิล์ม ใช้ชุดทดสอบต้นแบบกับฟิล์มตัวอย่าง LLDPE หนา 20  $\mu\text{m}$  CPP หนา 25  $\mu\text{m}$  และ NYLON/LLDPE หนา 50  $\mu\text{m}$  ทดสอบตัวอย่างละ 5 ซ้ำ แสดงดังตารางที่ 7, 8 และ 9 ภาพที่ 74 แสดงกราฟของค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนของตัวอย่างทั้งหมดจากการทดสอบกราฟแสดงการเพิ่มขึ้นของอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนที่ซึมผ่านฟิล์ม ระหว่างการทดสอบทุกๆ 5 นาที แสดงดังภาพที่ 75

**ตารางที่ 7** ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม LLDPE หนา 20  $\mu\text{m}$   
เปรียบเทียบระหว่างชุดทดสอบต้นแบบ และ เครื่อง Illinois 8500 ที่  $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ , 0%RH

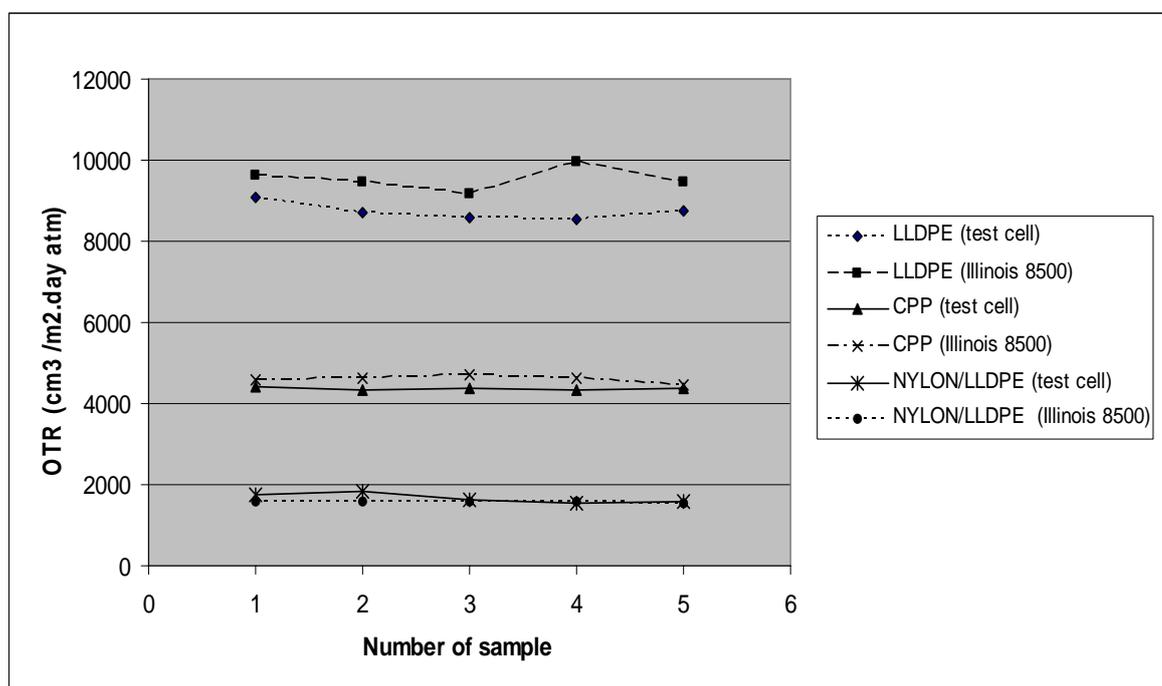
จากชุดทดสอบต้นแบบ		จาก Illinois 8500	
ตัวอย่างที่	OTR of LLDPE ( $\text{cm}^3/\text{m}^2.\text{day}.\text{atm}$ )	ตัวอย่างที่	OTR of LLDPE ( $\text{cm}^3/\text{m}^2.\text{day}.\text{atm}$ )
1	9,067	1	9,612
2	8,697	2	9,452
3	8,602	3	9,183
4	8,555	4	9,976
5	8,741	5	9,441
ค่าเฉลี่ย	8,732	ค่าเฉลี่ย	9,533
ค่าความแปรปรวน	201	ค่าความแปรปรวน	291.55

**ตารางที่ 8** ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม CPP หนา 25  $\mu\text{m}$   
เปรียบเทียบระหว่างชุดทดสอบต้นแบบ และ เครื่อง Illinois 8500 ที่  $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ , 0%RH

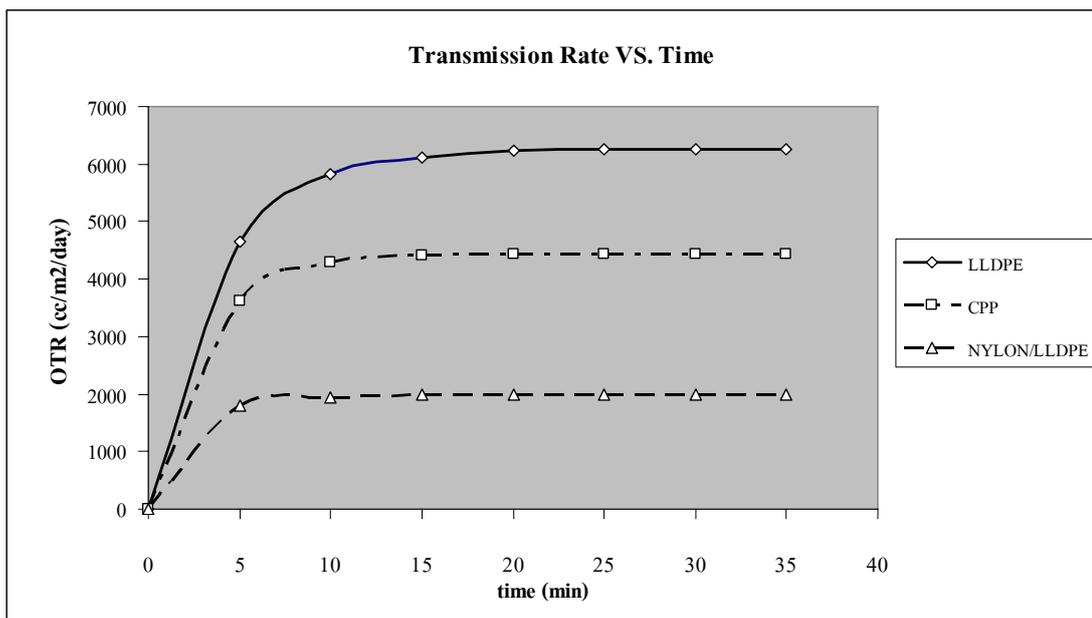
จากชุดทดสอบต้นแบบ		จาก Illinois 8500	
ตัวอย่างที่	OTR of CPP ( $\text{cm}^3/\text{m}^2.\text{day}.\text{atm}$ )	ตัวอย่างที่	OTR of CPP ( $\text{cm}^3/\text{m}^2.\text{day}.\text{atm}$ )
1	4,412	1	4,567
2	4,345	2	4,637
3	4,359	3	4,719
4	4,345	4	4,611
5	4,355	5	4,463
ค่าเฉลี่ย	4,363	ค่าเฉลี่ย	4,599
ค่าความแปรปรวน	28	ค่าความแปรปรวน	94.22

ตารางที่ 9 ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม NYLON/LLDPE หนา 50  $\mu\text{m}$  เปรียบเทียบระหว่างชุดทดสอบต้นแบบ และ เครื่อง Illinois 8500 ที่  $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ , 0%RH

จากชุดทดสอบต้นแบบ		จาก Illinois 8500	
ตัวอย่างที่	OTR of NYLON/LLDPE ( $\text{cm}^3/\text{m}^2.\text{day}.\text{atm}$ )	ตัวอย่างที่	OTR of NYLON/LLDPE ( $\text{cm}^3/\text{m}^2.\text{day}.\text{atm}$ )
1	1,738	1	1,578
2	1,825	2	1,582
3	1,617	3	1,563
4	1,556	4	1,563
5	1,603	5	1,562
ค่าเฉลี่ย	1,668	ค่าเฉลี่ย	1,570
ค่าความแปรปรวน	111	ค่าความแปรปรวน	9.61



ภาพที่ 74 ค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนของตัวอย่างทั้งหมดจากการทดสอบ



ภาพที่ 75 การเพิ่มขึ้นของอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนแก๊สซึมผ่านฟิล์ม ระหว่างการทดสอบทุกๆ 5 นาที จากฟิล์มตัวอย่างทั้ง 3 ชนิด

จากภาพที่ 74 แสดงการเพิ่มขึ้นและมีค่าเข้าสู่สมดุลของค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์ม ระหว่างการทดสอบทุกๆ 5 นาที จากฟิล์มตัวอย่างทั้ง 3 ชนิด คือ LLDPE, CPP และ NYLON/LLDPE ซึ่งคัดเลือกตัวอย่างสำหรับการทดสอบโดยใช้เกณฑ์ความแตกต่างของค่าอัตราการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์ม ที่มีค่า สูง กลาง และต่ำ ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าชุดทดสอบต้นแบบสามารถสร้างสภาวะให้เกิดความแตกต่างของความดันย่อยของแก๊สออกซิเจน ทำให้เกิดการซึมผ่านของแก๊สตาม วิธีไอโซสแตติก (isostatic method) โดยแก๊สจะเริ่มซึมผ่านจากอัตราการซึมผ่านน้อยๆ จนกระทั่งมีอัตราการซึมผ่านคงที่ จากภาพดังกล่าวยังแสดงให้เห็นถึงความสามารถตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของตัวอย่างฟิล์มต่างชนิดกันได้

ในการประเมินความเที่ยงตรงของชุดทดสอบต้นแบบโดยเปรียบเทียบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์ม ระหว่างค่าที่ตรวจได้จากชุดทดสอบกับค่าที่ได้จากเครื่อง Illinois 8500 Oxygen permeation analyzer วิเคราะห์ผลความต่าง (t-test) โดยใช้โปรแกรม SPSS 14.0 for Windows Release 14 ในโหมด Compare Means Paired-Samples T test

พบว่า ค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์ม LLDPE จากชุดทดสอบต้นแบบได้  $8,732 \pm 201 \text{ cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$  และจากเครื่อง Illinois ได้  $9,533 \pm 291.55 \text{ cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$

มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ( $p < 0.05$ ) ค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์ม CPP จากชุดทดสอบต้นแบบ  $4,363 \pm 28 \text{ cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$  และจากเครื่อง Illinois ได้ค่า  $4,599 \pm 94.22 \text{ cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$  มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ( $p < 0.05$ ) และค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์ม NYLON/LLDPE จากชุดทดสอบต้นแบบได้  $1,668 \pm 111 \text{ cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$  และจากเครื่อง Illinois ได้  $1,570 \pm 9.61 \text{ cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$  ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ

โดยรวมแล้วค่าที่ได้จากการประเมินความเที่ยงตรงของชุดทดสอบต้นแบบ จำเป็นต้องมีการปรับปรุงแก้ไข ซึ่งความผิดพลาดของค่าที่ตรวจวัดได้ อาจมีสาเหตุเนื่องมาจาก

a) วิธีการเตรียมแก๊สมาตรฐานสำหรับใช้สร้างกราฟเทียบค่า (standard curve) ในช่วงการผสมแก๊สที่ความเข้มข้นมาก ตั้งแต่ 1600 ppm ขึ้นไป ปริมาตรสูงสุดของเข็มที่ใช้เก็บแก๊สได้คือ 2 ml แต่ความเข้มข้นในช่วงดังกล่าวจะต้องใช้ปริมาตรของแก๊สออกซิเจนมากกว่า 2 ml ทำให้ต้องเก็บแก๊สออกซิเจนเพื่อไปผสม 2 ครั้ง ต่างกับการเตรียมแก๊สผสมที่ความเข้มข้นต่ำ ช่วง 0 - 1,600 ppm ใช้ปริมาตรของแก๊สออกซิเจนต่ำกว่า 2 ml มีการเก็บใช้เข็มแก๊สเพียงครั้งเดียว ดังนั้นที่ความเข้มข้นของแก๊สผสมที่ความเข้มข้นมาก ปริมาตรของแก๊สออกซิเจนที่นำไปผสมอาจมีปริมาณไม่เท่ากับค่าที่ได้คำนวณไว้ เมื่อนำเอาข้อมูลที่ได้จากการผสมแก๊สที่ไม่ถูกต้องไปสร้างกราฟเทียบค่าค่าที่ระหว่างการทดสอบก็จะใช้กราฟดังกล่าวในการเปรียบเทียบ จึงทำให้ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้มีค่าที่ไม่เป็นจริง ทำให้การคำนวณอัตราการซึมผ่านของแก๊สผิดพลาดไปด้วยค่า

b) การทดสอบใช้มีการเปลี่ยนฟิล์มในการทดสอบ 5 ตัวอย่าง แม้จะเป็นฟิล์มจากม้วนเดียวกัน ฟิล์มจะมีความหนาไม่เท่ากันตลอดทั้งม้วน เนื่องจากกระบวนการผลิต ส่งผลให้ค่าที่แตกต่างกันอาจเกิดจาก ความแปรปรวนของฟิล์มที่ใช้ในการทดสอบ

c) เครื่องมือตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊ส (Illinois 8500 Oxygen permeation analyzer) เป็นเครื่องมือทดสอบที่เหมาะสมกับการใช้งานทางด้านอุตสาหกรรม ไม่ใช่เครื่องมือที่ออกแบบสำหรับการวิเคราะห์

6.2 การทดสอบเพื่อประเมินความสามารถในการวัดซ้ำ (repeatability) โดยการเปรียบเทียบค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนที่วัดได้จากชุดทดสอบต้นแบบกับเครื่องมือตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์ม (Illinois 8500) ใช้ฟิล์มตัวอย่างเช่นเดียวกัน

กับการทดสอบข้างต้น ทดสอบตัวอย่างฟิล์มแต่ละชนิด ชนิดละ 5 ซ้ำ (ตัวอย่างเดียวใช้วัด 5 ครั้ง) วิเคราะห์ความสามารถในการวัดซ้ำ พิจารณาจากค่าความแปรปรวน (standard deviation) ของ จำนวนซ้ำในตัวอย่างที่ทำการทดสอบ ผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 10, 11 และ 12

**ตารางที่ 10** ค่าอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม LLDPE หนา 20  $\mu\text{m}$  เปรียบเทียบระหว่าง ชุดทดสอบต้นแบบ และ เครื่อง Illinois 8500 ที่  $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ , 0%RH

จากชุดทดสอบต้นแบบ		จาก Illinois 8500	
ทดสอบครั้งที่	OTR of LLDPE ( $\text{cm}^3/\text{m}^2.\text{day.atm}$ )	ทดสอบครั้งที่	OTR of LLDPE ( $\text{cm}^3/\text{m}^2.\text{day.atm}$ )
1	9,558	1	9,634
2	9,532	2	9,630
3	9,517	3	9,607
4	9,452	4	9,593
5	9,336	5	9,599
ค่าเฉลี่ย	9,479	ค่าเฉลี่ย	9,612.6
ค่าความแปรปรวน	89.06	ค่าความแปรปรวน	18.45

**ตารางที่ 11** ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม CPP หนา 25 ( $\mu\text{m}$ ) เปรียบเทียบระหว่างชุดทดสอบต้นแบบ และ เครื่อง Illinois 8500 ที่  $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ , 0%RH

จากชุดทดสอบต้นแบบ		จาก Illinois 8500	
ทดสอบครั้งที่	OTR of CPP ( $\text{cm}^3/\text{m}^2.\text{day.atm}$ )	ทดสอบครั้งที่	OTR of CPP ( $\text{cm}^3/\text{m}^2.\text{day.atm}$ )
1	4,415	1	4,488
2	4,316	2	4,477
3	4,264	3	4,475
4	4,203	4	4,464
5	4,133	5	4,464
ค่าเฉลี่ย	4,266.20	ค่าเฉลี่ย	4,473.60
ค่าความแปรปรวน	107.66	ค่าความแปรปรวน	10.06

**ตารางที่ 12** ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม NYLON/LLDPE หนา 50  $\mu\text{m}$  เปรียบเทียบระหว่างชุดทดสอบต้นแบบ และ เครื่อง Illinois 8500 ที่  $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ , 0%RH

จากชุดทดสอบต้นแบบ		จาก Illinois 8500	
ทดสอบครั้งที่	OTR of NYLON/LLDPE ( $\text{cm}^3/\text{m}^2.\text{day}.\text{atm}$ )	ทดสอบครั้งที่	OTR of NYLON/LLDPE ( $\text{cm}^3/\text{m}^2.\text{day}.\text{atm}$ )
1	1,745	1	1,563
2	1,752	2	1,563
3	1,871	3	1,562
4	1,886	4	1,555
5	1,857	5	1,550
ค่าเฉลี่ย	1,822	ค่าเฉลี่ย	1,558.6
ค่าความแปรปรวน	68.03	ค่าความแปรปรวน	5.86

ผลการทดสอบฟิล์มตัวอย่างทั้ง 3 ชนิด จากชุดทดสอบต้นแบบ และเครื่อง Illinois 8500 พบว่าค่าที่ตรวจสอบได้มีแนวโน้มลดลง ทั้งนี้อาจเกิดเนื่องมาจากการตรวจวัดซ้ำ โดยใช้ฟิล์มเดิมที่มีการดูดซับแก๊สออกซิเจนในเนื้อฟิล์ม ณ สถานะคงตัว (steady stage) ดังนั้นในการตรวจวัดครั้งต่อไป แก๊สออกซิเจนที่ซึมผ่านออกมาลดลง ตามปริมาตรช่องว่าง (free volume) ของฟิล์ม ที่มีแก๊สออกซิเจนแพร่อยู่ก่อน ดังนั้นการทดสอบนี้จึงไม่สามารถสรุปได้ว่าชุดทดสอบต้นแบบมีความสามารถในการวัดซ้ำได้ ต้องมีการปรับปรุงวิธีการทดสอบใหม่ โดยให้นำฟิล์มออกมาให้อยู่ในสภาวะเริ่มต้น (สภาพบรรยากาศ) ทุกครั้งก่อนการวัดซ้ำครั้งต่อไป

6.3 การหาพิสัยการใช้งานของชุดทดสอบต้นแบบ ทดสอบหาช่วงอัตราการซึมผ่านของแก๊สที่สามารถตรวจสอบได้จากชุดทดสอบต้นแบบ โดยใช้ฟิล์มที่มีอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน ต่ำ และสูง นำไปใช้ทดสอบกับชุดทดสอบต้นแบบ จากการทดลองข้างต้นฟิล์มตัวอย่างมีอัตราการซึมผ่านอยู่ในช่วง  $1,500-9,000 \text{ cm}^3/\text{m}^2.\text{day}.\text{atm}$  ทั้งนี้ได้หาฟิล์มที่มีอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน นอกเหนือจากช่วงดังกล่าวมาใช้กับชุดทดสอบต้นแบบ ได้แก่ ฟิล์ม NYLON หนา  $100 \mu\text{m}$  ค่าในตารางที่ 13 เป็นการรวมค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน ที่ได้ใช้ทดสอบกับชุดทดสอบต้นแบบ

ตารางที่ 13 ผลการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม 5 ชนิด เปรียบเทียบระหว่าง ชุดทดสอบต้นแบบ และ เครื่อง Illinois 8500

ชนิดฟิล์ม (ความหนา)	อัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านฟิล์ม ( $\text{cm}^3 / \text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$ )	
	Illinois 8500	ชุดทดสอบต้นแบบ
NYLON (100 $\mu\text{m}$ )	109 *	ไม่สามารถตรวจสอบได้ *
NYLON/LLDPE (50 $\mu\text{m}$ )	1,558	1,822
CPP (25 $\mu\text{m}$ )	4,473	4,266
LLDPE (20 $\mu\text{m}$ )	9,612	9,479

\* ภายในการทดสอบ 2 ชั่วโมง

ผลการใช้ชุดทดสอบกับตัวอย่างฟิล์ม รวมทั้งหมดมี 4 ชนิด ค่าจากตารางที่ 13 สามารถสรุปได้ว่าฟิล์มที่มีอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนที่สามารถใช้ตรวจสอบได้จากชุดทดสอบ อยู่ในช่วง  $1,500-9,000 \text{ cm}^3 / \text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$  ซึ่งพิสัยการใช้งานของชุดทดสอบต้นแบบ ขึ้นอยู่กับความสามารถของเครื่องวิเคราะห์แก๊ส สำหรับงานวิจัยครั้งนี้ใช้เครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography) โดยใช้เครื่องตรวจวัดแบบเทอร์มัลคอนดักติวิตีอาจจะเหมาะสมกับการตรวจสอบกับความเข้มข้นของแก๊สที่มากดี แต่ไม่สามารถตรวจสอบความเข้มข้นของแก๊สในช่วงต่ำ ๆ ได้

6.4 ผลการทดลองใช้ชุดทดสอบกับภาชนะบรรจุคงรูป จะใช้ชุดทดสอบต้นแบบทดสอบกับภาชนะบรรจุ 3 แบบคือ ขวด PE ปริมาตร 325 ml (ภาพที่ 75 ก) ขวด PE ปริมาตร 250 ml (ภาพที่ 75 ข) และ ถ้วย PE ปริมาตร 250 ml (ภาพที่ 75 ค) ทดสอบตัวอย่างละ 3 ชั่วโมง ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 13 การใช้ชุดทดสอบต้นแบบทดสอบกับภาชนะบรรจุคงรูปไม่ได้ทดสอบเปรียบเทียบค่ากับเครื่องอื่น เพราะไม่มีเครื่องมือใช้เปรียบเทียบ



ก) ขวด PE 325 ml  
หนาเฉลี่ย 1.260 mm



ข) ขวด PE 250 ml  
หนาเฉลี่ย 0.475 mm



ค) ถ้วย PE 250 ml  
หนาเฉลี่ย 0.320 mm

ภาพที่ 76 ภาพแสดงตัวอย่างภาชนะบรรจุทรงรูปที่ใช้ในการทดลอง

ตารางที่ 14 ผลการทดลองใช้ชุดทดสอบต้นแบบตรวจสอบอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน  
สำหรับขวด ที่  $25 \pm 2^{\circ}\text{C}$ , 0%RH

ครั้งที่	ค่าอัตราการซึมผ่านของออกซิเจนผ่านภาชนะบรรจุ ( $\text{cm}^3 / \text{pkg} \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$ )		
	ขวด PE 325 ml หนาเฉลี่ย 1.260 mm	ขวด PE 250 ml หนาเฉลี่ย 0.475 mm	ถ้วย PE 250 ml หนาเฉลี่ย 0.320 mm
1	2.29	1.93	3.39
2	2.32	2.03	3.2
3	2.47	1.89	3.03
ค่าเฉลี่ย	2.36	1.95	3.20
ค่าความแปรปรวน	0.0964	0.0721	0.1800

ผลการใช้ชุดทดสอบกับตัวอย่างภาชนะบรรจุทรงรูป แสดงให้เห็นว่าชุดจับยึดภาชนะบรรจุทรงรูปสามารถใช้ได้ทั้งภาชนะบรรจุปากกว้างและปากแคบ โดยไม่เกิดการรั่ว ค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สผ่านภาชนะบรรจุทรงรูป ที่ตรวจวัดได้มีความแตกต่างกัน สอดคล้องกับขนาดของภาชนะบรรจุ ถ้าภาชนะบรรจุมีปริมาตรมาก ค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนจะมากด้วย

ภาชนะบรรจุที่ใช้ในการทดสอบทั้ง 3 แบบ ทำมาจากพลาสติกชนิดเดียวกัน คือ PE แต่มีขนาดและรูปร่างแตกต่างกัน และเป็นภาชนะบรรจุที่สามารถหาได้โดยทั่วไป ไม่ได้มีการผลิตเฉพาะเพื่อการทดสอบ พบว่าค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านภาชนะบรรจุทรงรูป ของขวด PE ขนาด 325 ml หนาเฉลี่ย 1.260 mm ได้  $2.36 \pm 0.0964 \text{ cm}^3/\text{pkg.day.atm}$  ขวด PE ขนาด 250 ml หนาเฉลี่ย 0.475 mm ได้  $1.95 \pm 0.0721 \text{ cm}^3/\text{pkg.day.atm}$  และ ถ้วย PE ขนาด 250 ml หนาเฉลี่ย 0.320 mm ได้  $3.20 \pm 0.1800 \text{ cm}^3/\text{pkg.day.atm}$

ขวดปริมาตร 325 ml มีอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน มากกว่าขวดปริมาตร 250 ml แต่ถ้วยปริมาตร 250 ml ที่มีปริมาตรเท่ากับขวดปริมาตร 250 ml แต่มีอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนมากกว่า เนื่องจากความหนาของถ้วยต่ำกว่าขวด ค่าที่ได้แม้ไม่มีการเปรียบเทียบผลกับอุปกรณ์อื่นๆ แต่ค่าอัตราการซึมผ่านที่ตรวจวัดได้ก็สอดคล้องกับปริมาตรและความหนาเฉลี่ยของขวดตัวอย่าง แสดงให้เห็นว่าสามารถใช้ชุดทดสอบต้นแบบตรวจวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านภาชนะบรรจุทรงรูปได้

## สรุปและข้อเสนอแนะ

### สรุป

ผลงานจากงานวิจัย สามารถสร้างชุดทดสอบต้นแบบตรวจวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊สผ่านตัวอย่างฟิล์มและภาชนะบรรจุทรงรูป โดยใช้หลักการวัดแบบไอโซสแตติก และใช้เครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography) ในการตรวจสอบแก๊ส ชุดทดสอบประกอบด้วยชุดฝา 2 ชุด สำหรับฟิล์ม และภาชนะบรรจุทรงรูป แต่ชุดฐานร่วมกัน เป็นการประหยัดต้นทุนการผลิต การที่จะออกแบบชุดฐานเพื่อให้สามารถใช้ได้กับตัวอย่างทั้ง 2 ชนิดดังกล่าว จะใช้วาล์ว 3 ทางเป็นตัวเลือกรูปแบบของตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ หลักการของชุดทดสอบ เป็นการสร้างสภาพให้เกิดความแตกต่างความดันย่อยของแก๊ส ระหว่างห้องสองห้อง ที่ถูกแยกออกจากกันโดยตัวอย่างฟิล์มหรือภาชนะบรรจุทรงรูป แก๊สจะซึมผ่านจากความดันย่อยสูงไปต่ำ การจับยึดตัวอย่างฟิล์ม จะใช้ชุดฝาสำหรับฟิล์มที่มีซีลวงแหวนกดฟิล์มเข้ากับชุดฐาน แต่การจับยึดตัวอย่างภาชนะบรรจุทรงรูป จะใช้อุปกรณ์จับยึดตัวอย่างภาชนะบรรจุทรงรูปที่ได้ออกแบบ สำหรับตัวอย่างภาชนะบรรจุทรงรูปที่มีปากแคบและกว้าง ได้แก่ ขวด หรือ ถ้วย โดยติดตั้งอุปกรณ์ดังกล่าวเข้ากับชุดฐาน

