

บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

3.1.1 พอลิเอทิลีนเทอแรพธาเลตเกรดฉีดรีไซเคิล (บริษัท เพชรแพค จำกัด)

3.1.2 พอลิโพรพิลีนเกรดฉีดรีไซเคิล (สถาบันค้นคว้าและพัฒนาเทคโนโลยีการผลิตทางอุตสาหกรรม)

3.1.3 สารเพิ่มน้ำหนักโมเลกุล (Carbonyl Bis-Caprolactam, บริษัท Star Color Co.Ltd.)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 ตู้อบ

3.2.2 อุปกรณ์ดูดความชื้น (Desiccator)

3.2.3 เครื่องอัดรีดสกรูคู่ (Brabender)

3.2.4 เครื่องอัดขึ้นรูป (Model LP50, Labtech Engineering)

3.2.5 เครื่องตัดเม็ด

3.2.6 เครื่องชั่ง (Analytical Balance)

3.2.7 เครื่องบดพลาสติก

3.2.8 เครื่องตัดชิ้นงานขึ้นรูปดัมเบล

3.2.9 เครื่องบากชิ้นงาน

3.2.10 เครื่องผสมแบบแขนเดี่ยว (Model IXER 50, Bosco Engineering)

3.2.11 เครื่อง ThermoHake PolyDrive (single Extruder)

3.2.12 เครื่องดึงเส้นใย

3.2.13 เครื่องอบเม็ดคีย์หือ motan

3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ

3.3.1 เครื่องทดสอบแรงดึงยืด (Model H