การทดสอบมีอยู่ 2 ขั้นตอนตามลำดับดังนี้ คือ การไล่อากาศออกจากระบบ จะปล่อยให้แก๊สในโตรเจนไหลผ่านทั้งสองห้อง จนแก๊สออกซิเจนถูกไล่ออกไปจนหมด จึงเปลี่ยนเป็นระบบการทดสอบ โดยห้องด้านหนึ่ง จะมีแก๊สออกซิเจนไหลผ่าน แต่ห้องด้านที่เหลือ จะมีแก๊สในโตรเจนไหลผ่าน การเปลี่ยนระบบดังกล่าวจะใช้วาล์ว 3 ทาง โดยที่ความดัน และอัตราการไหลของแก๊สผ่านห้องทั้งสองต้องเท่ากัน พบว่าตำแหน่งของวาล์วปรับอัตราการไหลเป็นปัจจัยสำคัญต่อเวลาที่ใช้ไล่แก๊สภายในระบบ โดยวาล์วนี้ต้องอยู่หลังวาล์ว 3 ทางที่ใช้สำหรับเลือกระบบไล่อากาศออกจากระบบ หรือทดสอบ

การทดลองใช้ชุดทดสอบต้นแบบหาอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนซึมผ่านฟิล์ม 3 ชนิด คือ NYLON/LLDPE หนา  $30\ \mu\text{m}$  และ CPP หนา  $25\ \mu\text{m}$  และ LLDPE หนา  $20\ \mu\text{m}$  ได้  $1,668 \pm 111$ ,  $4,363 \pm 28$  และ  $8,732 \pm 201\ \text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$  ตามลำดับ ค่าที่ได้มีความแตกต่างกันสอดคล้องกับชนิดของฟิล์มที่แตกต่างกัน แสดงให้เห็นว่าชุดทดสอบสามารถทำงานได้

เมื่อมีการเปรียบเทียบค่าที่ตรวจวัดได้จากชุดทดสอบกับเครื่อง Illinois 8500 เพื่อการประเมินความถูกต้องและแม่นยำ พบว่า อัตราการซึมผ่านของฟิล์ม CPP และ LLDPE มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ( $p < 0.05$ ) ส่วนฟิล์ม NYLON/LLDPE ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ แต่เมื่อพิจารณาจากค่าที่ตรวจวัดได้นั้น มีค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์มอยู่ในช่วงเดียวกัน ในอุตสาหกรรมทางการบรรจุ ถือว่าความแตกต่างของค่าดังกล่าวไม่ส่งผลกระทบต่อคุณภาพของผลิตภัณฑ์ อย่างมีนัยสำคัญ ปัญหาเรื่องความเที่ยงตรงเกิดมาจากการเตรียมแก๊สมาตรฐานสำหรับสร้างกราฟเทียบค่า มีความผิดพลาดในช่วงความเข้มข้นสูง เมื่อนำกราฟดังกล่าวไปเทียบค่า จึงไม่มีความเที่ยงตรงเช่นเดียวกันซึ่งจะต้องมีการแก้ไขต่อไป

หลังจากทดสอบตัวอย่างฟิล์มทั้งหมด 3 ชนิดที่กล่าวมาเบื้องต้น สรุปช่วงพิกัดของชุดทดสอบต้นแบบที่สามารถใช้ตรวจวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านฟิล์มได้อยู่ในช่วง  $1,500-9,000 \text{ cm}^3 / \text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$

ผลจากการใช้ชุดทดสอบต้นแบบกับตัวอย่างภาชนะบรรจุทรงรูป 3 ประเภท คือ ขวด PE ปริมาตร 325 ml ความหนาเฉลี่ย 1.260 mm ขวด PE ปริมาตร 325 ml ความหนาเฉลี่ย 0.475 mm และ ถ้วย PE ปริมาตร 250 ml ความหนาเฉลี่ย 0.320 mm ได้ค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนผ่านภาชนะบรรจุ  $2.36 \pm 0.0964$ ,  $1.95 \pm 0.0721$  และ  $3.20 \pm 0.1800 \text{ cm}^3 / \text{pkg} \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$  ตามลำดับ ซึ่งค่าที่ตรวจวัดได้สอดคล้องกับปริมาตรและความหนาเฉลี่ยของขวดตัวอย่าง แสดงให้เห็นว่าอุปกรณ์จับยึดตัวอย่างสามารถจับยึดตัวอย่างสามารถทำงานได้อย่างดีไม่เกิดการรั่ว และชุดทดสอบต้นแบบสามารถนำไปพัฒนาเพิ่มเติม เพื่อให้มีความถูกต้องแม่นยำของการตรวจวัดมากยิ่งขึ้นได้

### ข้อเสนอแนะ

ในวิธีการผสมแก๊ส ควรเปลี่ยนวาล์วและอุปกรณ์ที่ใช้ในระบบการเตรียมแก๊สมาตรฐานให้เป็นวาล์วสำหรับใช้กับแก๊สโดยเฉพาะ หลังจากปรับปรุงด้านอุปกรณ์แล้ว จัดหาแก๊สมาตรฐานที่มีความเข้มข้นถูกต้อง มาตรฐานกับเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี ผสมแก๊สที่มีความเข้มข้นต่างๆ โดยวิธีการผสมแก๊ส จากอุปกรณ์ภายหลังการแก้ไข เปรียบเทียบค่าที่ได้จากวิธีการผสมแก๊ส กับค่าที่ได้จากแก๊สมาตรฐานที่มีความเข้มข้นถูกต้อง เพื่อใช้สำหรับการตรวจสอบและพัฒนาวิธีการผสมแก๊ส ให้ได้มาตรฐานยิ่งขึ้น เมื่อปรับปรุงอุปกรณ์และวิธีการผสมแก๊สให้ได้มาตรฐาน เราสามารถใช้วิธีการผสมแก๊ส ไปใช้ผสมแก๊สผสมชนิดอื่นๆ ได้

จัดหาแก๊สมาตรฐานที่มีความเข้มข้นถูกต้องที่ความเข้มข้นต่างกัน ไปวิเคราะห์และสร้างกราฟมาตรฐานใหม่ ใช้สำหรับการเทียบค่าของเครื่องวิเคราะห์แก๊ส เพื่อให้ค่าที่ได้จากการตรวจสอบแก๊สตัวอย่างมีความถูกต้องแม่นยำยิ่งขึ้น

ควรทำการเปรียบเทียบปรับค่า (calibration) ของชุดทดสอบ โดยนำฟิล์มที่ทราบค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนอย่างน้อย 3 ค่า (น้อย กลาง มาก) ที่ได้ผ่านการตรวจสอบอัตราการซึมผ่านจากเครื่องตรวจสอบอัตราการซึมผ่านที่มีความแม่นยำสูงมาก ได้แก่ เครื่องออกซ์ทราน 2/20 (Mocon Ox-tran 2/20) นำฟิล์มดังกล่าวมาตรวจสอบอัตราการซึมผ่านกับชุดทดสอบ นำค่าที่ตรวจสอบได้ไปเขียนกราฟระหว่างอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนของฟิล์มจากเครื่องที่แม่นยำ กับค่าที่อ่านได้จากชุดทดสอบ แล้วหาความชันของกราฟ กราฟเปรียบเทียบปรับค่าของชุดทดสอบนี้จะใช้เป็นตัวปรับค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน ที่วัดได้จากชุดทดสอบต้นแบบ ให้มีค่าแม่นยำยิ่งขึ้น

ความสะดวกต่อการใช้งาน การใช้งานของชุดทดสอบต้นแบบมีอยู่ 2 รูปแบบคือ ใช้ชุดทดสอบตัวอย่างฟิล์ม และตัวอย่างภาชนะบรรจุรูป การใช้ชุดทดสอบทั้งสองรูปแบบนั้น มีปัญหาเนื่องจากน้ำหนักของฝาที่ใช้ปิดในขณะที่ทำการทดสอบ ฝาทั้งสอง (ฝาสำหรับฟิล์มและฝาสำหรับภาชนะบรรจุ) ผลิตมาจากเหล็กไร้สนิม จึงมีน้ำหนักมาก ทำให้ผู้ที่ใช้ชุดทดสอบต้องออกแรงยกฝาทั้งสองขณะทำการเปิดหรือปิดฝา ระหว่างการทดสอบ ควรปรับปรุงโดยเลือกใช้วัสดุที่มีน้ำหนักเบา และไม่ทำปฏิกิริยากับแก๊สที่นำมาทดสอบ

การวัดอัตราการไหลของแก๊สในระบบชุดทดสอบ ยังทำได้ไม่ค่อยสะดวกนัก เนื่องจากใช้มาตรวัดความอัตราการไหลของแก๊สแบบฟองอากาศ (soap-bubble flow meter) มาตรวัดดังกล่าวมีความละเอียดไม่มากนัก ทำให้อัตราการไหลที่ปรับตั้งไม่เป็นไปตามค่าที่ต้องการ ควรพัฒนาไปใช้วาล์วที่มีระบบปรับอัตราการไหลอัตโนมัติ (mass flow control valve)

เปลี่ยนระบบการควบคุมตำแหน่งวาล์ว จากการทำงานด้วยมือ (manual) เป็นวาล์วที่ทำงานด้วยไฟฟ้า (solenoid valve) โดยออกแบบให้มีระบบควบคุมการทำงานของวาล์วด้วยคอมพิวเตอร์ สามารถเปลี่ยนทิศทางของวาล์วระหว่างการทดสอบ โดยตั้งเวลาผ่านโปรแกรมที่เขียนขึ้นมา ควบคุมระบบทดสอบ

ควรมีการดัดแปลงใช้ชุดทดสอบต้นแบบไปใช้กับสารซึมผ่านชนิดอื่นที่มีผลกระทบต่อคุณภาพของผลิตภัณฑ์ที่ถูกบรรจุ ได้แก่ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ เป็นต้น โดยเลือกอุปกรณ์สำหรับการวิเคราะห์ให้เหมาะสมกับสารซึมผ่านที่ต้องการตรวจสอบ

แนวทางการเพิ่มประสิทธิภาพของเครื่อง อาจจะใช้เครื่องตรวจวัดแบบเทอร์มัลคอนดักติวิตีขนาดเล็ก (micro TCD) ต่อโดยตรงกับระบบของชุดทดสอบคล้ายคลึงของวิธี Al-Ati *et al.* สำหรับวิธีนี้ต้องมิงบประมาณ สำหรับการจัดซื้อเครื่องตรวจวัดดังกล่าวค่อนข้างสูง แต่จะมีความสะดวกและแม่นยำดีกว่า

## เอกสารและสิ่งอ้างอิง

วณีย์ ชนเห็นชอบ. 2549. เอกสารประกอบการสอนวิชา 053522 สภาพซีมผ่านได้และอายุการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์. คณะอุตสาหกรรมเกษตร มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, กรุงเทพฯ

Agilent., 2002. **Fundamentals of gas chromatography**. Wilmington, Delaware. USA

Al-Ati, T. Garza, J. and J.H. Hotchkiss 2003. Simple universal permeation apparatus. **Packag. Technol. Sci.** 16:249-257.

American society for testing materials, 2000. **Standard practice for conditioning plastics for testing**. ASTM D618-00.

\_\_\_\_\_ 2002. **Standard test method for oxygen transmission rate through dry packages using a coulometric sensor**. ASTM F-1307-02.

Auras, R.A. 2002. **Laboratory 4: Permeability of volatile organic vapors through plastics packaging materials by the quasi-isostatic and isostatic test procedures**. Laboratory Manual. Available Source: <http://www.msu.edu/~aurasraf/PKG815.Lab4.pdf>, March 27, 2002.

\_\_\_\_\_ and K. Tanprasert. 2002. **Permeation of water vapor, carbon dioxide, and oxygen in polymeric materials**. Permeability Theory Handout. Available Source: <http://www.msu.edu/%7Eaurasraf/Permeabilitytheoryhandout.pdf>, March 27, 2002.

Brody, A.L. and K.S. Marsh. 1997. **The Wiley Encyclopedia of Packaging Technology**. 2<sup>nd</sup> ed. John Wiley and Sons, Inc., NewYork.

Hanlon, J.F., H.E. Forcinio, and R.J. Kelsey, 1998. **Handbook of package engineering**. 3<sup>rd</sup> ed. Technomic publishing company, Inc., Lancaster.

Hernandez, R.J, E. M. Susan Selke and Culter J. D. 2000. **Plastic packaging : properties, processing, applications, and regulations**. Munich: Hanser Publishers.

\_\_\_\_\_ and R. Gavara. 1999. **Plastic Packaging Methods for Studying Mass Transfer Interactions**. Pira international. United Kingdom.

\_\_\_\_\_ and R. Giacin. 1998. Factors affecting permeation sorption, and migration processes in package-product systems. In: **Food Storage Stability**, Chapter ten. Edited by T.Taub and R. Singh. CRC Press, Boca Raton, Florida.

International standard organization, 2003. **Plastic film and sheeting determination of gas-transmission rate part 2 equal-pressure method**. ISO 15105-2:2003(E).

Karel, M., P. Issenberg, L. Ronsivalli, and V. Jurin. 1963. Application of gas chromatography to the measurement of gas permeability of packaging materials. **Food Technol.**16:91-94

Loudenslagel, K.D. and F. William. 1970. Whole-package transmission test. **Modern Packag.** 43(9): 78-80.

Mocon, 2002. **OX-TRAN Model 2/21 The Standard for Oxygen Transmission Rate Testing of Flat Films & Finished Packages**. Permeation Information. Available Source: <http://www.mocon.com/permeation.info/pdf/ox-tran%202.21.pdf>

Robertson, G.L. 1992. **Food packaging : principles and practice**. Marcel Decker, NewYork.

The Society of the Plastics Industry, 1992. **Technical bulletin method for determining oxygen permeability of plastic bottles.** Business. Available Source:

<http://plasticsindustry.org/business/pdfs/pbi-25.pdf>, December 10, 2002.

Van Willige, RWG., JPH. Linssen and AGJ. Voragen. 2000. Influence of food matrix on adsorption of flavor compounds by linear low-density polyethylene: proteins and carbohydrates. **J. Sci Food Agric.** 80:1779-1789.

ภาคผนวก

**ภาคผนวก ก**

มาตรฐานที่ใช้ในการตรวจวัดอัตราการซึมผ่าน

# Plastics — Film and sheeting — Determination of gas-transmission rate —

## Part 2: Equal-pressure method

### 1 Scope

This part of ISO 15105 specifies a method for the determination of the gas-transmission rate of any plastic material in the form of film, sheeting, laminate, co-extruded material or flexible plastic-coated material.

Specific examples, currently in use, of the method are described in the annexes.

### 2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 4593:1993, *Plastics — Film and sheeting — Determination of thickness by mechanical scanning*

### 3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

#### 3.1

##### gas-transmission rate

##### GTR

volume of gas passing through a plastic material, per unit area and unit time, under unit partial-pressure difference between the two sides of the material

NOTE When the gas used is oxygen, the value obtained is the oxygen-transmission rate (O<sub>2</sub>GTR).

#### 3.2

##### gas permeability

##### coefficient of gas permeability

##### $P$

volume of gas passing through a plastic material of unit thickness, per unit area and unit time, under unit partial-pressure difference between the two sides of the material

NOTE 1 The theoretical value of  $P$  is given by the equation

$$P = \text{GTR} \times d$$

where

$P$  is expressed in mole metres per square metre second pascal [mol·m/(m<sup>2</sup>·s·Pa)];

## ISO 15105-2:2003(E)

GTR is expressed in moles per square metre second pascal [ $\text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$ ];

$d$  is the average thickness of the specimen, expressed in metres.

NOTE 2 Although  $P$  is a physical property of a polymeric material, differences in film preparation affecting polymer orientation and crystal structure will have an effect on the permeation properties.

## 4 Principle

A test specimen is mounted in a gas-transmission cell (see Figures A.1 and B.1) so as to form a sealed barrier between two chambers. One chamber is slowly swept with a carrier gas. The second chamber is fed with the test gas. The total pressure is identical (atmospheric) in each chamber but, since the partial pressure of the test gas is higher in the second chamber, the test gas permeates through the barrier into the carrier gas in the first chamber.

The test gas which permeates through the specimen is carried by the carrier gas to a sensor the nature of which will depend on the material under test and the test gas used.

## 5 Test specimens

5.1 Test specimens shall be representative of the material under investigation, free from shrivelling, folds and pinholes, and of uniform thickness. They shall be larger than the gas-transmission area of the measurement cell and be capable of being mounted airtight.

5.2 Use three specimens unless otherwise specified or agreed upon among the interested parties.

5.3 Mark the side of the material facing the permeating gas.

NOTE In principle, the test should replicate the actual conditions of use, with the permeating gas passing from the inside to the outside of e.g. packaging material, or *vice versa*.

5.4 Measure the thickness of each specimen in accordance with ISO 4593, to the nearest  $1 \mu\text{m}$ , at at least five points distributed over the entire test area, and record the minimum, maximum and average values.

## 6 Conditioning and test temperature

### 6.1 Conditioning

The specimens shall be

- either dried for not less than 48 h at the same temperature as that at which the test is to be carried out, using calcium chloride or another suitable drying agent in a desiccator;
- or conditioned at the temperature and humidity specified for the test for a length of time appropriate to the nature of the material under test.

### 6.2 Test temperature

Carry out the test in a room kept at  $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ , unless otherwise specified.

## 7 Apparatus and materials

### 7.1 General

Figures A.1 and B.1 show examples of apparatus for determining gas-transmission rate.

The apparatus consists of a gas-transmission cell designed to allow a test gas to permeate through a specimen, a sensor to measure the amount of test gas which has permeated through the specimen, and gas-conditioning devices and flowmeters for the test gas and carrier gas.

### 7.2 Test gas

The test gas may be either a single gas, or a mixture of gases.

In the first case, the pressure of the gas shall be equal to atmospheric pressure.

In the second case, the pressure of the gas shall also be atmospheric and the partial pressure of each individual component will be determined by its concentration in the mixture.

### 7.3 Transmission cell

**7.3.1** The transmission cell is divided into two chambers by a test piece, cut from the sheet of material under test, to allow permeation of the test gas (see 1 in Figures A.1 and B.1).

**7.3.2** The test gas flows, under defined conditions, into chamber A and leaves this chamber through a suitably dimensioned outlet at ambient atmospheric pressure.

**WARNING** — Appropriate precautions should be taken with respect to the use, recovery, recycling and/or disposal of hazardous gases (toxic gases, flammable gases, etc.).

**7.3.3** A carrier gas flows through the other chamber (chamber B) of the cell, under defined conditions, such that the pressure difference between the two chambers is as low as possible to prevent distortion of the test piece.

**7.3.4** The shape of the cell shall be such that the test specimen is swept on both sides by laminar gas flows.

In particular, the ratio of the effective permeation area to the volume of each chamber shall be such that the velocity of each gas is lower than a specified limit, depending on the shape of the cell.

**7.3.5** The effective permeation area shall be adapted according to the range of values to be determined. It is generally between 1 cm<sup>2</sup> and 150 cm<sup>2</sup>.

The effective permeation area of the test specimen may be reduced by means of a mask placed between the two chambers. In this case, the mask shall be glued on the test specimen and carefully checked for leaks, which would affect the measurements.

**7.3.6** When the cell is fitted with gaskets, the material used for the gaskets shall have a gas-transmission rate which is negligible compared to that expected for the material under test.

ISO 15105-2:2003(E)

#### 7.4 Detection and measurement

Of several different methods available for measuring the amount of gas permeating through a specimen, two such methods are described in the annexes:

- Annex A: coulometric sensor (for oxygen-transmission rate);
- Annex B: chromatographic sensor.

NOTE The method used will depend on:

- the permeability of the material to the test gas;
- the sensitivity required.

### 8 Diffusion conditions

Unless otherwise specified, the test gas and the carrier gas shall be conditioned under one of the sets of conditions of temperature and relative humidity given in Table 1.

Table 1 — Conditions for diffusion

Set of conditions	Temperature °C	Relative humidity %
1	23	0
2	23	50
3	23	60
4	23	75
5	23	85
6	10	85

NOTE 60 % is the relative humidity normally used for conditioning when using a test gas at 0 % RH and a carrier gas at 100 % RH.

### 9 Procedure

- 9.1 Remove a test specimen from the conditioning atmosphere.
- 9.2 Insert the specimen in the cell.
- 9.3 Inspect the specimen for visual defects such as creases made during insertion.
- 9.4 Connect the cell to the sensor.
- 9.5 Using the two valves immediately upstream of the cell, allow the carrier gas to flow through both chambers, A and B. The gas flow rate is generally set at between 5 ml/min and 100 ml/min.
- 9.6 Inspect the apparatus for leaks, then purge the apparatus completely, taking into account possible desorption from the specimen. Continue to purge the apparatus until a constant signal is received from the sensor.



9.7 Once a constant signal has been obtained, record this value as the zero value.

NOTE The time taken for the apparatus to stabilize may vary from less than one hour to several hours, depending on the material under test, its thickness and the test conditions.

9.8 Allow the test gas to flow into chamber A, under the specified conditions of flow, temperature and humidity. The gas flow rate is generally set at between 5 ml/min and 100 ml/min.

9.9 Proceed until a constant signal is obtained. Record this signal.

9.10 Repeat with the remaining specimens.

## 10 Expression of results

See Clause A.6 or B.7, depending on the method used.

## 11 Precision

The precision of these methods is not known because interlaboratory data are not available. When interlaboratory data are obtained, a precision will be added at the following revision.

## 12 Test report

See Clause A.7 or B.8, depending on the method used.

## Annex A (normative)

### Method for the determination of the oxygen-transmission rate using a coulometric sensor

#### A.1 General

This method is used to determine the amount of oxygen permeating through the material, using a coulometric sensor which measures the amount of oxygen which has permeated through the material and been carried out of the cell by the carrier gas.

The sensor generates an electric current proportional to the amount of oxygen flowing through the sensor per unit time.

#### A.2 Apparatus

Figure A.1 shows a typical apparatus.

Valve 12 bypasses the sensor (9), thus avoiding the cell (1) being swamped with air when the test specimen (2) is being placed in the cell. The valves (7) immediately upstream of the transmission cell allow either carrier gas or test gas to be passed into chamber A of the cell. The catalyst bed (11) is intended to eliminate any traces of oxygen which might be present in the carrier gas.

NOTE Any other suitable means of removing oxygen from the carrier gas is acceptable.

#### A.3 Carrier gas and test gas

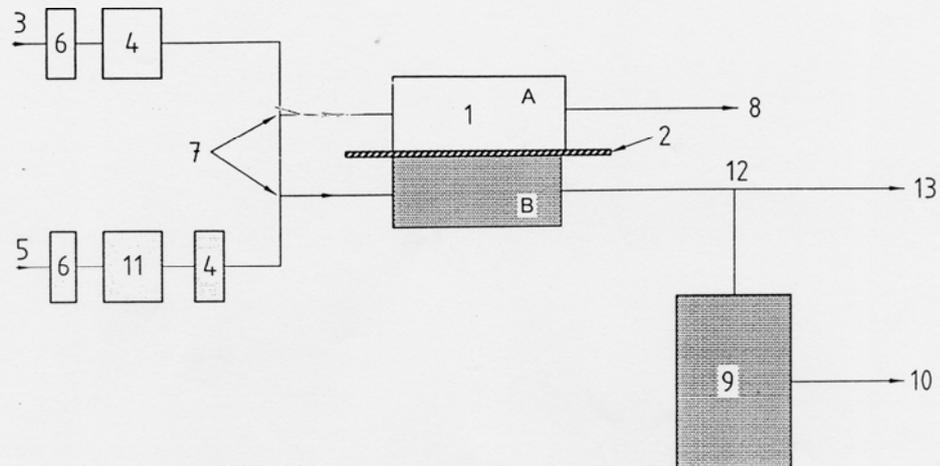
A.3.1 The carrier gas shall be a mixture of dry nitrogen with 0,5 % to 3 % by volume of hydrogen. The volume fraction of oxygen in the carrier gas shall not exceed 100 µl/l.

A.3.2 The test gas shall be dry oxygen containing at least 99,5 % by volume of O<sub>2</sub>.

NOTE For materials with a high permeability to oxygen, a mixture of nitrogen and oxygen, such as air (21 % oxygen), may be used. It is also possible to decrease the effective permeation area of the specimen by means of a mask as indicated in 7.3.5.

A.3.3 Gas-conditioning devices (see 4 in Figure A.1) shall be placed upstream of the cell in order to achieve one of the sets of conditions given in Table 1. Devices for monitoring the humidity of the gases may be fitted in the carrier and/or test gas circuits.

ISO 15105-2:2003(E)

**Key**

- |   |   |    |   |
|---|---|----|---|
| 1 | transmission cell with chambers A and B | 8  | oxygen outlet (or carrier gas outlet when purging)                  |
| 2 | specimen                                | 9  | coulometric sensor for measurement of O <sub>2</sub> in carrier gas |
| 3 | oxygen inlet                            | 10 | carrier gas outlet  |
| 4 | gas-conditioning device                 | 11 | catalyst bed, to eliminate traces of O <sub>2</sub> in carrier gas  |
| 5 | carrier gas inlet                       | 12 | 3-way valve   |
| 6 | flowmeter                               | 13 | carrier gas outlet when purging the chambers                        |
| 7 | 3-way valves                            |    |   |

Figure A.1 — Typical example of apparatus for determination of oxygen-transmission rate using a coulometric sensor

**A.4 Calibration**

It is recommended that the sensor be checked periodically against known reference materials.

**NOTE** The oxygen sensor used in this method is a coulometric device that yields a linear output as predicted by Faraday's law. In principle, the sensor produces four electrons for each molecule of oxygen passing into it. Considering that the sensor is known to have a basic efficiency of 95 % to 98 %, it may be considered an intrinsic standard that does not require calibration, and this method can thus be used as a reference method. However, a sensor may be damaged or may become depleted to the extent that efficiency and response are impaired.

ISO 15105-2:2003(E)

## A.5 Procedure

**A.5.1** Insert a test specimen, conditioned as indicated in Clause 6, into the transmission cell as indicated in Clause 9, and adjust the test conditions to the values applicable to the material and the specification.

**A.5.2** Purge both chambers (A and B), setting the carrier gas flow rate at the following value:

5 ml/min to 25 ml/min for 30 min.

For materials of very low permeability, increase the purge time, setting the carrier gas flow rate at the following values:

25 ml/min to 50 ml/min for the first 3 min to 4 min;

then 5 ml/min to 25 ml/min for the next 30 min.

**A.5.3** Inspect the apparatus for leaks.

**A.5.4** The electric current generated by the sensor is measured by passing it through a shunt fitted in parallel with a voltage-measuring device. Wait until the sensor signal stabilizes and record this value as the zero value.

**A.5.5** Reset the two valves (7) immediately upstream of the cell to allow oxygen to pass through chamber A and wait until a constant signal is obtained. Record the value of this signal.

While some thin films with high transmission rates may reach equilibrium in 30 min to 60 min, thicker or more complex materials may require several hours to reach a steady state of oxygen transmission. Record the time required in the test report.

**A.5.6** Repeat the procedure with the remaining specimens.

## A.6 Expression of results

### A.6.1 Oxygen-transmission rate

The oxygen-transmission rate is calculated using the following equation:

$$O_2GTR = \frac{k(U - U_0)}{A} \times \frac{p_a}{p_O}$$

where

$O_2GTR$  is the oxygen-transmission rate, expressed in moles per square metre second pascal [ $\text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$ ];

$U$  is the voltage for the specimen, expressed in volts;

$U_0$  is the zero-value voltage, expressed in volts;

$k$  is the calibration constant for the apparatus;

$p_a$  is the ambient atmospheric pressure, expressed in pascals;

$p_O$  is the partial pressure of oxygen in the test gas, expressed in pascals;

$A$  is the effective permeation area, expressed in square metres.

**NOTE** In practice, the voltages  $U$  and  $U_0$  include the calibration constant for the apparatus.

### A.6.2 Oxygen permeability, or coefficient of oxygen permeability

The gas permeability, or coefficient of permeability,  $P$  is a physical characteristic of a polymer material, only depending on the test gas and the test conditions.

The theoretical value of  $P$  is given by the equation:

$$P = O_2\text{GTR} \times d$$

where

$P$  is the oxygen permeability, or the coefficient of oxygen permeability, expressed in mole metres per square metre second pascal [(mol·m)/(m<sup>2</sup>·s·Pa)];

$O_2\text{GTR}$  is the oxygen-transmission rate, expressed in moles per square metre second pascal [mol/(m<sup>2</sup>·s·Pa)];

$d$  is the thickness of the specimen, expressed in metres.

NOTE 1  $O_2\text{GTR}$  is generally expressed in cubic centimetres per square metre 24 h [cm<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>·24 h)], the volume of the gas being converted to standard conditions.

NOTE 2  $P$  is often expressed in cubic centimetre millimetres per square metre 24 h atmosphere [(cm<sup>3</sup>·mm)/(m<sup>2</sup>·24 h atm)]

NOTE 3  $d$  used to be expressed in millimetres.

### A.7 Test report

The test report shall include at least:

- a) a reference to this part of ISO 15105;
- b) all details necessary for identification of the test apparatus used (make, manufacturer, etc.);
- c) a description of the test specimens, including:
  - a description of the sample from which the specimens were taken, i.e. film, sheeting, laminate, etc..
  - the method of preparation, i.e. cast, blown, laminated, etc.,
  - identification of the two sides, if they were different, and a statement as to which side was facing the oxygen;
- d) the number of specimens tested;
- e) the average, minimum and maximum thickness of each specimen;
- f) details of test specimen conditioning;
- g) the effective permeation area;
- h) the temperature of the specimen during the test;
- i) the barometric pressure at the time of the test;
- j) the partial pressure of oxygen in chamber A, and a statement as to how it was determined (see A.3.2);
- k) the rate of flow of the carrier gas during the test;

## ISO 15105-2:2003(E)

- l) the time taken to reach the steady state after introduction of oxygen into chamber A of the transmission cell;
- m) the value obtained for the oxygen-transmission rate (and also the permeability  $P$  if required) for each specimen tested;
- n) the date of the test.

## Annex B (normative)

### Detection by gas chromatography

#### B.1 General

This method is used for the determination of the gas-transmission rate of various gases or mixtures of gases using a gas chromatograph with columns suited to the nature of the gas or gases concerned.

#### B.2 Principle

Gas molecules which permeate through the test specimen in the transmission cell are carried by the carrier gas to a sampling loop which allows the total contents of the sampling loop to be injected repeatedly into a gas chromatograph.

The peaks in the chromatogram obtained are compared with a calibration graph prepared from chromatograms produced using calibration standards.

**NOTE** Automatic injection valves may induce a pressure back-up and hence an overpressure in the transmission cell. In such cases, it is necessary to compensate for this overpressure to avoid the test specimen being distorted.

Figure B.1 shows a typical apparatus.

#### B.3 Chromatograph

##### B.3.1 General

Various gas-chromatographic columns and detectors are suitable, depending on the test gas involved. Some are described here. Other columns and detectors may be used for specific test gases or to ensure the required sensitivity.

##### B.3.2 Packed column used with thermal-conductivity detector (TCD)

This equipment is applicable to:

- O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> and/or N<sub>2</sub>;
- mixtures of these gases or other gases.

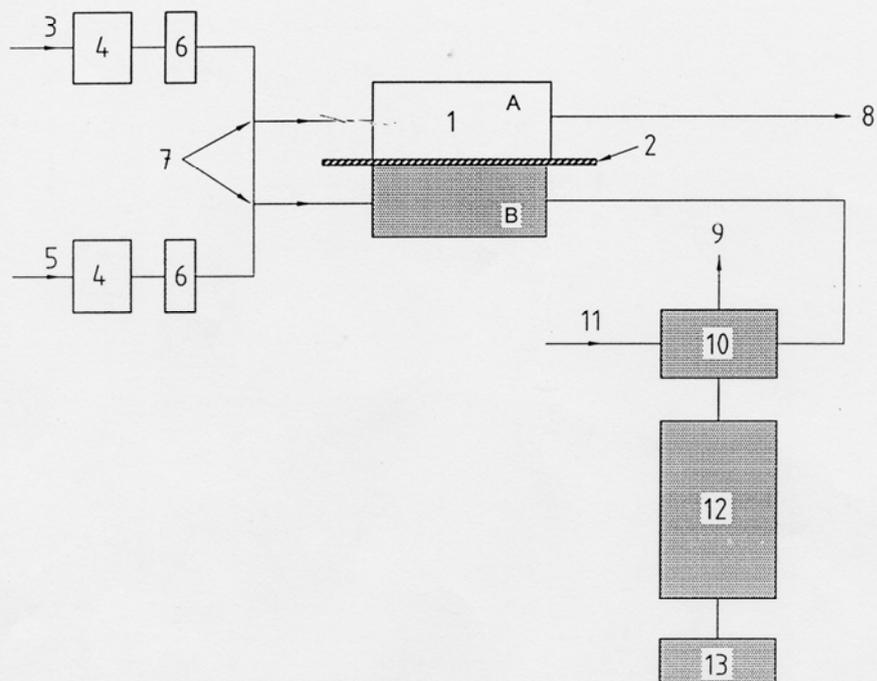
**NOTE** Gas conditioning (see Table 1) may be carried out upstream of the transmission cell, but it is not advisable to condition the carrier gas when using a TCD sensor.

##### B.3.3 Packed column used with flame-ionization detector (FID)

This equipment is applicable to:

- CO<sub>2</sub> where high sensitivity is required, the chromatograph being fitted with an upstream methanization oven;
- various organic gases.

ISO 15105-2:2003(E)

**Key**

- |   |   |    |  |
|---|---|----|--|
| 1 | transmission cell with chambers A and B | 8  | test gas outlet (or carrier gas outlet when purging) |
| 2 | specimen                                | 9  | carrier gas outlet                                   |
| 3 | test gas inlet                          | 10 | sampling loop  |
| 4 | gas-conditioning device                 | 11 | chromatography carrier gas inlet                     |
| 5 | carrier gas inlet                       | 12 | chromatographic column                               |
| 6 | flowmeter                               | 13 | TCD or FID detector                                  |
| 7 | 3-way valves                            |    |  |

Figure B.1 —Typical example of apparatus for determination of gas-transmission rate using gas-chromatographic detection

#### B.3.4 Capillary column used with ionization detector (FID)

This equipment is applicable to high-molecular-mass organic vapours, such as odours or aromas.

In such cases, care shall be taken to avoid condensation of the vapour as it passes through the transmission cell and the chromatographic column and detector.

## B.4 Carrier gas and test gas

- B.4.1** The carrier gas shall be compatible with the detection equipment.
- B.4.2** The concentration of each gas in a mixture of test gases and the purity of the test gas shall be known to within  $\pm 1\%$ .
- B.4.3** Gases shall not contain impurities which may affect the measurements.

## B.5 Calibration graph

### B.5.1 General

A calibration graph may be obtained for the chromatographic column using one of the following methods.

### B.5.2 Method A

- B.5.2.1** Order, from specialized suppliers, gas cylinders containing gas mixtures with known concentrations of the gas of interest and covering a concentration range straddling the expected values of the future measurements.
- B.5.2.2** Connect each gas cylinder in turn upstream of the sampling loop, and record the chromatogram for each under the same conditions.

### B.5.3 Method B

- B.5.3.1** This method is applicable to gases which are not present in air.
- B.5.3.2** Prepare diluted samples, diluted for instance with air, at different levels of concentration in septum-fitted glass bottles.
- B.5.3.3** Using a volumetric syringe, inject a known volume of each of these diluted samples directly onto the column and record the chromatogram for each under the same conditions.

### B.5.4 Preparation of calibration graph

For either method, the chromatograms recorded can be used to produce a graph relating the detector signal to the concentration of the gas of interest in the carrier gas.

## B.6 Procedure

- B.6.1** Carry out the procedure described in Clause 9, feeding the gas which permeates through the test specimen to the sampling loop and injecting samples onto the column in accordance with the chromatograph manufacturer's instructions. Monitor the detector response for the gas of interest, continuing until the detector signal has reached a steady value. Record the time required in the test report.
- B.6.2** Using the integrator of the chromatograph, determine the area of the peak in the chromatogram corresponding to the gas of interest.
- B.6.3** Determine, from the calibration graph prepared in Clause B.5, the concentration of the gas of interest in the carrier gas.
- B.6.4** In parallel, using a calibrated flowmeter (e.g. a soap-bubble flowmeter) determine the flow rate of the carrier gas through the column. This measurement may be performed at the carrier gas outlet (9) after diverting the gas from the column by closing off the sampling loop (10) (see Figure B.1).

ISO 15105-2:2003(E)

## B.7 Expression of results

### B.7.1 Gas-transmission rate

The gas-transmission rate is calculated using the following equation:

$$\text{GTR} = 1440 \times D \times C \times \frac{10^4}{A} \times \frac{p_a}{p_0}$$

where

GTR is the gas-transmission rate of the gas of interest, expressed in moles per square metre second pascal [mol/(m<sup>2</sup>·s·Pa)];

*D* is the carrier gas flow rate, expressed in cubic centimetres per minute;

*C* is the concentration, by volume, of the gas of interest in the carrier gas, as measured from the chromatogram;

*A* is the effective permeation area of the test specimen, expressed in square metres;

*p<sub>a</sub>* is the ambient atmospheric pressure, expressed in pascals;

*p<sub>0</sub>* is the partial pressure of the gas of interest in the test gas, expressed in pascals.

### B.7.2 Gas permeability, or coefficient of gas permeability

The gas permeability, or coefficient of permeability, *P* is calculated using the following equation:

$$P = \text{GTR} \times d$$

where

*P* is the gas permeability, or coefficient of gas permeability, expressed in mole metres per square metre second pascal [(mol·m)/(m<sup>2</sup>·s·Pa)];

GTR is the gas-transmission rate, expressed in moles per square metre second pascal [mol/(m<sup>2</sup>·s·Pa)];

*d* is the average specimen thickness, expressed in metres.

NOTE 1 GTR is generally expressed in cubic centimetres per square metre 24 h [cm<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>·24 h)], the volume of the gas being converted to standard conditions under a pressure of one atmosphere.

NOTE 2 *P* is often expressed in cubic centimetre millimetres per square metre 24 h atmosphere [(cm<sup>3</sup>·mm)/(m<sup>2</sup>·24 h·atm)]

NOTE 3 *d* used to be expressed in millimetres.

## B.8 Test report

The test report shall include at least:

- a reference to this part of ISO 15105;
- all details necessary for identification of the test apparatus used (make, manufacturer, etc.);
- a description of the test specimens, including:



- a description of the sample from which the specimens were taken, i.e. film, sheeting, laminate, etc.,
  - the method of preparation, i.e. cast, blown, laminated, etc.,
  - identification of the two sides, if they were different, and a statement as to which side was facing the oxygen;
- d) the number of specimens tested;
  - e) the average, minimum and maximum thickness of each specimen;
  - f) details of test specimen conditioning;
  - g) the effective permeation area;
  - h) the temperature of the specimen during the test;
  - i) the barometric pressure at the time of the test;
  - j) the nature of the test gas or, if applicable, the composition of the mixture of gases together with a statement as to how the composition was determined;
  - k) the rate of flow of the carrier gas during the test;
  - l) the time taken to reach the steady state after introduction of test gas into chamber A of the transmission cell;
  - m) the value obtained for the gas-transmission rate (and also the permeability  $P$  if required) for each specimen tested;
  - n) the date of the test.



Designation: F 1307 – 02

## Standard Test Method for Oxygen Transmission Rate Through Dry Packages Using a Coulometric Sensor<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation F 1307; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

### 1. Scope

1.1 This test method covers a procedure for the determination of the steady-state rate of transmission of oxygen gas into packages. More specifically, the method is applicable to packages that in normal use will enclose a dry environment.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:

- D 1434 Test Method for Determining Gas Permeability Characteristics of Plastic Film and Sheeting<sup>2</sup>
- D 1898 Practice for Sampling of Plastics<sup>3</sup>
- D 3985 Test Method for Oxygen Gas Transmission Rate Through Plastic Film and Sheeting Using a Coulometric Sensor<sup>2</sup>
- E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method<sup>4</sup>

### 3. Terminology

#### 3.1 Definitions of Terms Specific to This Standard:

3.1.1 *oxygen gas transmission rate (O<sub>2</sub>GTR)*—as applied to a package, is the quantity of oxygen gas passing through the surface of the package per unit of time.

3.1.1.1 *Discussion*—The SI unit of transmission rate is the mol/pkg·s. The test conditions, including temperature, oxygen partial pressure and humidity on both sides of the package, must be stated. A commonly used unit of O<sub>2</sub>GTR is the cm<sup>3</sup>(STP)/pkg·d, where 1 cm<sup>3</sup>(STP) is  $44.62 \times 10^{-6}$  mol, 1 atm is 0.1013 mPa, and one day is 86 400 s.

3.1.2 *oxygen permeability coefficient (PO<sub>2</sub>)*—the product of the permeance and thickness of the barrier.

3.1.2.1 *Discussion*—The permeability is meaningful only for homogenous materials, in which case it is a property characteristic of the bulk material. This quantity should not be used unless the relationship between thickness and permeance has been verified in tests using several thicknesses of the material. The SI unit of permeability is the mol/m·s·Pa. The test conditions must be stated.

3.1.3 *oxygen permeance (PO<sub>2</sub>)*—the ratio of the O<sub>2</sub>GTR to the difference between the partial pressure of O<sub>2</sub> on the two sides of the package wall.

3.1.3.1 *Discussion*—The SI unit of permeance is the mol/(pkg·s·Pa). The test conditions (see 4.2) must be stated.

### 4. Summary of Test Method

4.1 This test method employs a coulometric oxygen sensor and associated equipment in an arrangement similar to that described in Test Method D 3985. Oxygen gas transmission rate (O<sub>2</sub>GTR) is determined after the package has been mounted on a test fixture and has equilibrated in the test environment.

4.2 The package is mounted in such a way as to provide that the inside of the package is slowly purged by a stream of nitrogen while the outside of the package is exposed to a known concentration of oxygen. The package may be exposed in ambient room air which contains 20.8 % oxygen, or immersed in an atmosphere of 100 % oxygen. As oxygen permeates through the package walls into the nitrogen carrier gas, it is transported to the coulometric detector where it produces an electrical current, the magnitude of which is proportional to the amount of oxygen flowing into the detector per unit of time.

### 5. Significance and Use

5.1 Oxygen gas transmission rate is an important determinant of the protection afforded by barrier materials. It is not, however, the sole determinant, and additional tests, based on experience, must be used to correlate package performance with O<sub>2</sub>GTR. This test method is suitable as a referee method of testing, provided that the user and source have agreed on sampling procedures, standardization procedures, test conditions, and acceptance criteria.

### 6. Interferences

6.1 The presence of certain interfering substances in the

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee F02 on Flexible Barrier Materials and is the direct responsibility of Subcommittee F02.30 on Test Methods.

Current edition approved May 10, 2002. Published July 2002. Originally published as F 1307 – 90. Discontinued June 2001 and reinstated as F 1307 – 02.

<sup>2</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 15.09.

<sup>3</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 08.01.

<sup>4</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 14.02.

carrier gas stream may give rise to unwanted electrical outputs and error factors. Interfering substances include free chlorine and some strong oxidizing agents. Exposure to carbon dioxide should also be minimized to avoid damage to the sensor through reaction with the potassium hydroxide electrolyte.

## 7. Apparatus

7.1 *Oxygen Gas Transmission Apparatus*,<sup>5</sup> as diagrammed in Fig. 1 with the following:

7.1.1 *Package Test Stations*, providing a means for the introduction and exhaust of the nitrogen carrier gas stream without significant loss or leakage.

7.1.1.1 Experience has shown that arrangements using multiple package test stations are a practical way to increase the number of measurements that can be obtained from a coulometric sensor. A valving manifold connects the carrier gas side of each individual test station to the sensor in a predetermined pattern. Carrier gas is continually purging the carrier gas sides of those packages that are not connected to the sensor. Either test gas (100% oxygen) or normal room air (20.8% oxygen), whichever is appropriate, contacts the outside of the package.

7.1.2 *Diffusion Cell*, consisting of two metal halves which, when closed upon the film used for system calibration, will accurately define a circular area of that film. Typical diffusion cell areas are 100 cm<sup>2</sup> and 30 cm<sup>2</sup>. The volumes inside the cell above and below the enclosed film are not critical; they should

be small enough to allow for rapid gas exchange, but not so small that an unsupported film which happens to sag or bulge will contact the top or bottom of the cell. Means shall be provided for the measurement of cell temperature.

7.1.2.1 *O-Ring*—An appropriately sized groove, machined into the oxygen (or test gas) side of the diffusion cell, retains a neoprene O-ring. The test area is considered to be the area established by the inside contact diameter of the compressed O-ring when the diffusion cell is clamped shut against the test specimen. The area, *A*, can be obtained by measuring the inside diameter of the imprint left by the O-ring on the specimen after it has been removed from the diffusion cell.

7.1.2.2 The nitrogen (or carrier gas) side of the diffusion cell shall have a flat raised rim. Since this rim is the sealing surface against which the test specimen is pressed, it must be smooth and flat, without scratches which may promote leakage.

7.1.2.3 *Diffusion Cell Pneumatic Fittings*—Each half of the diffusion cell shall incorporate suitable fittings for the introduction and exhaust of gas without significant loss or leakage.

7.1.2.4 It is desirable to thermostatically control the diffusion cell. A simple resistive heater, attached to the carrier gas side of the cell in such a manner as to ensure good thermal contact, is adequate for this purpose. A thermistor sensor and an appropriate control circuit will serve to regulate the cell temperature unless measurements are being made close to ambient temperature. In this case, it is desirable to provide cooling coils to remove some of the heat.

7.1.3 *Catalyst Bed*, a small metal tube with fittings for attachment to the inlet of the nitrogen gas pneumatic fitting containing 3 to 5 g of 0.5% platinum or palladium catalyst on alumina<sup>6</sup> to provide an essentially oxygen-free carrier gas to the diffusion cell and to each package test station.

7.1.4 *Flowmeter*, a flowmeter having an operating range of 5 to 100 mL/min is required to monitor the flow rate of nitrogen carrier gas through each test station.

7.1.5 *Flow Switching Valves*—Two or more valves for the switching of the nitrogen and test gas flow streams.

7.1.6 *Oxygen-Sensitive Coulometric Sensor*, operating at an essentially constant efficiency is employed to monitor the quantity of oxygen transmitted.

7.1.7 *Load Resistor*—The current generated by the coulometric cell shall pass through a resistive load across which the output voltage is measured. Typical values for load resistors are 5.3 ohm and 53 ohm. These values yield a convenient relationship between the output voltage and the oxygen transmission rate as expressed in terms of cm<sup>3</sup>(STP)/pkg·d.

7.1.8 *Voltage Recorder*—The voltage across the load resistor is measured and recorded using a strip-chart potentiometer, data-logger or other suitable device. The instrument or system should be able to measure a full-scale voltage of 50 mV. It should be able to measure voltages as low as 0.10 mV with a resolution of at least 10 μV. An input impedance of 5000 ohm

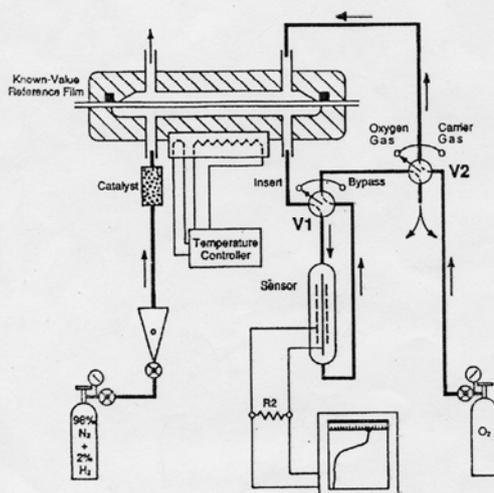
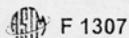


FIG. 1 Arrangement of Components when Reference Film is Used to Calibrate System for Package Testing

<sup>5</sup> The sole source of supply of the suitable apparatus, such as that embodied in several OXTRAN models, known to the committee at this time is available from Mocon Inc., 7500 Boone Ave. North, Minneapolis, MN 55428. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee<sup>1</sup>, which you may attend.

<sup>6</sup> The sole source of supply of a suitable catalyst known to the committee at this time can be obtained from Englehard Industries Division, Chemical Dept., 429 Delancey Street, Newark, NJ 07105. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee<sup>1</sup>, which you may attend.



or higher is acceptable.

## 8. Reagents and Materials

8.1 *Nitrogen Carrier Gas*, consisting of a nitrogen and hydrogen mixture in which the percentage of hydrogen shall fall between 0.5 and 3.0 volume percent. The carrier gas shall be dry and contain no more than 100 ppm of oxygen. A commercially available mixture known as "forming gas" is suitable.

8.2 *Sealing Grease*—A high-viscosity silicone stopcock grease or a high-vacuum grease is required for sealing the calibration film in the diffusion cell.

8.3 *Oxygen Test Gas*—The test gas shall be dry and contain not less than 99.5 % oxygen (except as provided for in 14.8).

## 9. Technical Precautions

9.1 Extended use of the test unit with no moisture in the gas stream may result in a noticeable decrease in output and response time from the sensor (equivalent to an increase in the calibration factor,  $Q$ ). This condition is due to drying out of the sensor.

9.2 Temperature is a critical parameter affecting the measurement of  $O_2$ GTR. Careful temperature control can help to minimize variations due to temperature fluctuations. During testing, monitor and record the temperature, periodically, to the nearest  $0.5^\circ\text{C}$ . Report the average temperature and the range of temperatures found during a test.

9.3 The sensor will require a relatively long time to stabilize at a low reading characteristic of a good barrier after it has been used to test a barrier such as low-density polyethylene. For this reason, materials of comparable gas transmission qualities should be tested together.

9.4 Back diffusion of air into the unit is undesirable. Take care, therefore, to ensure that there is a flow of nitrogen through the system at all times. This flow can be low when the instrument is not being used.

9.5 The gas-permeability characteristics of some barrier materials are altered by exposure to water vapor. If a package is to be exposed and tested in normal laboratory air (20.8 %  $O_2$ ), the ambient relative humidity should be monitored to the nearest 3 %. This may be accomplished using a sling psychrometer or other method of comparable accuracy. Report the average and range of relative humidities measured during the test.

## 10. Sampling

10.1 The sampling units used for the determination of  $O_2$ GTR shall be representative of the quantity of product for which the data are required, in accordance with Practice D 1898.

## 11. Test Specimens

11.1 Test packages shall be representative of the population and shall be free of non-typical defects.

## 12. Calibration

12.1 *General Approach*—The oxygen sensor used in this method is a coulometric device that yields a linear output as predicted by Faraday's Law. Since this sensor has an efficiency

of 95 to 98 % it is almost an absolute "yardstick" that does not require calibration. Experience has shown, however, that under some circumstances the sensor may become depleted or damaged to the extent that efficiency and response are impaired. For this reason, the method incorporates means for periodic system calibration. This calibration is derived from measurements of a known-value "Reference Package."<sup>7</sup>

12.2 The reference package is essentially the lower-half of a diffusion cell (Fig. 1) in which a sheet of reference film of known  $O_2$ GTR has been sealed and clamped. This creates a "package" into which oxygen will diffuse at a known rate.

12.3 *Assembling the Reference Package*—Ensure the sensor is bypassed to avoid swamping it with air, that is, no flow to the sensor. Unclamp the diffusion cell and open it. Apply a thin layer of sealing grease (see 8.2) around the raised rim of the lower half of the diffusion cell. Insert the reference film in the diffusion cell and place it upon the greased surface, taking care to avoid wrinkles or creases. Lower the upper half of the diffusion cell into place and clamp both halves tightly together.

12.4 *Purging the System*—Start the nitrogen carrier gas flow and purge air from the upper and lower diffusion cell chambers using a flow rate of 50 to 60  $\text{cm}^3/\text{min}$  (as indicated by the flowmeter). After 3 or 4 min, reduce the flow rate to the desired value between 5 and 15  $\text{cm}^3/\text{min}$ . Maintain this configuration for 30 min.

12.5 *Establishing Zero Level of Reference Film*—After the system has been flushed with nitrogen for 30 min, with the sensor bypassed, divert the nitrogen carrier gas flow to the sensor. At this time the sensor output, as displayed on the voltage recorder, will usually increase abruptly, indicating that oxygen is entering the sensor with the carrier gas. The most likely sources of this oxygen are (1) outgassing of the sample, (2) leaks in the system, or (3) a combination of (1) and (2). The operator shall observe the recorder trace until the sensor output current stabilizes at a constant low value with no significant trend in either direction. Note the observed deflection of the strip chart recorder at this time and label it  $E_0$ .

12.6 Once the zero level ( $E_0$ ) has been established, switch to a flow of oxygen on the test gas side of the diffusion cell. Nitrogen will continue to flow on the downstream side of the cell.

12.7 *Establishing a Steady-State  $O_2$ GTR*—The sensor output, as displayed by the strip-chart recorder, should increase and gradually level off, approaching a constant value ( $E_c$ ). Record the observed final steady-state value of  $E_c$ .

12.8 *Temperature of the Reference Film*—It is desirable that system calibration should be conducted at the temperature for which the reference film's  $O_2$ GTR is cited. Apply an appropriate correction to the rate that the temperature differs from that value. Temperature shall be obtained by monitoring thermometers or thermocouples placed in the thermometer wells on both sides of the reference film. The film temperature

<sup>7</sup> The sole source of supply of a suitable reference film known to the committee at this time is available from Modern Controls, Inc., 7500 Boone Avenue North, Suite 111, Minneapolis, MN 55428. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee<sup>1</sup>, which you may attend.

may be assumed to be midway between the two values.

12.9 *Standby Procedure*—At the conclusion of system calibration, but when it is expected that package tests will be performed soon, the instrument should be placed in a standby condition by taking the following steps: (1) stop the flow of O<sub>2</sub> test gas to the sensor, and switch to nitrogen carrier gas on the test gas side of the diffusion cell, (2) turn off the oxygen supply, and (3) reduce the nitrogen flow rate to less than 5 mL/min. It is desirable to maintain a slow flow of nitrogen through the instrument when it is not being used in order to reduce the back diffusion of air into the system.

12.10 *Establish System Calibration Constant*—Determine the exposed area, *A*, of the calibrating reference film (see 7.1.2.1). Using the permeance value furnished with the reference film, determine the O<sub>2</sub>GTR through a film of that area (*A*). Use this value to determine the calibration constant, *Q*:

$$Q = \frac{O_2GTR \times R_L}{(E_c - E_0)} \tag{1}$$

where:

O<sub>2</sub>GTR = oxygen transmission rate through a film of area *A*, as calculated from data supplied with the reference film,

R<sub>L</sub> = value of load resistance (see 7.1.7),

E<sub>0</sub> = observed steady-state zero-level before oxygen gradient is applied (see 12.5), and

E<sub>c</sub> = observed steady-state voltage with oxygen gradient across test film (see 12.7).

Repeat the calibration using additional sheets of the reference film until the confidence interval for *Q* defined by the measurements is within acceptable limits. When operating an instrument with multiple diffusion cells, it is desirable to keep a sheet of the reference film in one of the diffusion cells to ensure the reliability of the rates being measured.

12.11 In principle, each molecule of oxygen that enters the sensor causes the transfer of four electrons. Experience indicates that production models of the sensors achieve efficiencies of 95 to 98 %. Any significant drift in the calibration factor *Q* should, therefore, be investigated as to its cause and corrective action should be undertaken.

12.12 The value of *Q* will be a function of the units in which the results are to be expressed. If it is desired to change units, *Q* can be transformed to its proper value in the new set of units using the appropriate relationships between base units (quantity of matter, length, and time) in the new and the old sets of units.

### 13. Preparation of a Package for Test

13.1 The method by which a package is prepared for attachment to the instrument for testing depends upon the package shape, type, and test objectives. For a majority of tests, the package may be exposed to ambient air (20.8 % O<sub>2</sub>). If the package is an extremely good barrier, however, it may be helpful to increase the test gradient by immersing the package in 100 % oxygen. This is accomplished by securing a plastic bag or other container around the package and flooding the bag with oxygen as shown in Fig. 2. This will increase the transmission rate by a factor equal to the ratio:

$$\frac{100\%}{21\%} = 4.8 \tag{2}$$

Whenever 100 % oxygen is used to establish the test gradient, the operator should use care not to pressurize the oxygen-containing structure. (Oxygen partial pressure should be equal to the prevailing atmospheric pressure.) Pressurization may be avoided by providing a small vent and by injecting the oxygen at a low rate on the order of 10 to 20 mL/min. Bottles, thermoformed plastic cups, and tubs are usually mounted as shown in Fig. 2. Flat pouches and bags may be mounted using some variation of Fig. 3. In attaching a pouch, it is important that the copper tubes first be connected securely to the fittings and then bent to the desired angles. Corners of the pouch may then be snipped off to provide openings just large enough for the tubes. After the package has been slipped over the tube ends, a fast-curing epoxy or hot-melt adhesive is carefully applied to seal cut openings.

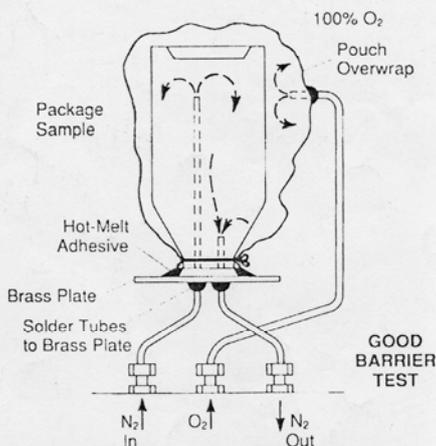


FIG. 2 Typical Method of Attaching a Plastic Bottle or Tub

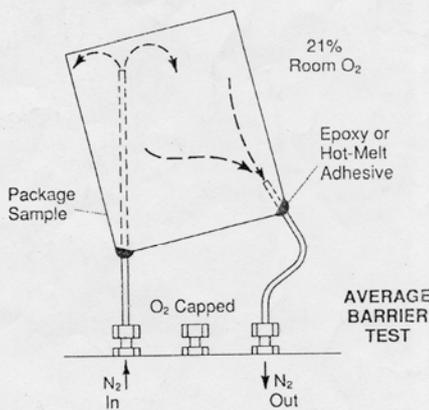


FIG. 3 Attachment Method for Flexible Pouches

13.2 The detector output is governed by Faraday's Law, and the calibration does not vary with temperature. It should be noted, however, that the oxygen transmission rate of most plastic materials will vary 3 to 9 %/°C. Since the package test attachment does not provide means for control of package temperature, it will prove advantageous from the standpoint of data reproducibility to locate the instrument in a draft-free, constant-temperature environment.

#### 14. Package Test Procedure

14.1 *Preparation of Apparatus*—If preceding tests have exposed the apparatus to high moisture levels, it will be necessary to outgas the system to desorb residual moisture. Water must be removed from nitrogen and test-gas bubblers. The system can then be dried by slowly purging overnight using dry carrier gas (sensor bypassed).

14.2 *Attachment of the Package*—Ensure that the sensor is bypassed to avoid swamping it with air. Each package test station consists of three fittings in a triangular array, or two adaptor fittings in a lower cell half. The package shall be attached to the two carrier gas fittings with brass or nylon ferrules. Ferrules should only be used once. When the test gradient is to be established by immersing the package in normal room air (20.8 % O<sub>2</sub>), the third (oxygen supply) fitting should be capped. In making the copper tube connections to the fittings it is important that a good seal be achieved.

14.3 *Purging the System*—Start the nitrogen gas flow and purge air from the package using a flow rate of 50 to 60 mL/min (as indicated by a flow meter). Maintain this rate for a period determined by the volume of the package:

Volume less than 100 mL = 30 min	(3)
100 to 200 mL = 1 h	
200 to 500 mL = 2 h	
500 to 1000 mL = 3 + h	

\*After the package has been purged for the appropriate period, reduce the rate to a value between 5 and 15 mL/min. Maintain this rate for the next 30 min (sensor bypassed).

14.4 *Establish Package E<sub>c</sub>*—After the system has been flushed with nitrogen for 30 min at the new rate, divert the flow of nitrogen carrier gas to the sensor. At this time, the sensor output, as displayed by the voltage recorder, will usually increase abruptly, indicating that oxygen is entering the sensor with the carrier gas. The most likely sources of this oxygen are: (1) outgassing of the package, (2) system leaks, (3) initial permeation of oxygen into the package, or (4) a combination of all three factors. The operator shall periodically observe the recorder trace until the sensor output current stabilizes at a constant value with no significant trend in either direction. The sensor output current, as indicated by the strip-chart recorder, should increase gradually, ultimately stabilizing at a constant value. Packages may require several hours, or days, to reach a steady value of diffusion equilibrium. During this time, the sensor should be bypassed except for brief intervals when the equilibrium level is being checked. When consecutive sensor readings begin to yield the same value, the operator should record this value and label it E<sub>c</sub>(package).

NOTE 1—If, after attainment of an apparent steady-state condition, any

doubt exists as to whether this is a true steady-state condition, perform a check as follows: (1) stop the flow of gas to the sensor (sensor bypassed), (2) allow the package to stabilize for an additional period of time (minimum of 6 h), and (3) restart the flow of gas to the sensor. Observe the voltage as displayed by the recorder. If the value rises to the same level as before, this is indicative that steady-state (equilibrium) has been achieved. If the value is substantially different from that previously observed, the operator should repeat (1), (2), and (3) until satisfied that a steady-state condition has been achieved.

14.5 *Establish Package Zero Level (E<sub>0</sub>)*—After steady-state conditions have been achieved and the value E<sub>c</sub> has been recorded, put the sensor in bypass once again. Remove the package from the package fittings and install a stainless steel "perfect package" loop between the carrier gas fittings. After 10 to 15 min, divert the flow of carrier gas to the sensor. Maintain this configuration for 30 min, or until the sensor output current has descended to a constant low value. Note this value and record as E<sub>0</sub>(package).

14.6 *Standby and Shutoff Procedures*—At the conclusion of a test, but at a time when it is expected that other tests will be performed soon, place the instrument in a standby condition by taking the following steps: (1) stop the flow of gas to the sensor and switch to nitrogen carrier gas, (2) turn off the oxygen supply, and (3) reduce the nitrogen flow rate to less than 5 mL/min. These steps will economize on carrier and test gases and will minimize the danger of ruining the sensor because of a film or package failure while the instrument is not being used for testing. It is desirable to maintain a slow flow of nitrogen through the instrument when it is not being used in order to reduce the back diffusion of air into the system. When it is expected that the instrument will stand idle for a long period of time, the electrical power may be turned off.

14.7 Tests at temperature other than laboratory ambient may be performed by thermostatically controlling the ambient air around the package within an environmental chamber, provided that the temperature of the carrier gas does not adversely affect the operation of the sensor.

14.8 *Testing Poor Barriers*—The maximum oxygen transmission rate can be measured using the coulometric method is on the order of 2 cm<sup>3</sup>(STP) per package per day. Depending upon wall thickness, some packages may have rates in excess of this when immersed in air. Typical examples include packages fabricated from polyethylene, polycarbonate, and polystyrene. High oxygen concentrations in the carrier gas, as encountered when testing poor barriers, will tend to produce detector saturation. One way to avoid this problem is to immerse the package in a test-gas mixture that provides a lower concentration of oxygen than is found in air. Any subsequent data conversions will require that the O<sub>2</sub> partial pressure of such a test gas be known.

#### 15. Calculation

15.1 Determine package oxygen transmission rate as follows:

$$O_2GTR = \frac{(E_c - E_0)}{R_L} \times Q \quad (4)$$

where:

 F 1307

$E_c$  = steady-state voltage with oxygen gradient applied to test package (see 14.4),

$E_0$  = steady-state, zero-level voltage (see 14.5),

$Q$  = system calibration constant (see 12.10), and

$R_L$  = value of load resistance (see 7.1.7).

15.2 Determine the permeance ( $PO_2'$ ) of the specimen as follows:

$$PO_2' = \frac{O_2 GTR}{p} \quad (5)$$

where :

$p$  = partial pressure of oxygen in the test gas. The partial pressure of  $O_2$  inside the package is considered to be zero.

## 16. Report

16.1 Report the following information:

16.1.1 A description of the test package and the location of the specimen in the lot of material of which it is representative,

16.1.2 The barometric pressure at the time of the test,

16.1.3 The partial pressure of oxygen in the test gas and a statement as to how it was determined,

16.1.4 The rate of flow of the nitrogen carrier gas,

16.1.5 A description of the pre-test conditioning procedure,

16.1.6 The temperature of the package during the test (to the nearest 0.5°C) and the method used to measure the temperature,

16.1.7 The relative-humidity environment in which the package was immersed (average and range),

16.1.8 The calculated values of oxygen transmission rate and, if required, permeance and permeability coefficients,

16.1.9 A description of the apparatus used including, if applicable, the manufacturer's model number and serial number,

16.1.10 A statement of the means used to obtain the calibration factor,  $Q$ , and the value of calibration factor  $Q$ , and

16.1.11 The time to reach steady-state equilibrium after introduction of the oxygen test gradient.

## 17. Precision and Bias

### 17.1 Precision:

17.1.1 The repeatability and reproducibility given in Table 1 are in accordance with the definitions of these terms in Practice E 691 using the E 691 Interlaboratory Data Analysis Software. These values have been calculated for test results obtained as specified in this test method. The values are based on an interlaboratory study involving six laboratories in which each laboratory made two determinations of the package oxygen transmission rate on each of three package types. For each package, the total number of required test specimens for all laboratories together were taken from single lots and randomized before distribution to the laboratories.

17.1.2 The precision, characterized by repeatability,  $S_r$ ,  $r$ , and the reproducibility, by  $S_R$ ,  $R$ , has been determined for following materials in Table 1:

### 17.2 Bias:

17.2.1 The bias for this test method has not been determined because there is no known reference available.

## 18. Keywords

18.1 coulometric; oxygen transmission rate; packages; permeability; permeation

TABLE 1 Precision Statement

Materials	Average	$S_r^A$	$S_R^B$	$r^C$	$R^D$
Bottle 23	0.116280	0.006856	0.015455	0.019196	0.043275
Bottle 25	0.124300	0.013138	0.015831	0.036786	0.044327
Cup 23	0.002983	0.001719	0.002948	0.004813	0.008256
Cup 25	0.000750	0.000094	0.000394	0.000264	0.001103
Pouch 23	0.035050	0.002500	0.008731	0.007000	0.024446
Pouch 25	0.026613	0.001096	0.003656	0.003068	0.010236

<sup>A</sup>  $S_r$  = Repeatability Standard Deviation.

<sup>B</sup>  $S_R$  = Reproducibility Standard Deviation.

<sup>C</sup>  $r$  = Repeatability Limit (2.8 times  $S_r$ ) or 95 % Probability Level.

<sup>D</sup>  $R$  = Reproducibility Limit (2.8 times  $S_R$ ) or 95 % Probability Level.

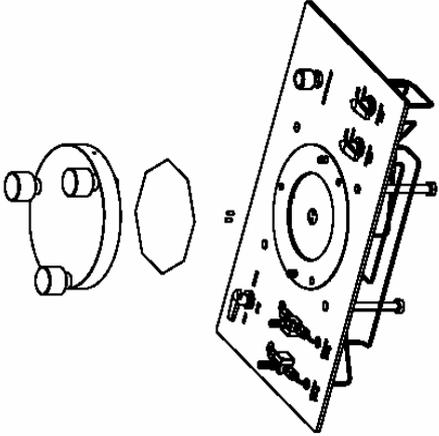
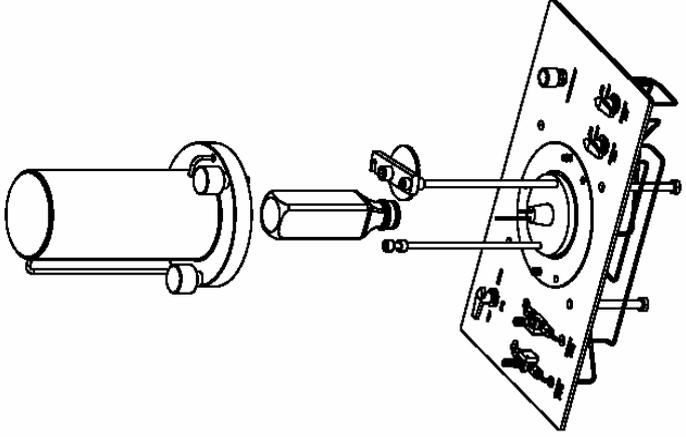
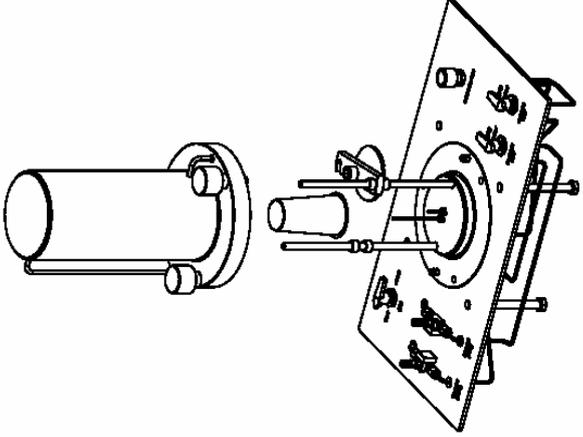
ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

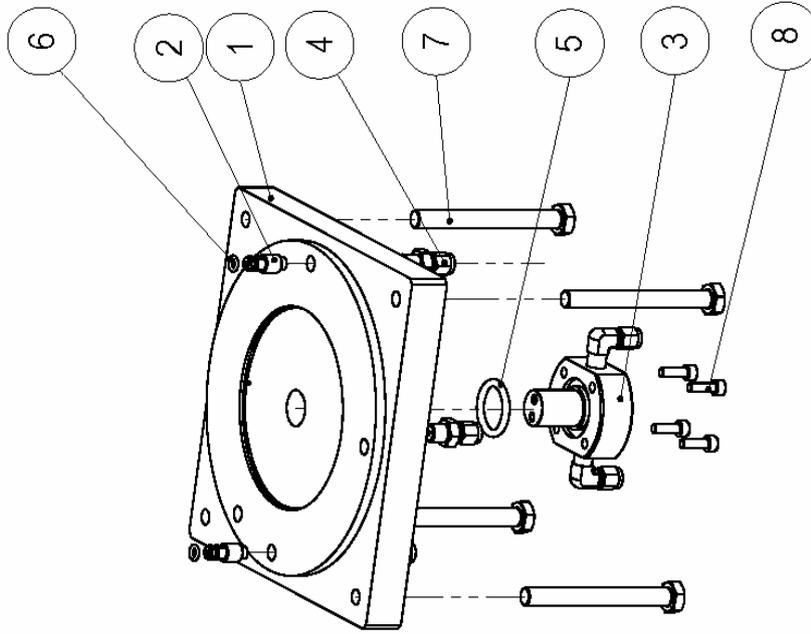
ภาคผนวก ข  
แบบสั่งผลิต



 <p><b>Film test</b></p>	 <p><b>Bottle test</b></p>	 <p><b>Cup test</b></p>	
<p>AGRO - INDUSTRY</p> <p><b>PACKAGING TECHNOLOGY</b></p> <p>KASSETSART UNIVERSITY</p>			
<p>Project Number: _____</p>	<p>Drawing Name: &lt;Name KU.dwg&gt; -sldprt</p>	<p>Master Name: _____</p>	<p>Part No: _____</p>
<p>Drawn By: _____</p>	<p>Checked: _____</p>	<p>Approved: _____</p>	<p>Designer: _____</p>
			<p>SHEET NUMBER: 02</p> <p>TO TAL SHEETS: 16</p> <p>FORMAT: A4</p>
			<p>DATE: 2/4/2550</p> <p>SCALE: 1:1</p>
			<p>UNIT: mm</p>



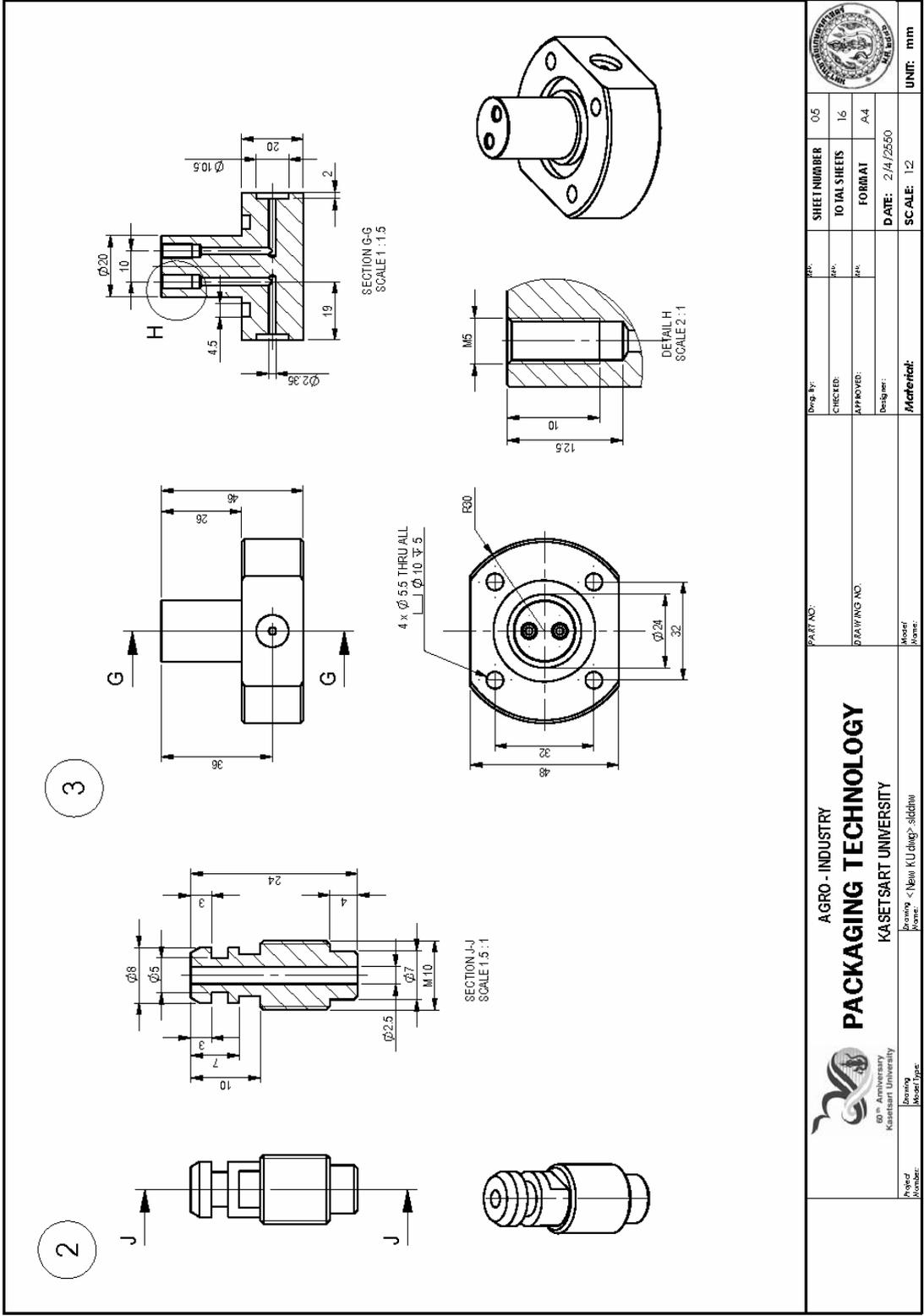
# Gas transmission Unit

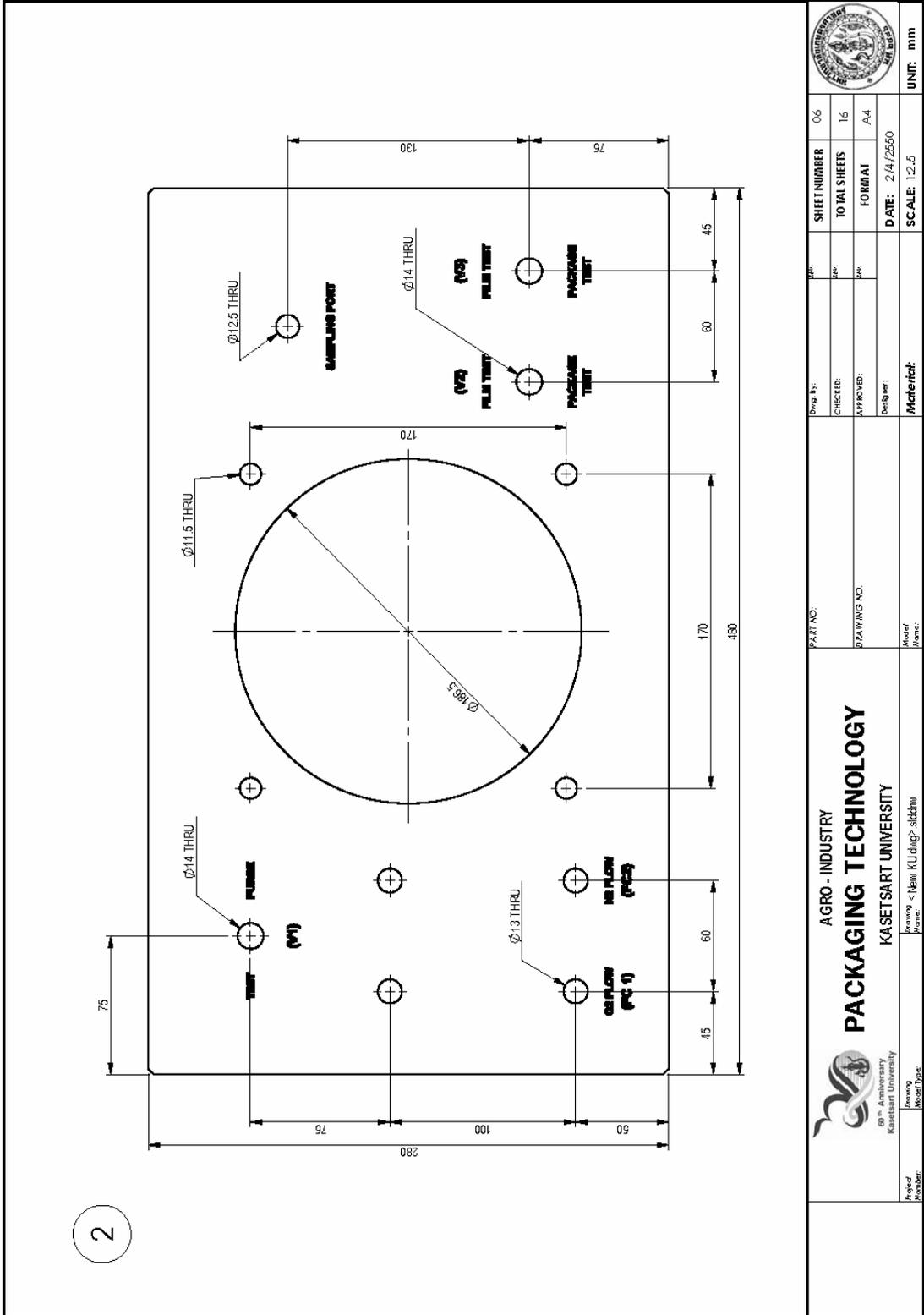


8	DIN 912 M5 x 16 -- 16N			4
7	ISO 8765 - M10x1.0 x 90 x 26-N			4
6	M10x10			4
5	MALE CONNECTOR B-200-1-4_1_8			4
4	N2 in Set			1
3	O-ring N2 in			2
2	O2 in pin			2
1	lower chamber			1
ITEM NO.	PART NUMBER	DESCRIPTION	QTY.	

 50 <sup>th</sup> Anniversary Kaset Sart University Kaset Sart Project Number:	<b>AGRO - INDUSTRY</b> <b>PACKAGING TECHNOLOGY</b> <b>KASETSART UNIVERSITY</b> Dr. Pradyumn K. Jaiswal, KU.dhg@kaset-sart.edu	Part No.:	Drawn By:	Sheet Number: 03	
		Drawing No.:	Checked:	To Total Sheets: 16	Format: A4
Drawing:	Material:	Scale: 1:3	Unit: mm		



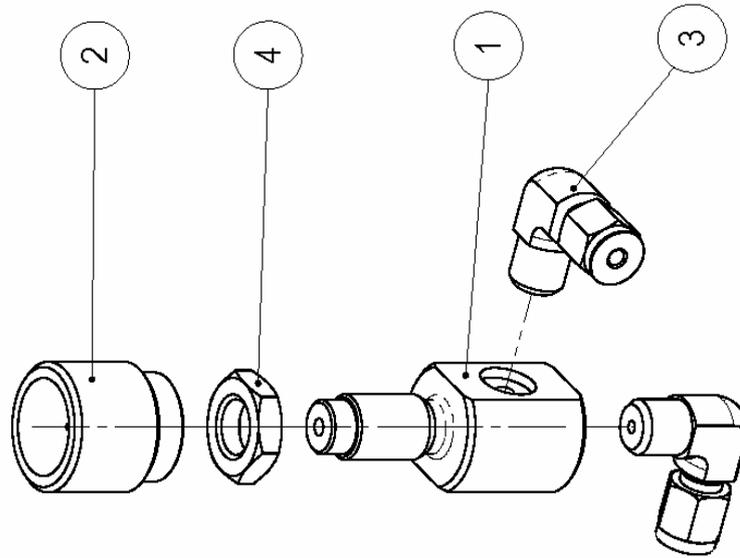




2

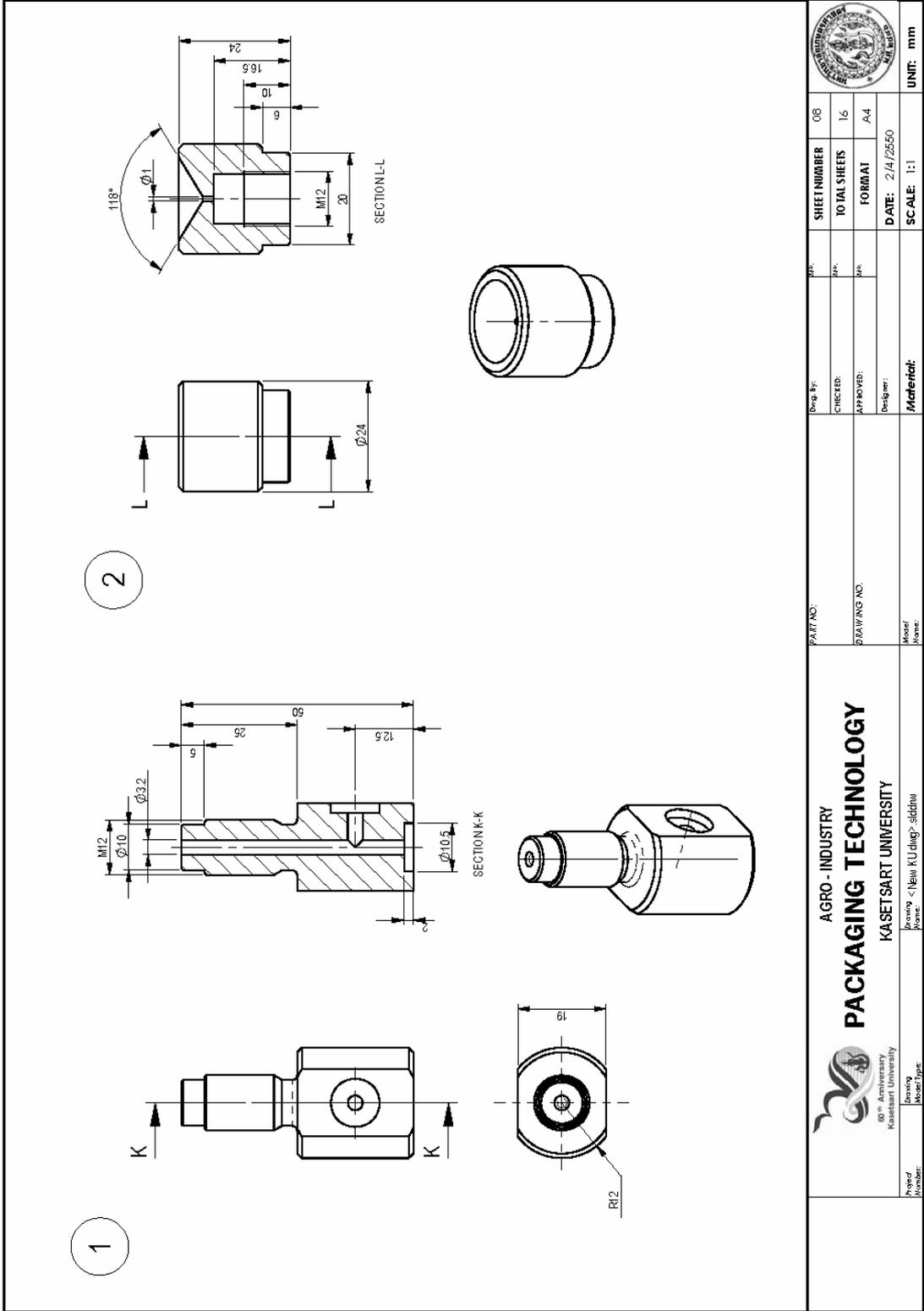
 <p>50<sup>th</sup> Anniversary Kaset Sart University</p>	<p>AGRO - INDUSTRY</p> <p><b>PACKAGING TECHNOLOGY</b></p> <p>KASSETSART UNIVERSITY</p>		<p>Drawn by: _____</p> <p>Checked by: _____</p> <p>Approved by: _____</p> <p>Design by: _____</p> <p>Material: _____</p>	<p>Part No: _____</p> <p>Drawing No: _____</p> <p>Scale: 12:5</p>	<p>Sheet Number: 06</p> <p>Total Sheets: 16</p> <p>Format: A4</p> <p>Date: 24/2550</p>	
	Project Number: _____	Drawing No: _____	Material: _____	Scale: 12:5	Sheet Number: 06	UNIT: mm
	Drawing No: _____	Material: _____	Material: _____	Scale: 12:5	Total Sheets: 16	
	Drawing No: _____	Material: _____	Material: _____	Scale: 12:5	Format: A4	
Project Number: _____	Drawing No: _____	Material: _____	Scale: 12:5	Date: 24/2550	UNIT: mm	

# Syringe port

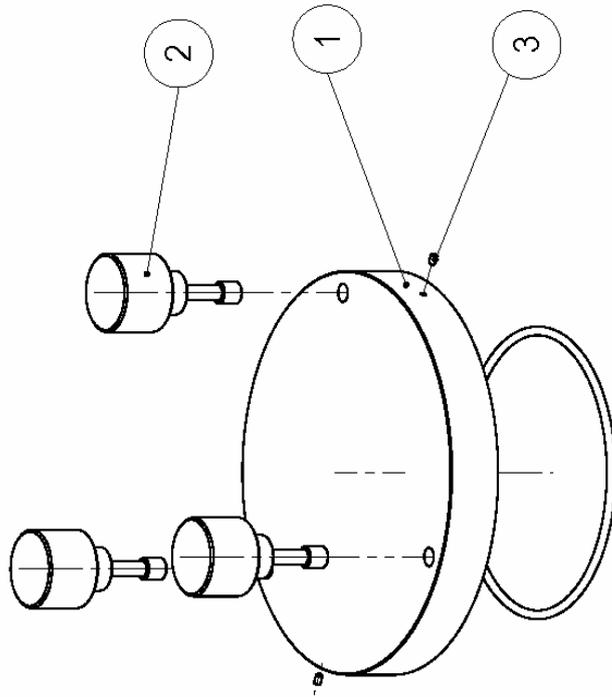


4	Hexagon Nut ISO 4034 - M12 - N	1	
3	ELBOW	2	
2	SYRING CAP	1	
1	SYRING BASE	1	
ITEM NO.	PART NUMBER	DESCRIPTION	QTY.

<p><b>AGRO - INDUSTRY</b> <b>PACKAGING TECHNOLOGY</b> <b>KASETSART UNIVERSITY</b></p>	<p>Dr. By: _____ Checked: _____ Approved: _____ Designer: _____</p>	<p>SHEET NUMBER 07 TOTAL SHEETS 16 FORMAT A4</p>	
<p>Project Number: _____ Drawing No: _____ User Name: _____ Email: kku.dug@aldhwa.com</p>	<p>DATE: 2/4/2020 SCALE: 1:2</p>	<p>UNIT: mm</p>	



# Upper chamber for film



4	O-ring upper chamber		1
3	DIN 916 - M3 x 5-N		2
2	screw lock		3
1	upper chamber for films		1
ITEM NO.	PART NUMBER	DESCRIPTION	QTY.

	AGRO - INDUSTRY <b>PACKAGING TECHNOLOGY</b> KASSETSART UNIVERSITY	PART NO.: DRAWING NO.:	SHEET NUMBER 09 TOTAL SHEETS 16 FORMAT A4	UNIT: mm
	60 <sup>th</sup> Anniversary Kasetsart University Kasetsart University	Drawing <New> K.U.dwg; siddhu Model Name:	DATE: 2/1/2560 SCALE: 1:2.5	

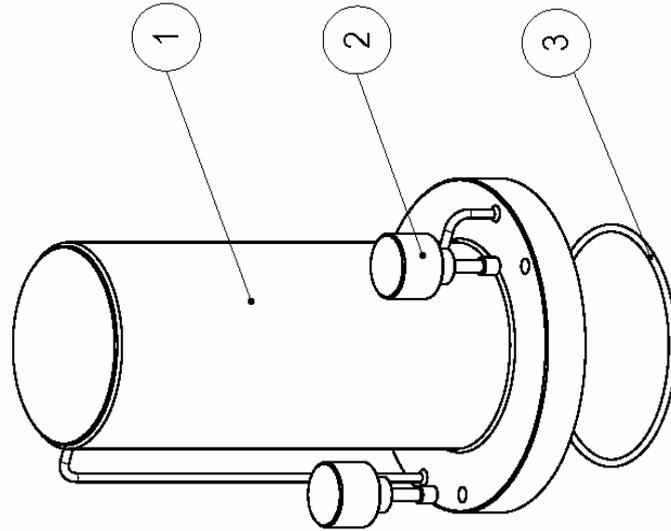


2

SECTION R-R  
SCALE: 1:1

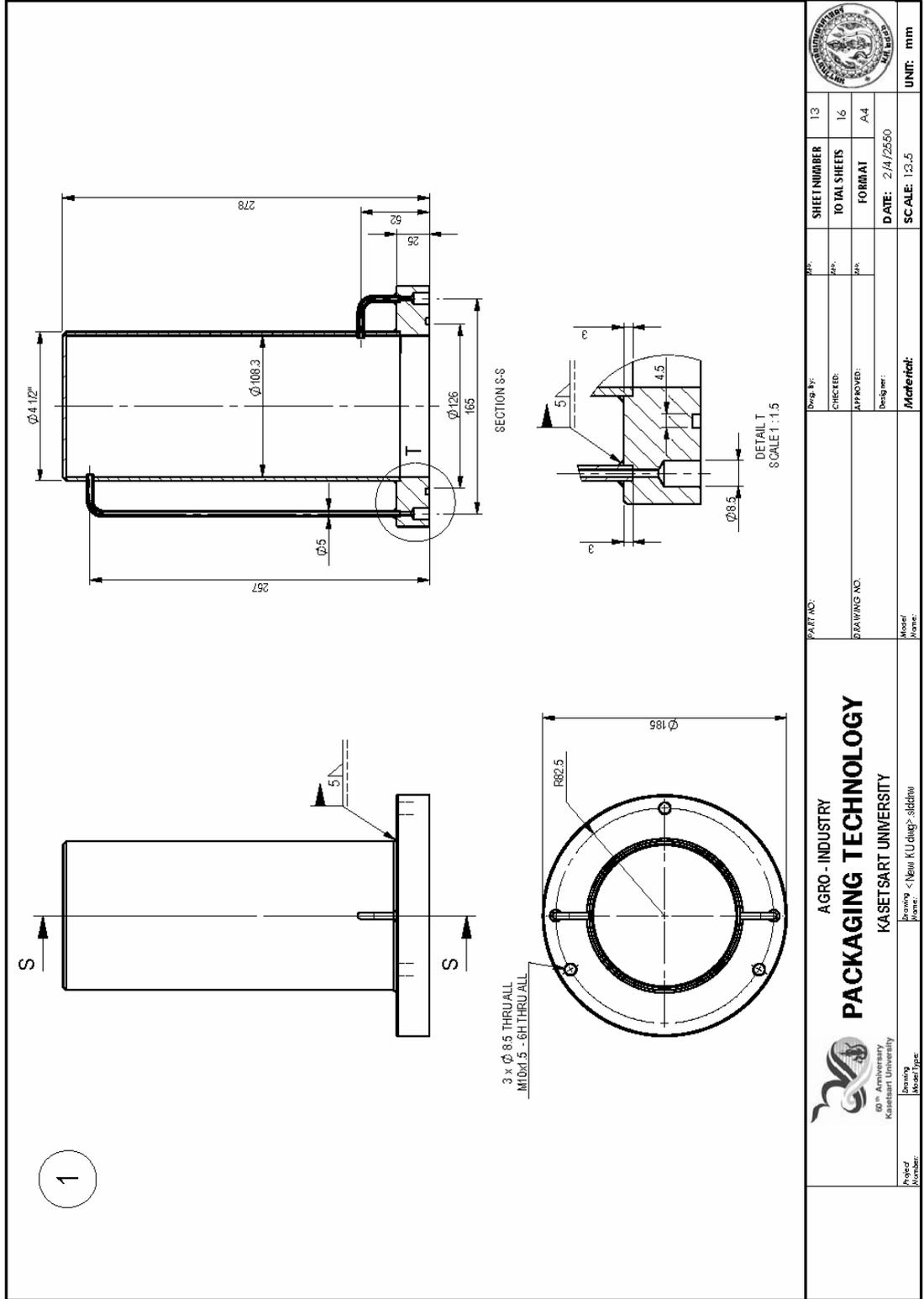
	PART NO:	SHEET NUMBER	11	UNIT: mm
	DRAWING NO.	TOTAL SHEETS	16	
		FORMAT	A4	
		DATE:	2/4/2020	
		SCALE:	1:2	
Project Number:	Drawing Name:	Drawing No.:	Material:	
Kasetsart University 60 <sup>th</sup> Anniversary Kasetsart University New KULong, Siddhu	Kasetsart University	Kasetsart University		

**Upper chamber for package**

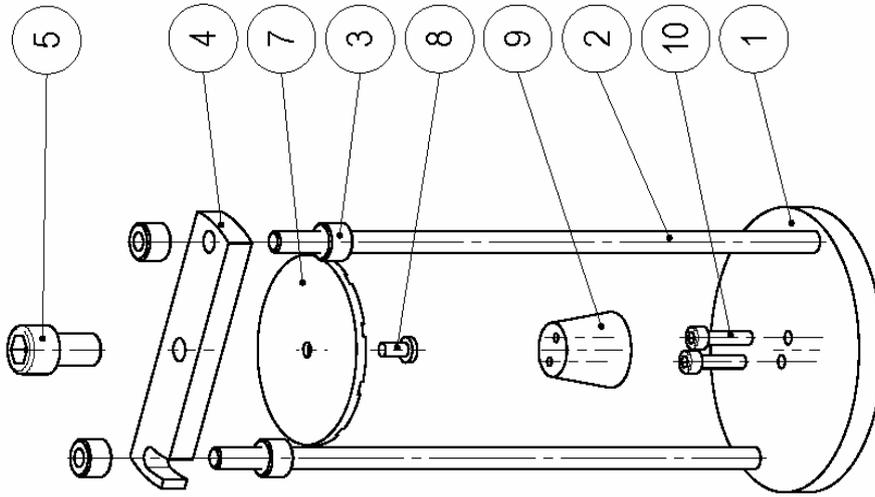


3	O-ring upper chamber	1	
2	screw lock	3	
1	base upper chamber	1	
ITEM NO.	PART NUMBER	DESCRIPTION	QTY.

 <p>10<sup>th</sup> Anniversary Kaset Sart University</p>	<p>AGRO - INDUSTRY <b>PACKAGING TECHNOLOGY</b> KASETSART UNIVERSITY</p>		<p>DESIGNER: _____ CHECKER: _____ APPROVED: _____ DATE: 2/4/2550</p>	<p>12 16 A4</p>	
	<p>Project Number: _____ Drawing Name: _____ Drawing Code: _____ Drawing Date: _____</p>	<p>Part No: _____ Drawing No: _____ Model Name: _____</p>	<p>Scale: 1:2</p>	<p>UNIT: mm</p>	



# Package lock set



ITEM NO.	PART NUMBER	DESCRIPTION	QTY.
10	DIN 912 M5 x 20 -- 20N		2
9	Rubber Knob		1
8	ISO 7045 - M5 x 10 - Z -- 10N		1
7	compress base		1
6	new Seal lower pack		1
5	DIN 912 M12 x 20 -- 20N		1
4	swing plate		1
3	screw lock new		4
2	column lock pack new		2
1	new package lock base		1

Part No: \_\_\_\_\_

Drawng No: \_\_\_\_\_

Revisio: <New K U dng> siddhu

**AGRO - INDUSTRY**

**PACKAGING TECHNOLOGY**

**KASETART UNIVERSITY**

60<sup>th</sup> Anniversary  
Kasetsart University

Sheet Number: 14

Total Sheets: 16

Format: A4

Date: 2/4/2550

Scale: 1:2

Unit: mm

Checked: \_\_\_\_\_

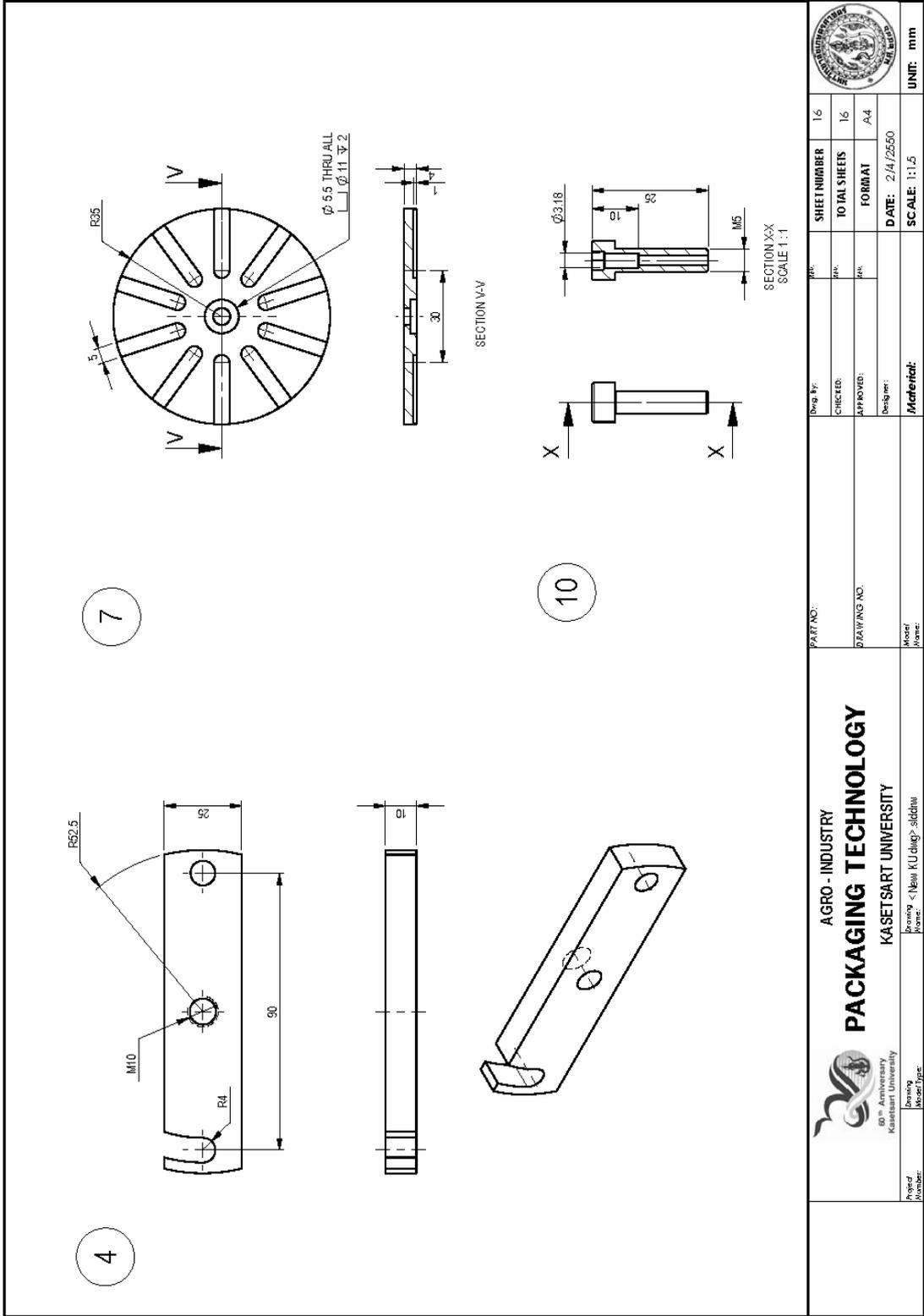
Approved: \_\_\_\_\_

Designer: \_\_\_\_\_

Material: \_\_\_\_\_







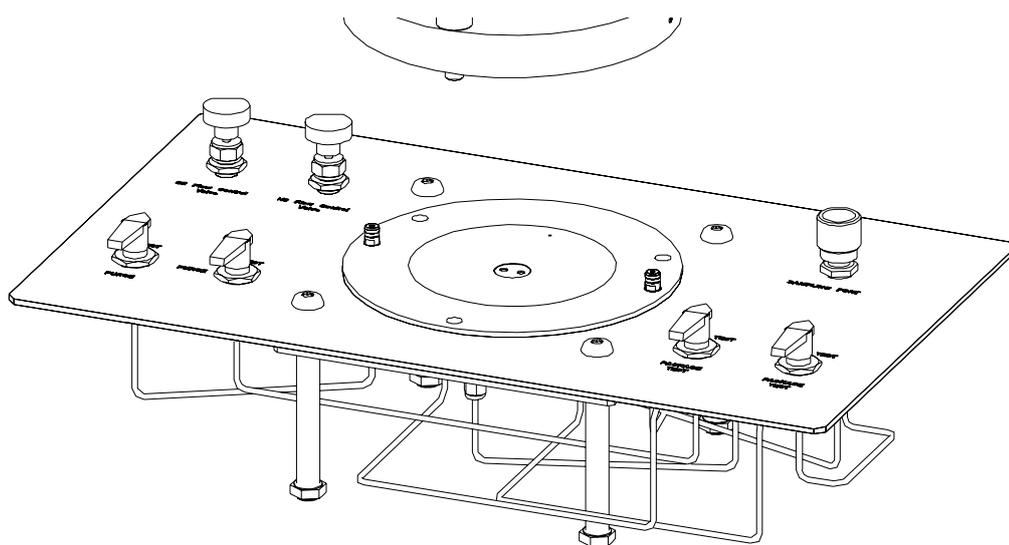
		SHEET NUMBER	16	UNIT: mm
		TOTAL SHEETS	16	
AGRO - INDUSTRY <b>PACKAGING TECHNOLOGY</b> KASSETSART UNIVERSITY 60 <sup>th</sup> Anniversary Kasetsart University Bangkok - (New KU Logo) - siddhu		FORMAT	A4	
		DATE	2/4/2550	
Part No: _____ Draw/ing No: _____ Model Name: _____		DESIGNER	_____	
Model Name: _____		CHECKED	_____	
Model Name: _____		APPROVED	_____	
Model Name: _____		SCALE	1:1.5	

**ภาคผนวก ค**

**คู่มือการทำงานของชุดทดสอบต้นแบบ**



# คู่มือการใช้งาน ชุดวัดอัตราการซึมผ่านของแก๊ส KU GTR TEST CELL



## สารบัญ

<b>บทที่ 1 : การสร้างชุดเครื่องมือทดสอบอัตรากาซึมผ่านของแก๊ส แบบ KU GTR TEST CELL</b>	
คำนิยาม.....	3
หลักการทำงานของชุดทดสอบ.KU GTR TEST CELL.....	3
ส่วนประกอบของชุดทดสอบ.....	4
ระบบวงจรท่อแก๊สและวาล์วของชุดทดสอบ.....	5
<b>บทที่ 2 : คุณสมบัติเฉพาะชุดทดสอบ.KU GTR TEST CELL.....</b>	<b>6</b>
<b>บทที่ 3 : การติดตั้งชุดทดสอบ.KU GTR TEST CELL.....</b>	<b>7</b>
<b>บทที่ 4 : ขั้นตอนการทดสอบตัวอย่างฟิล์มด้วยชุดทดสอบ.KU GTR TEST CELL.....</b>	<b>8</b>
4.1 การเตรียมตัวอย่าง.....	8
4.2 การประกอบฟิล์มเข้ากับชุดทดสอบ.....	9
4.3 การไล่อากาศภายในระบบ.....	11
4.4 การทดสอบตัวอย่างฟิล์ม.....	13
<b>บทที่ 5 : ขั้นตอนการทดสอบกับตัวอย่างภาชนะบรรจุด้วยชุดทดสอบ.KU GTR TEST CELL.....</b>	<b>14</b>
5.1 การเตรียมตัวอย่าง.....	14
5.2 การจับยึดภาชนะบรรจุพลาสติกทรงรูปเข้ากับชุดทดสอบ.....	16
5.3 การติดตั้งชุดจับยึดตัวอย่างเข้ากับชุดทดสอบ.....	17
5.4 การประกอบภาชนะบรรจุขึ้นรูปเข้ากับชุดทดสอบ.....	18
5.5 การไล่อากาศภายในระบบ.....	19
5.6 การทดสอบตัวอย่างภาชนะบรรจุขึ้นรูป.....	22
<b>บทที่ 6 : การเตรียมตัวอย่างแก๊สมาตรฐาน.....</b>	<b>24</b>
6.1 อุปกรณ์ที่ใช้.....	25
6.2 ขั้นตอนการเตรียมแก๊สมาตรฐาน.....	26

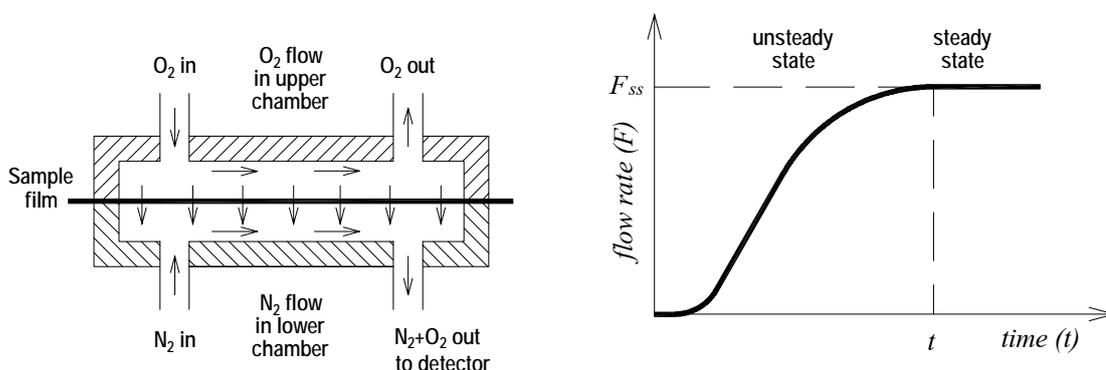
## บทที่ 1 : บทนำ

### คำนิยาม

**อัตราการซึมผ่านของแก๊ส (gas-transmission rate)** คือ ปริมาตรของแก๊สที่ซึมผ่านเนื้อของพลาสติก คิดเป็นพื้นที่ต่อหน่วยเวลา โดยมีปัจจัยหลักที่เกี่ยวข้อง คือ ความแตกต่างระหว่างความดันของแก๊สทั้งสองฝั่งของเนื้อพลาสติก

### หลักการการทำงานของชุดทดสอบ

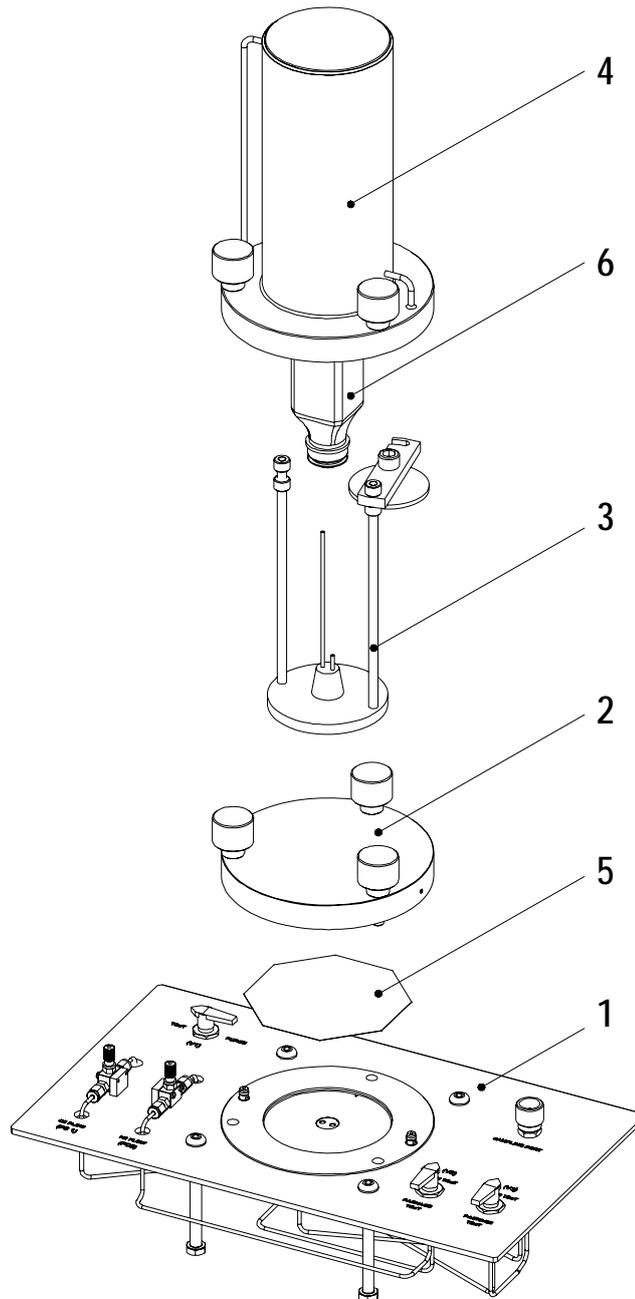
ชุดทดสอบ KU GTR TEST CELL เป็นชุดทดสอบอัตราการยอมให้แก๊สออกซิเจนซึมผ่านภาชนะบรรจุพลาสติก ประเภท ฟิล์ม หรือ ขวดพลาสติก โดยใช้หลักการไอโซสแตติก (Isostatic method) สำหรับเครื่องมือแบบ KU GTR TEST CELL มีหลักการทำงาน โดยนำเอาตัวอย่างที่ต้องการทดสอบใส่ในชุดทดสอบ ซึ่งมีลักษณะเป็นฝาสองฝา โดยมีตัวอย่างกั้นอยู่ตรงกลาง จากนั้นปล่อยแก๊สออกซิเจนบริสุทธิ์ (99.9%) ให้ไหลผ่านเข้าไปในส่วนของฝาด้านบน ขณะที่ฝาด้านล่างจะปล่อยให้แก๊สไนโตรเจนไหลผ่าน สภาวะนี้ก่อให้เกิดความต่างความดันย่อยของแก๊สออกซิเจน ที่อยู่ระหว่างฝาด้านล่างและฝาด้านบน ส่งผลให้แก๊สออกซิเจนซึมผ่านตัวอย่างที่ต้องการทดสอบจากฝาด้านบนลงมายังฝาด้านล่าง กับตัวอย่างแก๊สที่ซึมผ่านลงมาไปตรวจสอบโดยเครื่องวิเคราะห์แก๊ส บันทึกผลอัตราการซึมผ่านเป็น  $\text{cc}/\text{m}^2/\text{day}$  หรือ  $\text{cc}/100\text{in}^2/\text{day}$  สำหรับฟิล์ม และ  $\text{cc}/\text{package}/\text{day}$  สำหรับภาชนะบรรจุขึ้นรูป



ภาพที่ 1 หลักการไอโซสแตติก และลักษณะกราฟที่ได้จากการทดลอง

## ส่วนประกอบของชุดทดสอบ

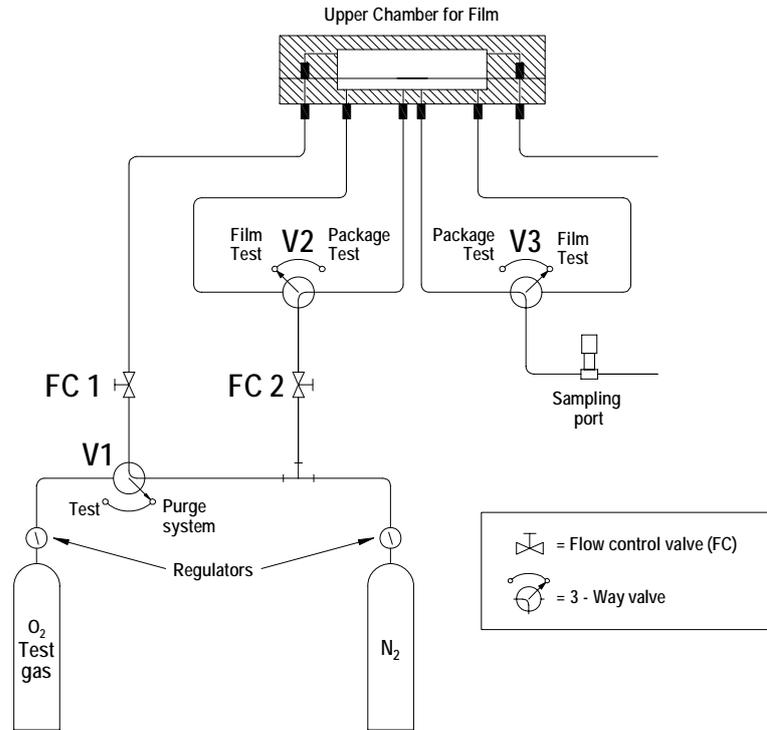
ส่วนประกอบของชุดทดสอบมีอยู่ 4 ส่วน คือ 1) ชุดฐาน 2) ฝาสำหรับฟิล์ม 3) ชุดจับยึด  
ชิ้นงาน 4) ฝาสำหรับภาชนะบรรจุชิ้นรูป 5) ตัวอย่างเป็นแผ่นฟิล์ม และ 6) ตัวอย่างเป็นขวด  
แสดงดังภาพที่ 2



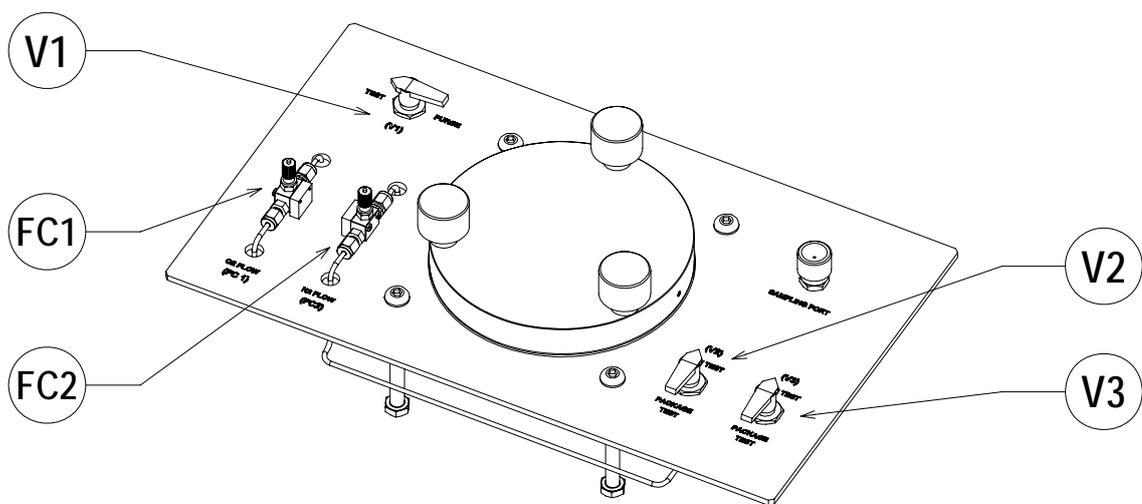
ภาพที่ 2 ส่วนประกอบของชุดทดสอบ

### ระบบวงจรท่อแก๊สและวาล์วของชุดทดสอบ

วงจรของชุดทดสอบประกอบไปด้วยชุดฝา กับวาล์วและท่อขนาด 1/8" ลักษณะวงจรแสดงดังภาพที่ 3 หมายเลขกำกับวาล์วของชุดทดสอบตามวงจร แสดงดังภาพที่ 4



ภาพที่3 ระบบวงจรการท่อแก๊สและวาล์วของชุดทดสอบ

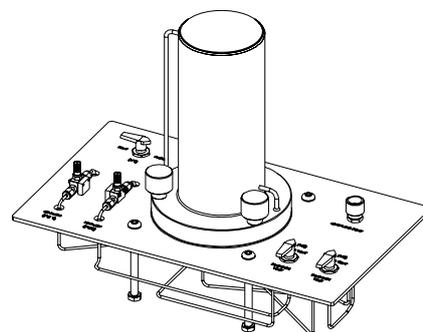
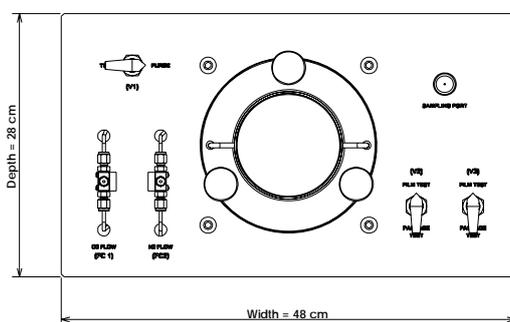
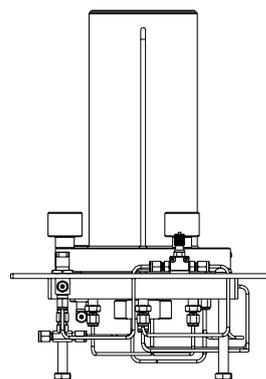
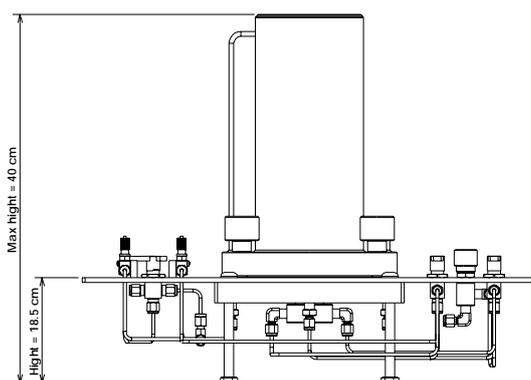


ภาพที่4 หมายเลขกำกับวาล์วต่างๆ ของชุดทดสอบ

## บทที่ 2 : คุณสมบัติเฉพาะ

### ขนาดและมิติ

ชนิดของชุดทดสอบ	ความสูง (cm)	ความกว้าง (cm)	ความลึก(cm)	น้ำหนัก (kg)
ชุดฟิล์ม	18.5	48	28	10
ชุดภาชนะขึ้นรูป	40	48	28	12

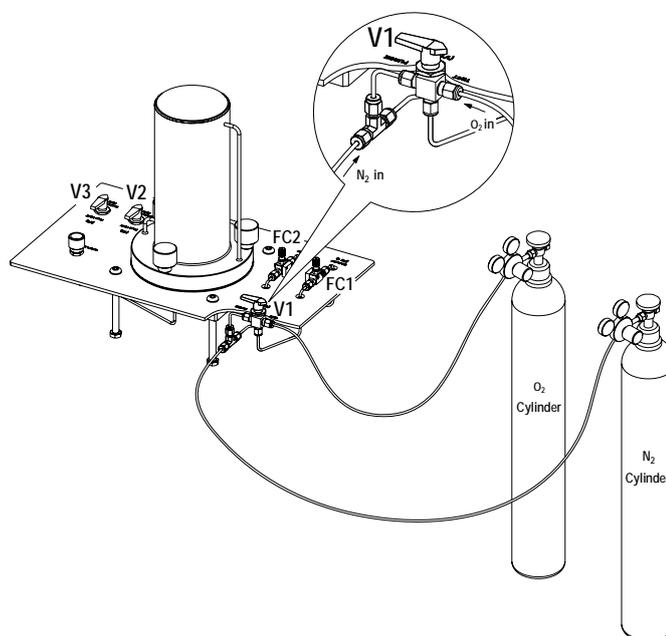


ภาพที่ 5 ขนาดของชุดทดสอบ

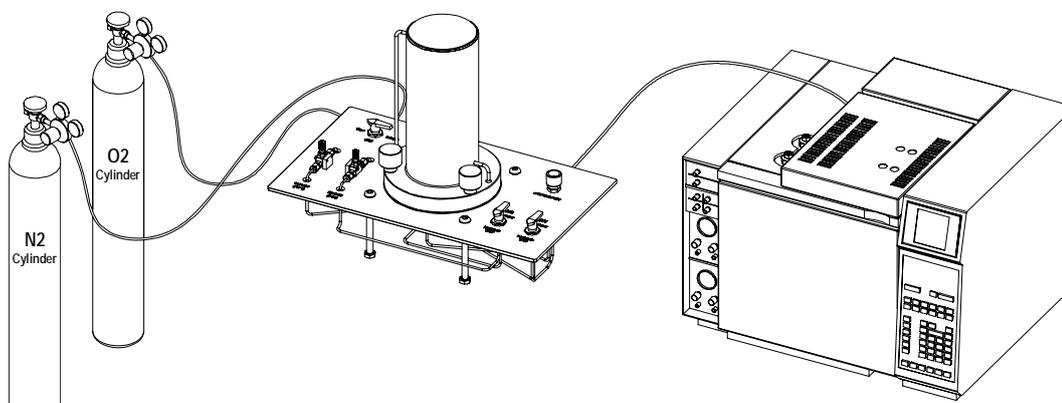
### บทที่ 3 : การติดตั้ง

#### การต่อเชื่อมชุดทดสอบกับถังแก๊ส (Gas cylinder)

นำท่อแก๊สขนาด 1/8" ที่ปลายด้านหนึ่งติดอยู่กับวาล์วของถังแก๊สไนโตรเจน และออกซิเจน ต่อเข้ากับชุดทดสอบโดยให้ท่อจากถังแก๊สออกซิเจนต่อเข้ากับวาล์ว FC1 และต่อท่อจากถังแก๊สไนโตรเจนต่อเข้ากับวาล์ว FC2 ดังภาพที่ 6 ส่วนปลายท่อทางออกของแก๊สไนโตรเจนหลังจากช่องเก็บแก๊ส นำไปต่อกับวาล์วเก็บตัวอย่างบนเครื่องวิเคราะห์แก๊ส ดังรูปที่ 7



ภาพที่ 6 การต่อชุดทดสอบกับถังแก๊ส

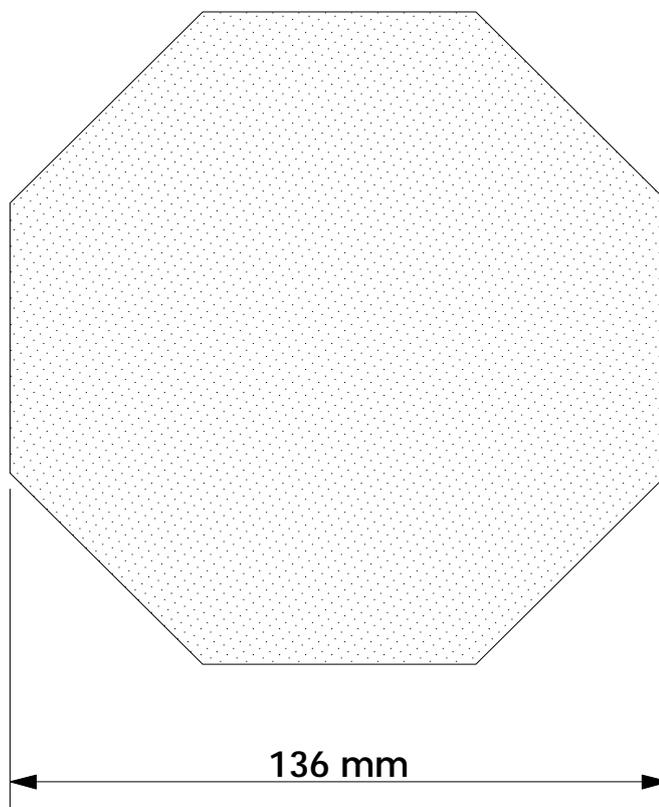


ภาพที่ 7 การต่อท่อทางออกแก๊สพาเข้าสู่วาล์วเก็บตัวอย่างของเครื่องวิเคราะห์แก๊ส

## บทที่ 4 : การทดสอบกับตัวอย่างฟิล์ม

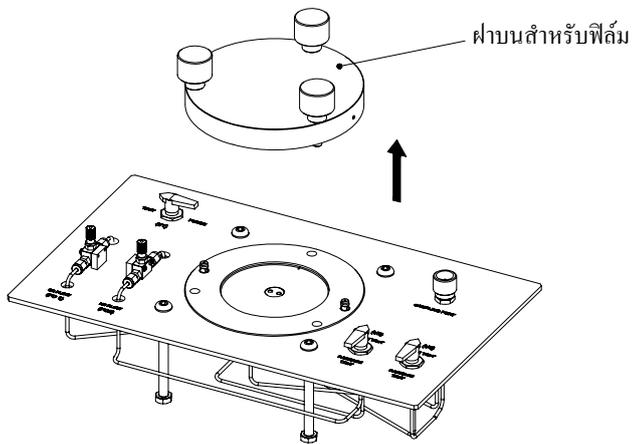
### 4.1 การเตรียมตัวอย่าง

- ตัวอย่างฟิล์มที่ใช้จะต้องปราศจาก รอยย่น รอยพับ รู (Pinholes) และมีความหนาที่เท่ากัน ขนาดของฟิล์มตัดตามภาพที่ 8
- ทำเครื่องหมายที่ผิวของฟิล์มด้านที่สัมผัสกับแก๊สออกซิเจน
- เก็บฟิล์มในสภาวะ  $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  และ 0%RH ที่ 24 ชั่วโมง

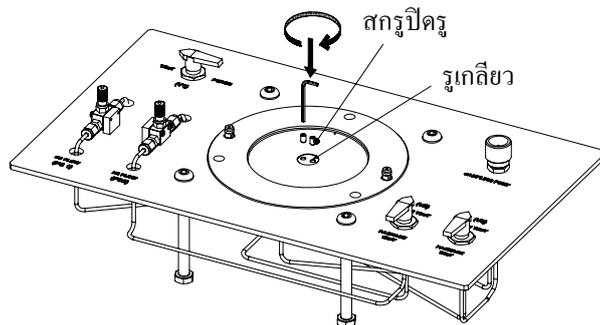


ภาพที่ 8 ขนาดสำหรับตัดฟิล์ม

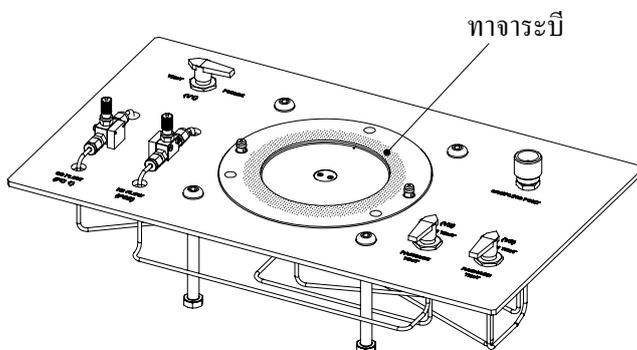
## 4.2 การประกอบตัวอย่างฟิล์มเข้ากับชุดทดสอบ



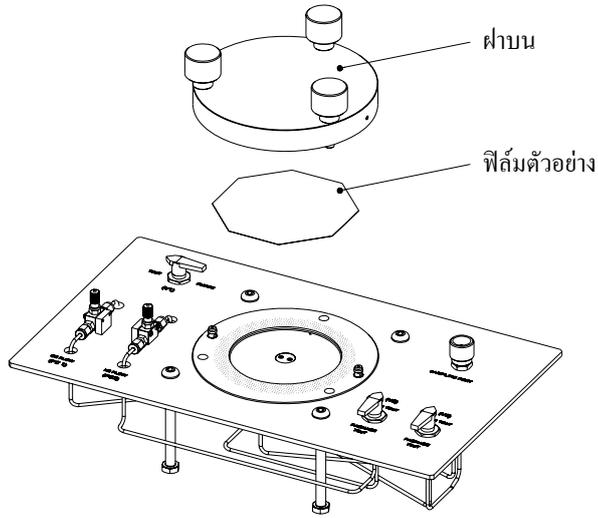
### 4.2.1 เปิดฝาสำหรับฟิล์มออก



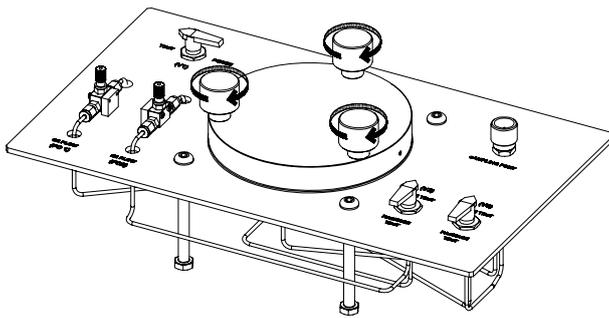
### 4.2.2 อุดรูทางเข้าของแก๊ส N<sub>2</sub> สำหรับทดสอบกับภาชนะบรรจุ โดยขันสกรูปิดรูตามรูป



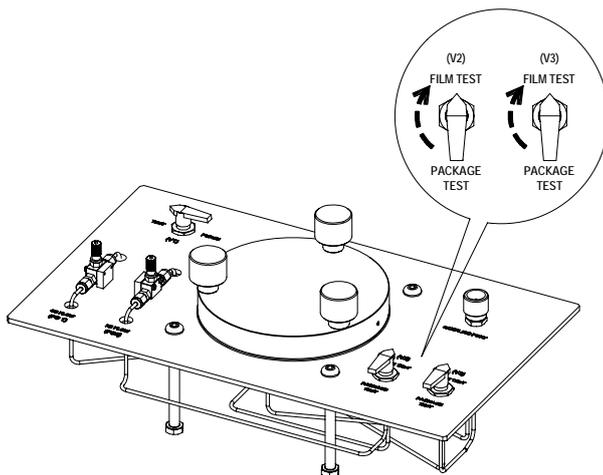
### 4.2.3 ทาจาระบีกันแก๊สออกซิเจนที่บริเวณขอบของชุดฐาน



4.2.4 นำฟิล์มที่ผ่านการเตรียมเรียบร้อยแล้ววางลงบนชุดฐาน ระวังอย่าให้ฟิล์มย่น



4.2.5 ปิดฝา โดยใส่ให้ตรงกับเดือยของฐานด้านล่าง ชั้นสกรูทั้งสามตัวให้แน่น

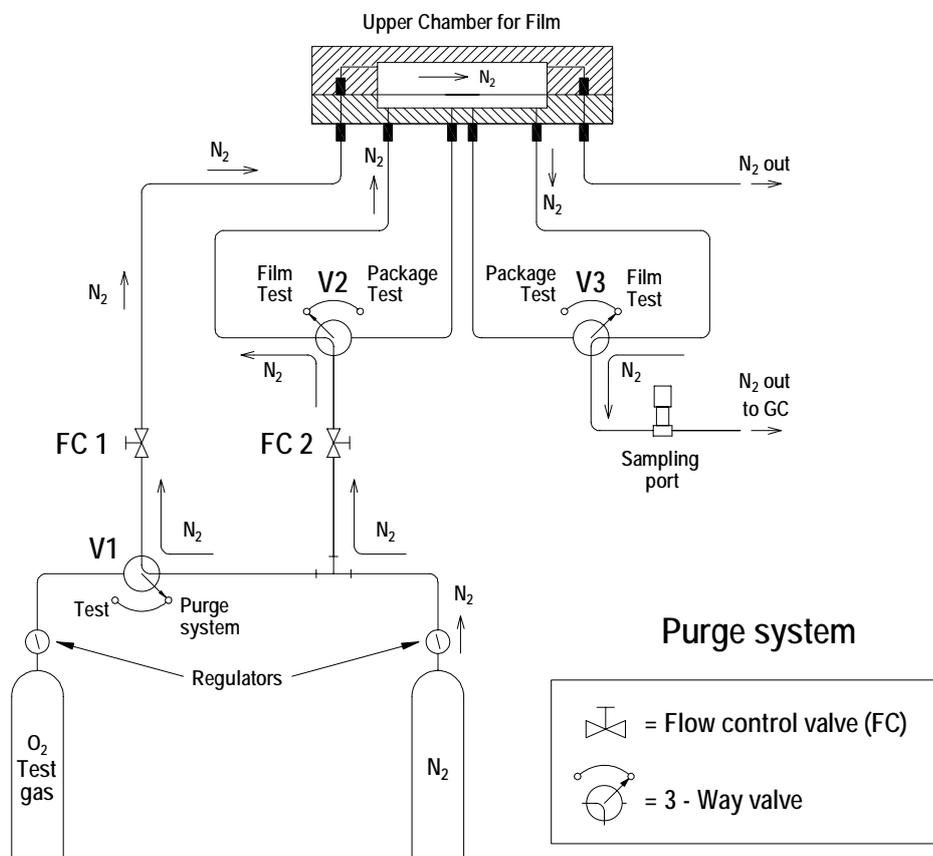


4.2.6 หมุนวาล์ว V2 และ V3 (ทิศทางตามเข็มนาฬิกา) ให้อยู่ในตำแหน่ง FILM TEST

### 4.3 การไล่อากาศภายในระบบ (PURGING) สำหรับการทดสอบฟิล์ม

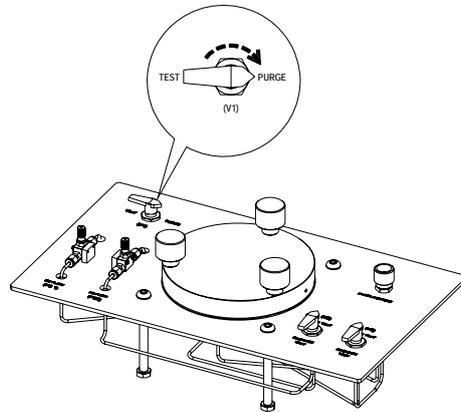
#### - ลักษณะและตำแหน่งวาล์วการของวงจรไล่อากาศในระบบ

ขั้นตอนนี้เป็นการไล่ออกซิเจนที่อยู่ภายในระบบออกให้หมดก่อนทำการทดสอบ โดยเปลี่ยนตำแหน่งวาล์วสามทาง V1 ในตำแหน่ง Purge System ตำแหน่งของวาล์ว V1 สำหรับการไล่อากาศภายในระบบ แสดงดังภาพที่ 9

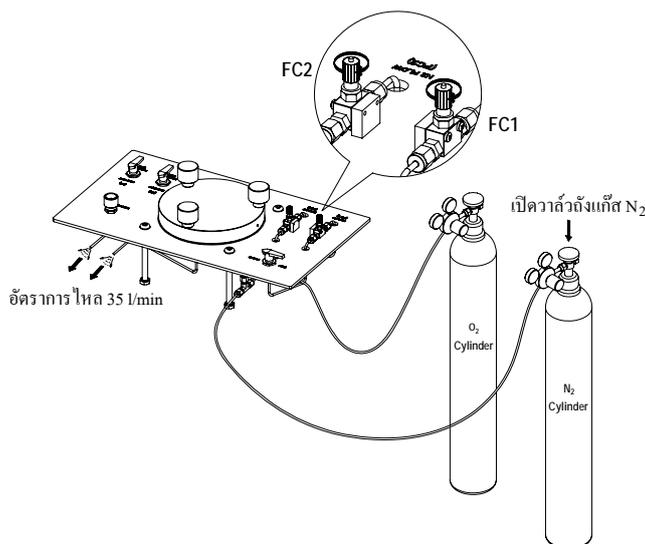


ภาพที่ 9 วงจรการไล่อากาศภายในระบบ (PURGING) สำหรับการทดสอบฟิล์ม

- ขั้นตอนการปรับชุดทดสอบสำหรับการไล่อากาศภายในระบบ

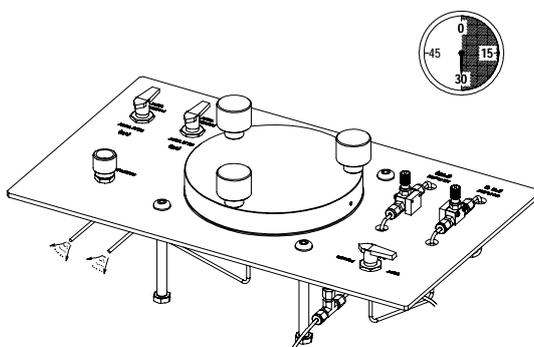


4.3.1 หมุนวาล์ว V1 ให้อยู่ในตำแหน่ง PURGE



4.3.2 เปิดวาล์วบนถังแก๊สไนโตรเจน ปรับความดันของ regulator ให้ได้ความดัน 0.1 MPa

4.3.3 จากวงจร แก๊สไนโตรเจนจะไหลผ่านห้องด้านบนและด้านล่าง ใช้วาล์ว FC1 และ FC2 คุมอัตราการไหลผ่านห้องด้านบนและด้านล่างตามลำดับ ปรับอัตราการไหลให้ได้ 35 l/min วัดอัตราการไหลที่ด้านปลายของท่อทางออกทั้งสอง ที่อยู่ด้านหลังของชุดทดสอบ โดยใช้ bubble flow

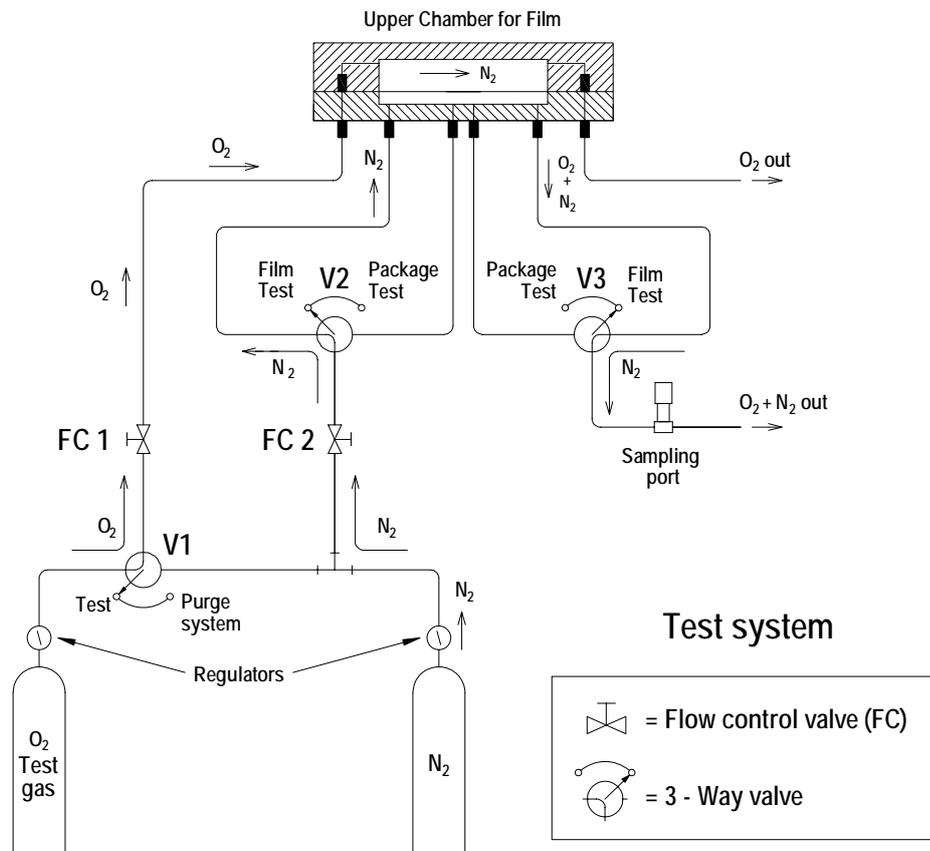


4.3.4 ปลอ่ยให้แก๊สไนโตรเจนไหล 30 นาทีเพื่อไล่ออกซิเจน (แก๊สทดสอบ) ออกจากระบบให้หมด

#### 4.4 การทดสอบตัวอย่างฟิล์ม

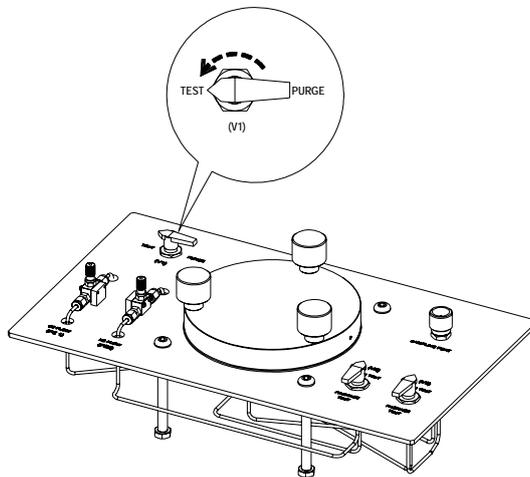
##### - ลักษณะและตำแหน่งวาล์วในระบบการทดสอบฟิล์ม

ขั้นตอนนี้เป็นารทดสอบ โดยเปลี่ยนตำแหน่งวาล์วสามทาง V1 ในอยู่ตำแหน่ง Test ตำแหน่งของวาล์ว V1 สำหรับการทดสอบ แสดงดังภาพที่ 10

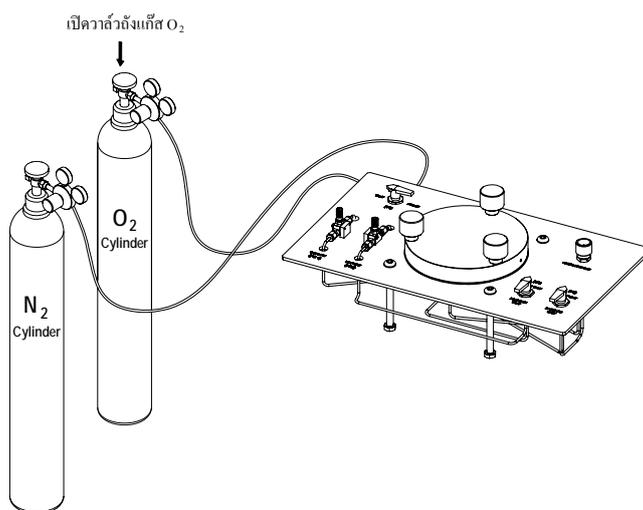


ภาพที่ 10 วงจรการทดสอบ (TEST) สำหรับการทดสอบฟิล์ม

- ขั้นตอนการปรับชุดทดสอบสำหรับการทดสอบฟิล์ม

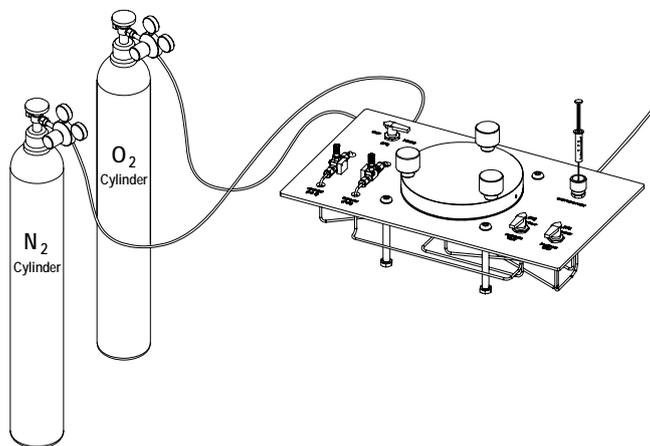


4.4.1 หมุนวาล์ว V1 (ทิศทางตามเข็มนาฬิกา) ให้อยู่ในตำแหน่ง TEST



4.4.2 เปิดวาล์วบนถังแก๊สไนโตรเจน และแก๊สออกซิเจน ปรับความดันของ regulator ให้ได้ความดัน 0.1 MPa

4.4.3 แก๊สออกซิเจน จะไหลเข้าสู่ห้องด้านบน โดยอัตราการไหลจะมีค่าเท่ากับอัตราการไหลของไนโตรเจนที่ผ่านห้องด้านบน จากการตั้งในครั้งแรก



4.4.4 ระหว่างการทดลองนำเข็มเก็บตัวอย่าง (syringe) เก็บตัวอย่างแก๊สผ่าน sampling port เป็นระยะๆ เพื่อไปวิเคราะห์โดยเครื่องวิเคราะห์แก๊ส บันทึกค่าที่ได้ การทดลองจะสิ้นสุดเมื่อผลที่ตรวจสอบได้ไม่มีการเปลี่ยนแปลง (steady stage)

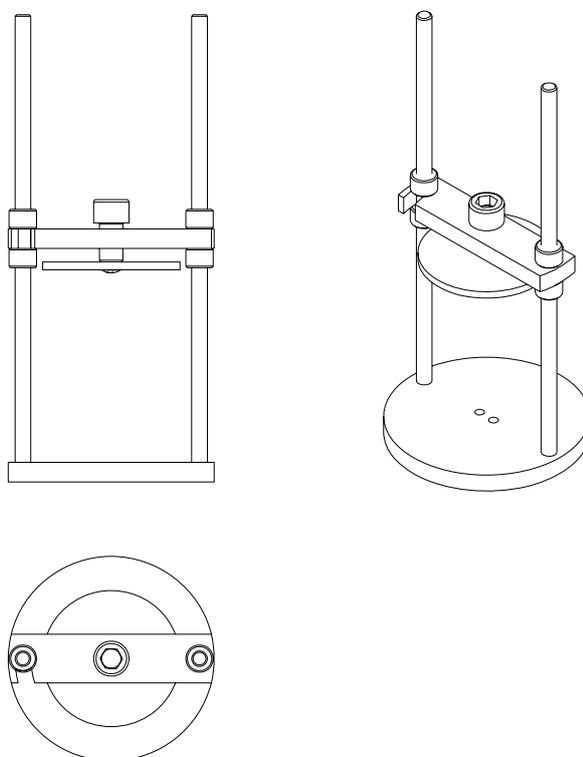
## บทที่ 5 : การทดสอบกับตัวอย่างภาชนะบรรจุขึ้นรูป

### 5.1 การเตรียมตัวอย่าง

- ตัวอย่างภาชนะบรรจุพลาสติกที่ใช้จะต้องปราศจาก รอยย่น รอยพับ และรู (pinholes)
- หาปริมาตรภายในภาชนะบรรจุโดยใช้หลักการแทนที่น้ำ
- เก็บภาชนะบรรจุในสภาวะ  $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  และ 0%RH ที่ 24 ชั่วโมง

### 5.2 การจับยึดภาชนะบรรจุพลาสติกคงรูปเข้ากับชุดทดสอบ

รูปแบบของภาชนะบรรจุพลาสติกคงรูปที่สามารถใช้กับชุดทดสอบ มี 2 แบบ คือ ขวด (bottle) และถ้วย (cup) ด้วยลักษณะทางกายภาพที่แตกต่างกันทำให้การจับยึดตัวอย่างทั้ง 2 แบบต่างกันด้วย โดยใช้อุปกรณ์จับยึดตัวอย่าง ดังภาพที่ 11



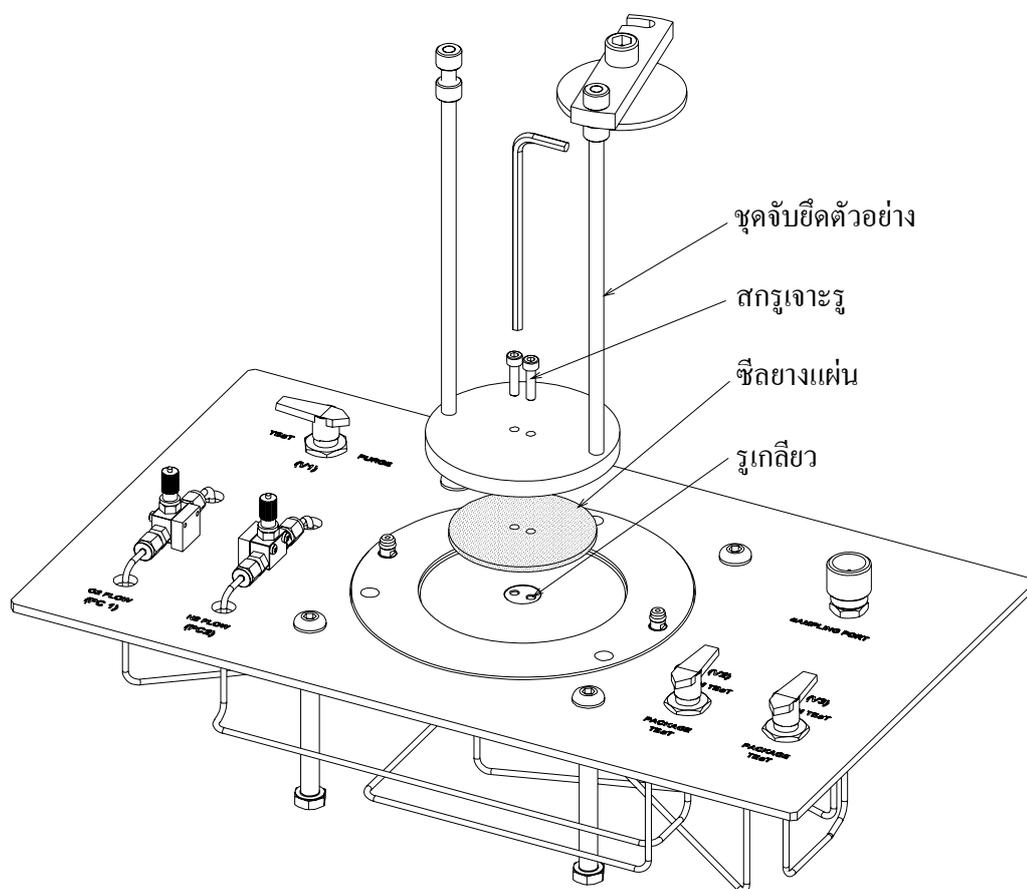
ภาพที่ 11 อุปกรณ์จับยึดตัวอย่าง

### 5.3 การติดตั้งชุดจับยึดตัวอย่างเข้ากับชุดทดสอบ

ประกอบชุดจับยึดเข้ากับชุดฐาน ยึดโดยประแจหกเหลี่ยมชั้นสกรูเจาะรู เข้ากับชุดฐานให้แน่น โดยใช้ซีลยางแผ่นเป็นตัวป้องกันการรั่วของแก๊ส ลักษณะการประกอบชุดจับยึดตัวอย่างเข้ากับชุดฐานแสดงดังภาพที่ 12 ขั้นตอนของการจับยึดตัวอย่างจะแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ

5.3.1 การใช้ชุดจับยึดกับภาชนะบรรจุพลาสติกทรงรูปประเพทขวด

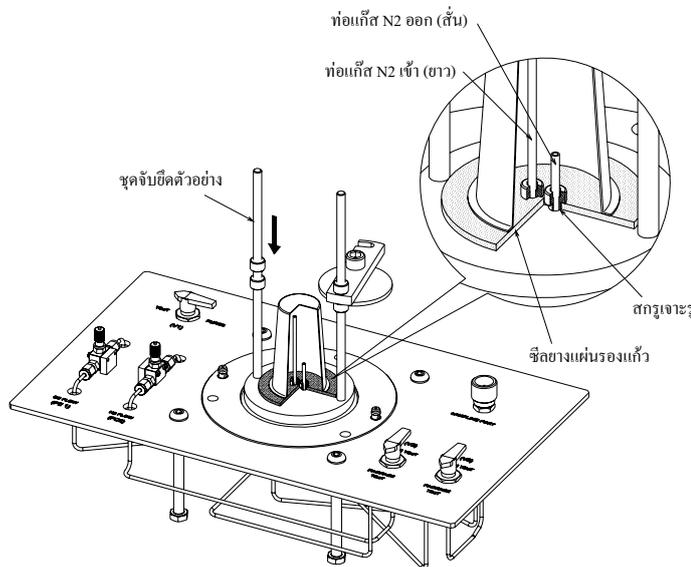
5.3.2 การใช้ชุดจับยึดกับภาชนะบรรจุพลาสติกทรงรูปประเพทถ้วย



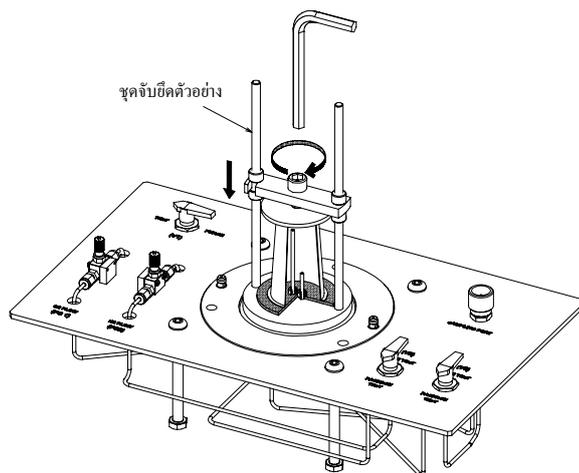
ภาพที่ 12 ลักษณะการประกอบชุดจับยึดตัวอย่างเข้ากับชุดฐาน



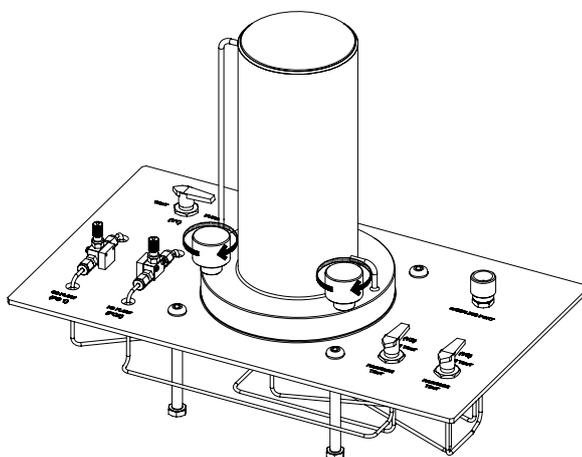
### 5.3.2 การใช้ชุดจับยึดกับภาชนะบรรจุพลาสติกทรงรูปประเทถ้วย



1. การจับยึดถ้วย โดยใช้ชุดจับยึดตัวเดิม ทำโดยเปลี่ยนอุปกรณ์ คือนำซิลยางปากขวดออก แล้วเปลี่ยนเป็นซิลแผ่นยางรองถ้วย
2. หมุนแป้นเกลียวปรับระดับความสูงให้อยู่ในระดับใกล้เคียงกับความสูงของถ้วยที่นำมาทดสอบ



3. ชันสกรูด้านบนเบาๆ เพื่อล็อกถ้วย ระวังอย่าขันมากเกินไปจนอาจทำให้ถ้วยตัวอย่างเสียหายได้

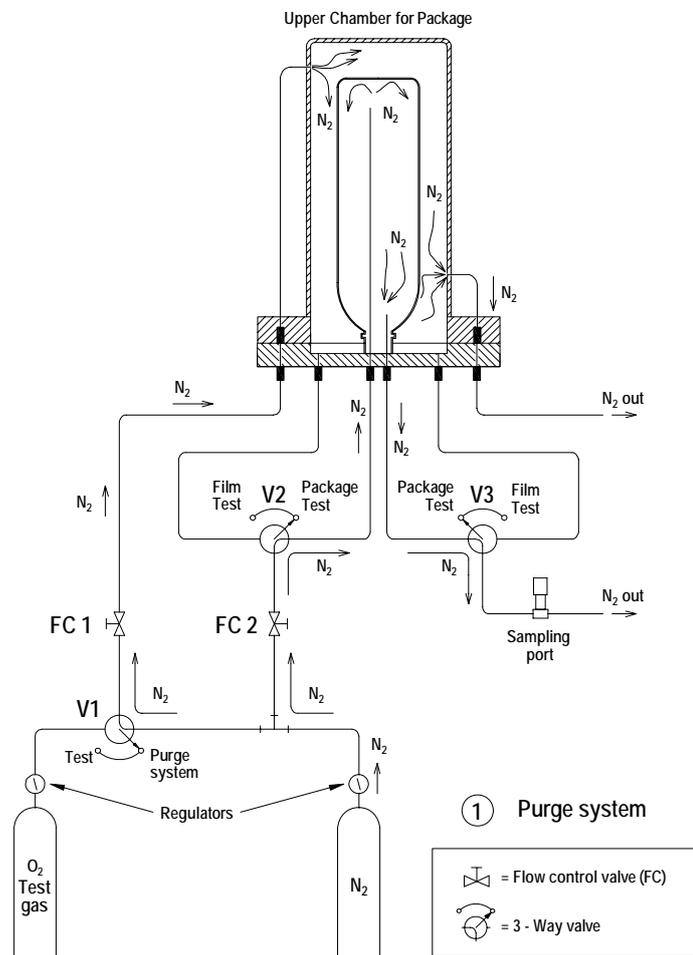


4. ปิดฝา โดยใส่ให้ตรงกับเดือยของฐานด้านล่าง ชันสกรูทั้งสามตัวให้แน่น

## 5.4 การไล่อากาศภายในระบบ (PURGING) สำหรับการทดสอบภาชนะบรรจุ

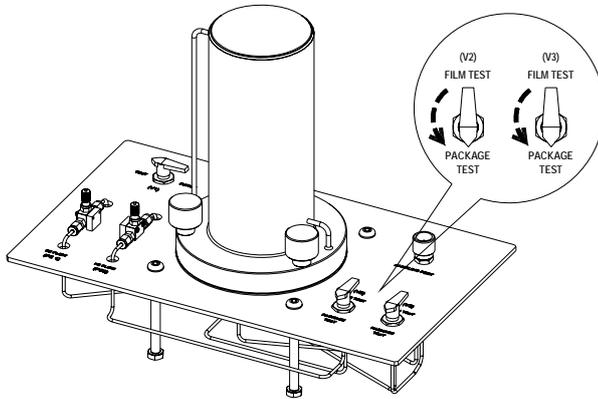
### - ลักษณะและตำแหน่งวาล์วในระบบการทดสอบภาชนะบรรจุ

ขั้นตอนนี้เป็นการทดสอบ โดยเปลี่ยนตำแหน่งวาล์วสามทาง V1 ในอยู่ตำแหน่ง Test ตำแหน่งของวาล์ว V1 สำหรับการทดสอบ แสดงดังภาพที่ 13

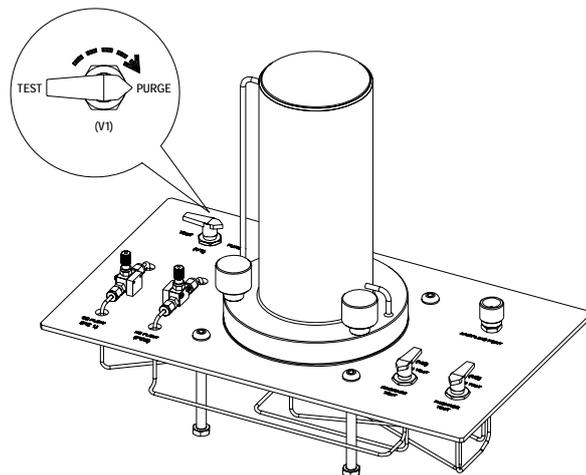


ภาพที่ 13 วงจรการไล่อากาศภายในระบบ (PURGING) สำหรับการทดสอบภาชนะบรรจุคงรูป

## - ขั้นตอนการปรับชุดทดสอบสำหรับการไล่อากาศภายในระบบ

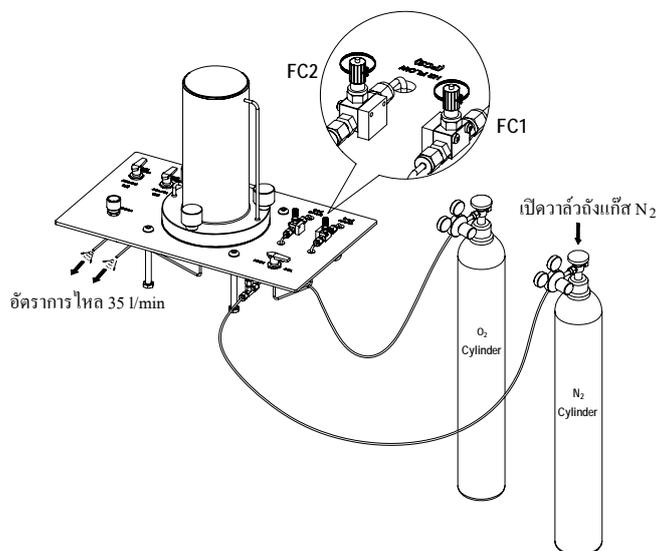


5.4.1 ปรับตำแหน่ง วาล์วสามทาง V2 และ V3 ในทิศทางทดสอบภาชนะบรรจุจุกรูป (Package test)

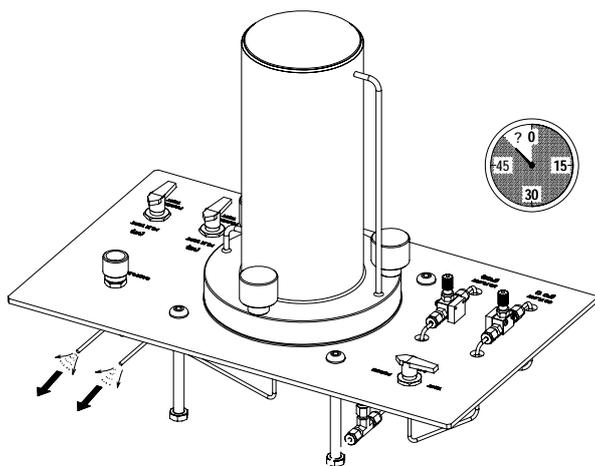


5.4.2 หมุนวาล์ว V1 ในตำแหน่ง PURGE

5.4.3 เปิดวาล์วบนถังแก๊สไนโตรเจน ปรับความดันของ regulator ให้ได้ความดัน 0.1 MPa



5.4.4 จากวงจร แก๊สไนโตรเจนจะไหลผ่านห้องด้านบนและด้านล่าง ใช้วาล์ว FC1 และ FC2 คุมอัตราการไหลผ่านห้องด้านบนและด้านล่างตามลำดับ ปรับอัตราการไหลให้ได้ 35 l/min วัดอัตราการไหลที่ด้านปลายของท่อทางออกทั้งสอง ที่อยู่ด้านหลังของชุดทดสอบ โดยใช้ bubble flow



5.4.5 ปลอยให้แก๊สไนโตรเจนไหล เพื่อให้แก๊สออกซิเจน เหลืออยู่ในระบบน้อยที่สุด (เวลาในการไล่อากาศภายในระบบขึ้นอยู่กับ ปริมาตรของภาชนะบรรจุ ตาม ตารางที่ 1)

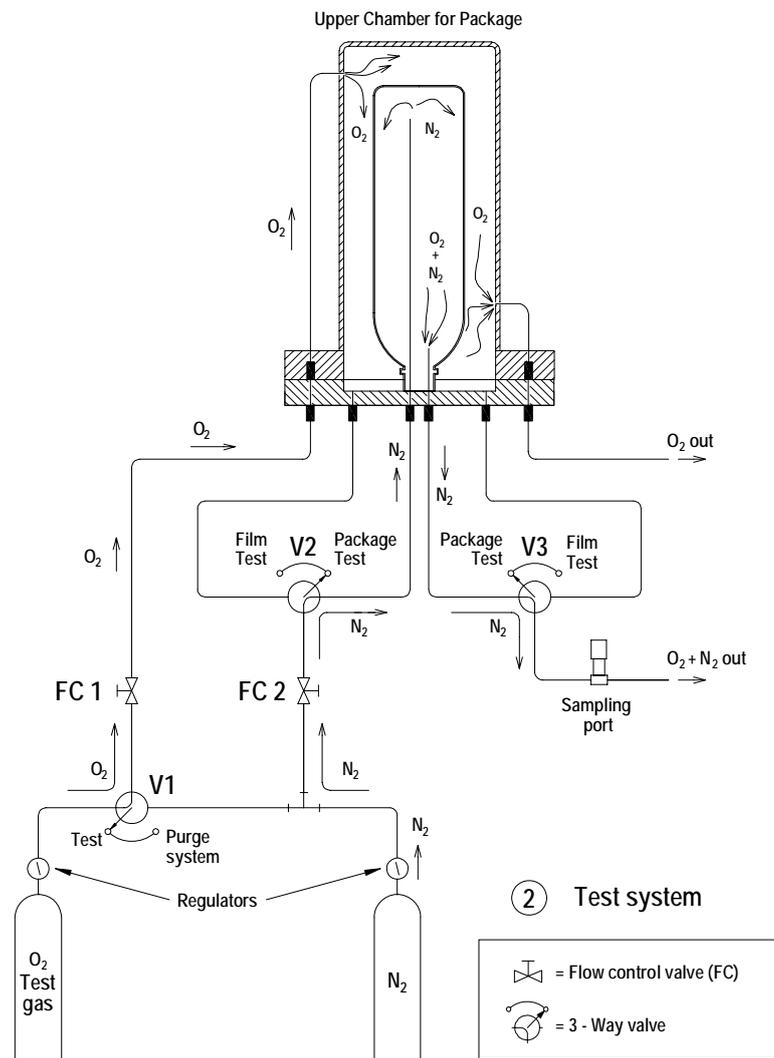
**ตารางที่ 1** เวลาในการไล่อากาศในระบบ (purging system)

ปริมาตร (mL)	Purging Time
< 100	30 min
100 – 200	1 h
200 – 500	2 h
500 - 1000	> 3 h

### 5.5 การทดสอบตัวอย่างภาชนะบรรจุขึ้นรูป

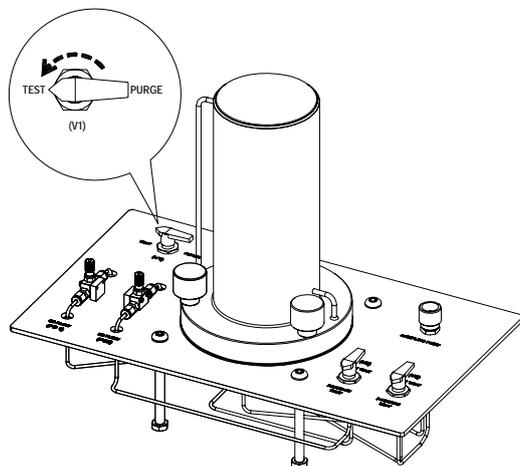
- ลักษณะและตำแหน่งวาล์วในระบบการทดสอบภาชนะบรรจุ

ขั้นตอนนี้เป็นารทดสอบ โดยเปลี่ยนตำแหน่งวาล์วสามทาง V1 ในอยู่ตำแหน่ง Test ตำแหน่งของวาล์ว V1 สำหรับการทดสอบ แสดงดังภาพที่ 14

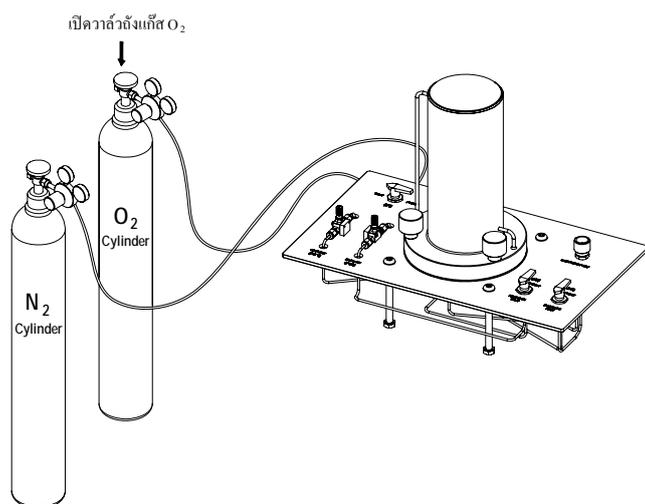


ภาพที่ 14 วงจรการทดสอบ (TESTING) สำหรับการทดสอบภาชนะบรรจุขึ้นรูป

- ขั้นตอนการปรับชุดทดสอบสำหรับการทดสอบภาวะบรรจุ

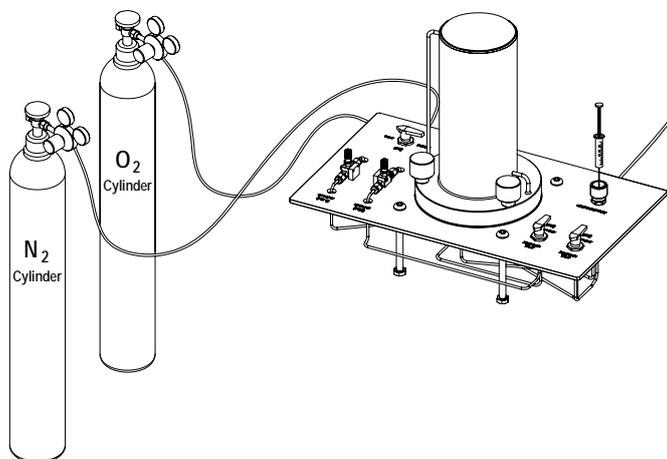


5.5.1 หมุนวาล์ว V1 (ทิศทางตามเข็มนาฬิกา) ให้อยู่ในตำแหน่ง TEST



5.5.2 เปิดวาล์วบนถังแก๊สไนโตรเจน และแก๊สออกซิเจน ปรับความดันของ regulator ให้ได้ความดัน 0.1 MPa

5.5.3 แก๊สออกซิเจน จะไหลเข้าสู่ห้องด้านบน โดยอัตราการไหลจะมีค่าเท่ากับอัตราการไหลของไนโตรเจนที่ผ่านห้องด้านบน จากการตั้งในครั้งแรก



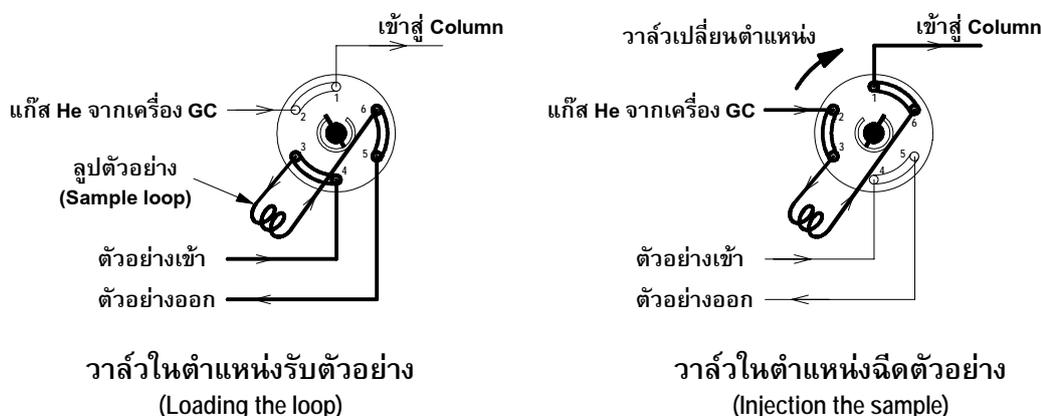
5.5.4 ระหว่างการทดลองนำเข็มเก็บตัวอย่าง (syringe) เก็บตัวอย่างแก๊สผ่าน sampling port เป็นระยะๆ เพื่อไปวิเคราะห์โดยเครื่องวิเคราะห์แก๊ส บันทึกค่าที่ได้ การทดลองจะสิ้นสุดเมื่อผลที่ตรวจสอบได้ไม่มีการเปลี่ยนแปลง (steady stage)

## บทที่ 6 : การเตรียมแก๊สมาตรฐาน

เครื่องวิเคราะห์แก๊สโคมาโทกราฟี (gas chromatography) สามารถใช้วิเคราะห์แก๊สได้ทั้งคุณภาพและปริมาณ ก่อนใช้เครื่องต้องทำการหาเวลาแสดงผลของแก๊ส (retention time) ที่เราต้องการตรวจสอบ และสร้างกราฟเทียบค่า (calibration graph) ของแก๊สทดสอบ (แก๊สออกซิเจน) เพื่อใช้เปรียบเทียบค่าของแก๊สออกซิเจนขณะทำการทดสอบ (unknown) ว่ามีปริมาณของแก๊สทดสอบขณะนั้นเท่าใด โดยเตรียมแก๊สมาตรฐาน จากการผสมแก๊ส (mixing gas) ระหว่างแก๊สทดสอบ (แก๊สออกซิเจน) กับแก๊สพา (แก๊สไนโตรเจน) ที่มีความเข้มข้นของแก๊สทดสอบแตกต่างกัน จากปริมาณน้อย ๆ ไปมาก นำแก๊สผสมแต่ละตัวอย่างฉีดเข้าเครื่องวิเคราะห์แก๊ส บันทึกปริมาณความเข้มข้นของแก๊สออกซิเจน เวลาแสดงผล (retention time) และ พื้นที่แสดงผล (area response) นำข้อมูลที่ได้เขียนกราฟระหว่าง พื้นที่แสดงผล (แกน X) กับ ปริมาณแก๊สความเข้มข้นของแก๊สทดสอบ (แกน Y)

หลักการเบื้องต้นการเตรียมแก๊สมาตรฐานจะทำการคำนวณปริมาณแก๊สออกซิเจนเมื่อเทียบจากปริมาตรของกระป๋องผสมแก๊ส แล้วนำแก๊สที่ต้องการผสมนำไปผสมในกระป๋องผสมแก๊ส ที่ภายในบรรจุด้วยแก๊สไนโตรเจน

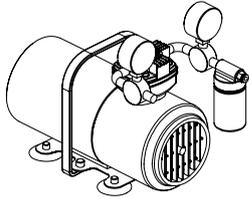
สำหรับแก๊สมาตรฐานในงานวิจัยนี้ ต้องเตรียมให้แก๊สมาตรฐานมีความดันมากกว่าความดันบรรยากาศ เนื่องจากระบบฉีดแก๊สเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์แก๊สไม่ได้ใช้เข็มในการฉีด แต่ใช้ระบบวาล์วฉีดตัวอย่าง (gas sampling valve) ประโยชน์ของระบบนี้ที่ดีกว่าการใช้เข็มฉีดแก๊สคือปริมาณของตัวอย่างที่ฉีดเข้าสู่เครื่องจะเท่ากันทุกครั้งโดยควบคุมปริมาตรของแก๊สโดยลูปตัวอย่าง (sample loop) ตามภาพที่ 15 แก๊สที่จะเข้าสู่วาล์วจะต้องมีการไหล จึงเป็นเหตุที่ต้องเตรียมแก๊สมาตรฐานให้มีความดันมากกว่าความดันบรรยากาศ เพื่อให้แก๊สเกิดการไหลเข้าสู่อุปกรณ์ที่ต้องใช้ และขั้นตอนการเตรียมมีดังต่อไปนี้



ภาพที่ 15 ลักษณะการทำงานของวาล์วฉีดตัวอย่าง

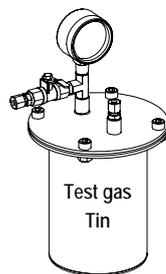
## อุปกรณ์ที่ใช้

1.



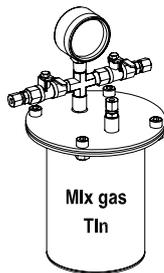
- ปั๊มสุญญากาศ

2.



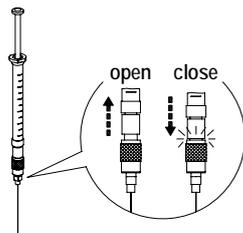
- ครอบป้องกันแก๊สทดสอบ

3.



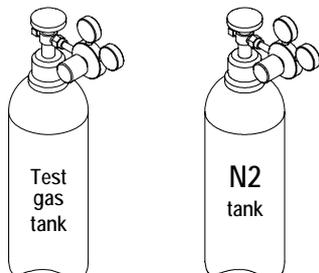
- ครอบป้องกันแก๊ส

4.



- เข็มฉีดยาแบบมีวาล์วเปิดและปิด

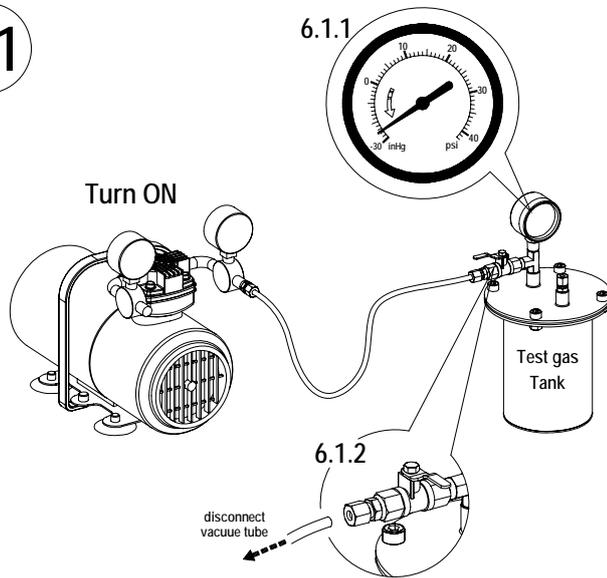
5.



- แก๊สที่ต้องการทดสอบ และแก๊สไนโตรเจน

## ขั้นตอนการเตรียมแก๊สมาตรฐาน

### 6.1

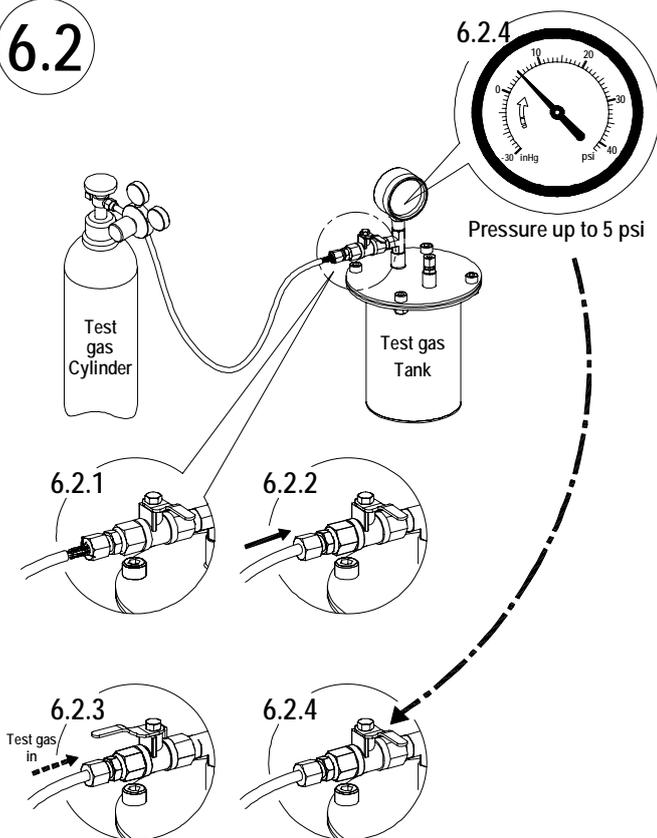


6.1 เริ่มต้นเตรียมแก๊สทดสอบ โดยใช้กระป๋องเก็บแก๊สทดสอบ โดย

6.1.1 ต่อท่อจากปั๊มสุญญากาศ เข้ากับกระป๋อง เปิดปั๊มให้ทำงาน แล้วเปิดวาล์วด้านขวาของกระป๋อง รอให้ความดันเป็นสุญญากาศประมาณ 5 นาที (สังเกตความดันจากเกจ)

6.1.2 ปิดวาล์วด้านขวา แล้วดึงท่อสุญญากาศออก

### 6.2



6.2 บรรจุแก๊สทดสอบเข้าสู่กระป๋องแก๊สทดสอบ

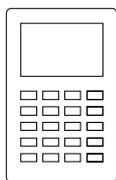
6.2.1 เปิดแก๊สจากถัง เอาปลายสายมาจ่อใกล้ ๆ วาล์วด้านขวา เพื่อใส่แก๊สภายในท่อประมาณ 1 นาที

6.2.2 เลียบท่อเข้าสู่วาล์วด้วยความรวดเร็ว

6.2.3 ค่อยๆ เปิดวาล์วด้านขวาให้แก๊สเข้าสู่กระป๋อง

6.2.4 รอจนความดันภายในกระป๋องถึง 5 psi แล้วจึงปิดวาล์วด้านขวา

6.3

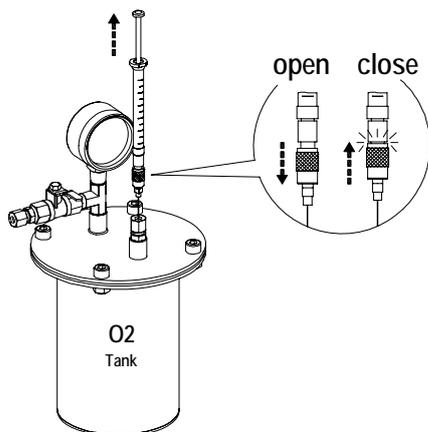


Calculated volume of test gas from ppm to ml compare with volume of mix Tank

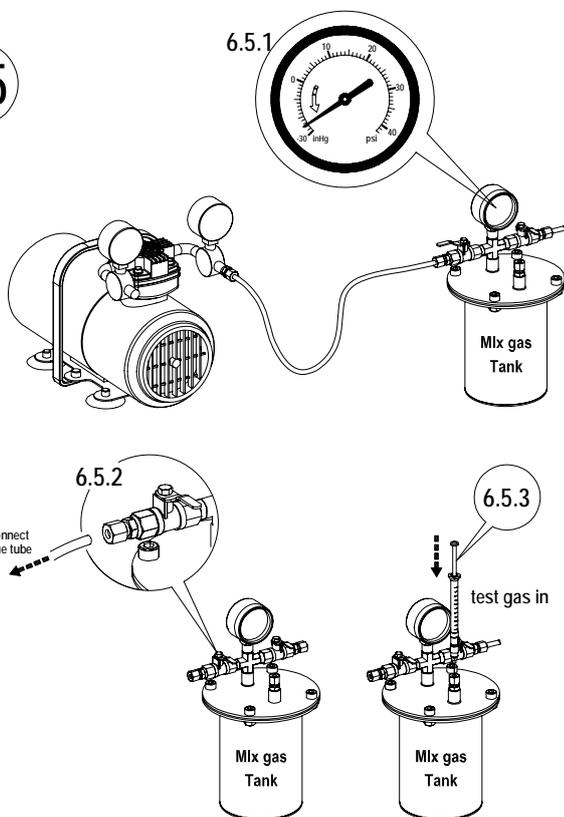
Volume of test gas (ml)

$$= [\text{concentration (ppm)} \times \text{volume of mix tin}] / 10^6$$

6.4



6.5



6.3 ทำการคำนวณ ปริมาณแก๊สทดสอบที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน จาก ppm ให้เป็น ml โดยเทียบกับปริมาตรของกระป๋องผสมก๊าซ

6.4 ดูดแก๊สออกจากกระป๋องผ่านช่องจุกยาง (septum) ให้ได้ปริมาตรตามที่คำนวณไว้ โดยใช้เข็มฉีดแก๊สแบบมีวาล์วเปิดและปิด หลังจากที่ได้ดูดแก๊สได้ปริมาตรตามต้องการ ให้ปิดวาล์วของเข็มแล้วค่อยดึงเข็มออกจากกระป๋อง

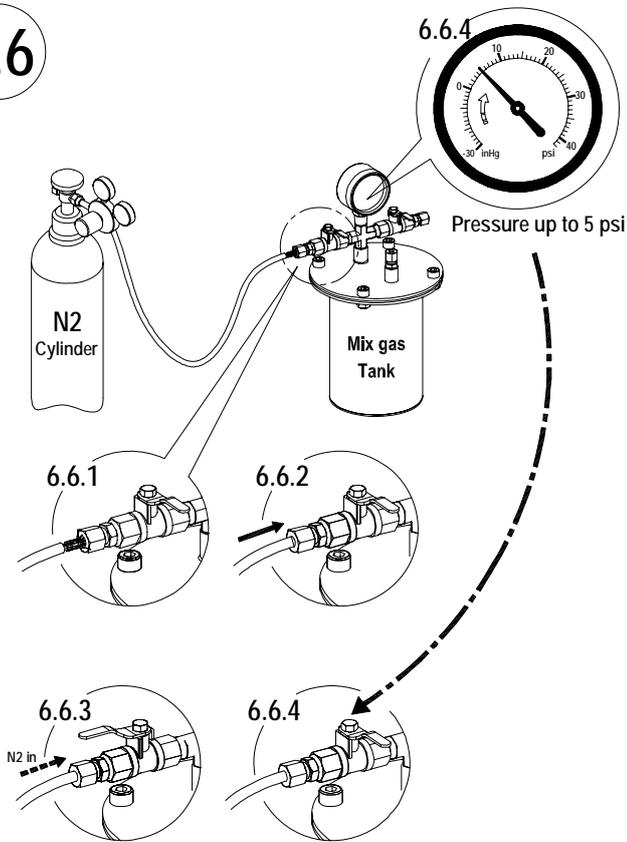
6.5 ใส่แก๊สทดสอบลงไปยังกระป๋องผสมแก๊ส

6.5.1 ต่อกท่อจากปั๊มสุญญากาศ เข้ากับกระป๋อง เปิดปั๊มให้ทำงานแล้วเปิดวาล์วด้านขวา รอให้ความดันเป็นสุญญากาศประมาณ 5 นาที (สังเกตความดันจากเกจ)

6.5.2 ปิดวาล์ว

6.5.3 นำเข็มที่ดูดแก๊สทดสอบฉีดเข้าสู่กระป๋องผสมแก๊ส เปิดวาล์วที่เข็มแก๊สภายในเข็มจะไหลเข้าสู่กระป๋องส่วนหนึ่งโดยสุญญากาศ แล้วดันก้านเข็มให้สุดเสร็จแล้วดึงเข็มออก

6.6



6.6 หลังจากที่ใช้แก๊สทดสอบลง  
ไปแล้ว ต่อไปใส่แก๊สไนโตรเจนลงไป  
ในกระป๋องผสมแก๊ส เพื่อให้แก๊สผสม  
กันได้ทั่ว

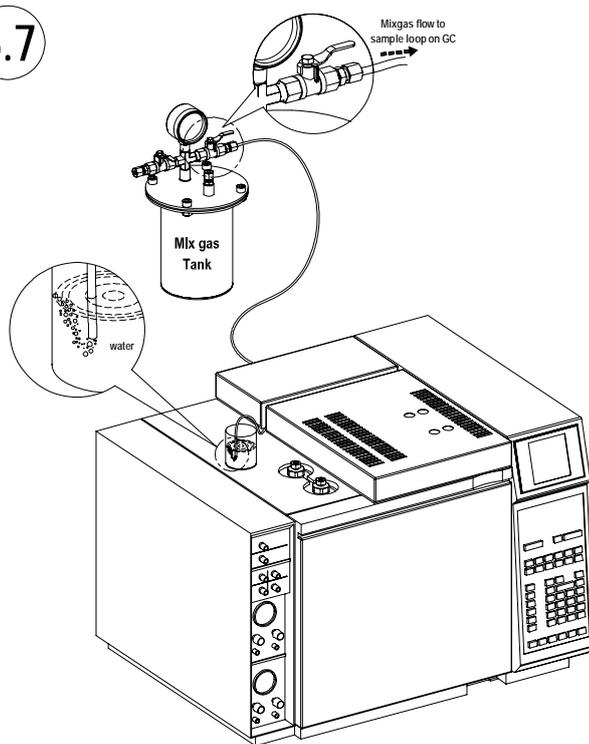
6.6.1 เปิดแก๊สจากถัง เออปลายสาย  
มาจ่อใกล้ ๆ วาล์ว เพื่อใส่  
แก๊สภายในท่อ ประมาณ 1  
นาที

6.6.2 เสียบท่อเข้าสู่วาล์วด้านขวา  
ด้วยความรวดเร็ว

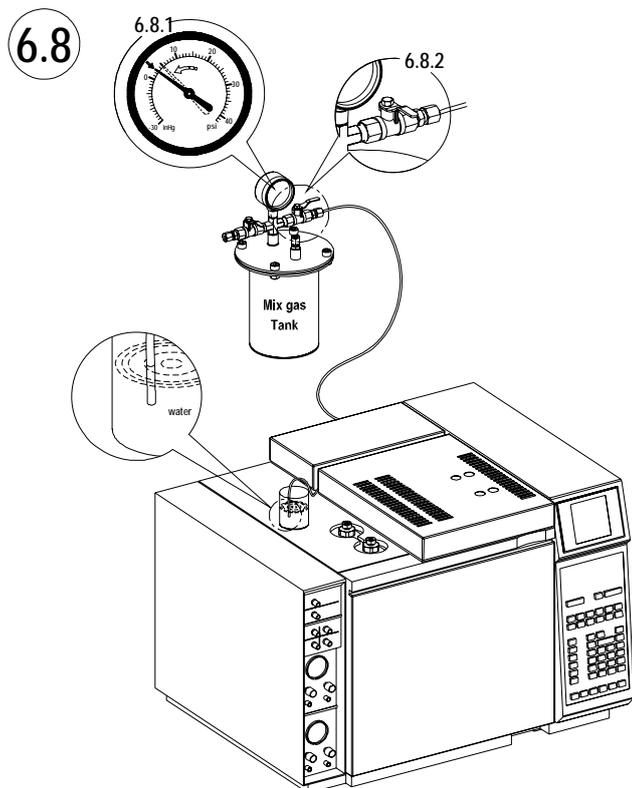
6.6.3 ค่อยๆ เปิดวาล์วด้านขวาให้  
แก๊สไนโตรเจนไหลเข้าสู่  
กระป๋อง

6.6.4 รอจนความดันภายในกระป๋อง  
ถึง 5 psi แล้วจึงปิดวาล์ว  
ด้านขวา

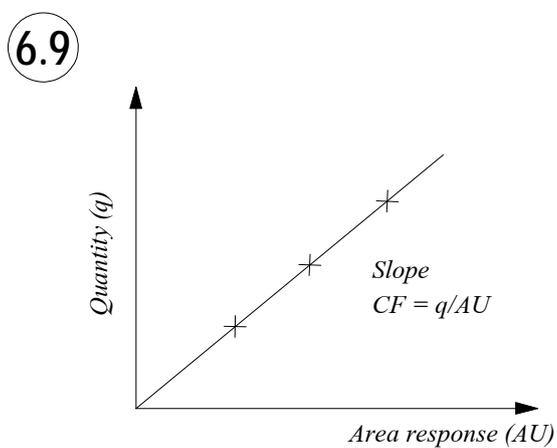
6.7



6.7 เปิดวาล์วด้านซ้ายให้แก๊สที่  
ผสมแล้วไหลผ่านวาล์วจีด  
ตัวอย่าง (injection valve) ที่  
อยู่บนเครื่องวิเคราะห์แก๊ส  
ปลายท่อที่แก๊สออกใช้น้ำเป็น  
ตัวกักแก๊สให้อยู่ภายในลูป  
(loop) เมื่อมีการไหลของแก๊ส  
จะเกิดฟองอากาศในน้ำ  
ตลอดเวลา



6.8 ในการเปิดตัวอย่างให้ผ่านลูป (loop) ช่วงแรกต้องให้แก๊สผสมไหลไล่แก๊สที่มีค้างภายในลูป (loop) โดยเปิดแก๊สไหลทิ้งจนความดันในกระป๋องลดลงเหลือ 3 psi ให้ปิดวาล์วด้านซ้ายที่กระป๋องผสมแก๊ส และรอจนกระทั่งฟองอากาศที่ปลายท่อหมดแก๊สผสมจะถูกกักอยู่ในลูป (loop) พร้อมสำหรับการฉีดเข้าวิเคราะห์แก๊ส



6.9 ทำให้ครบทุกชั้นของความเข้มข้น ตามที่กำหนดไว้ นำค่าที่ได้ไปเขียนกราฟพร้อมหาความชัน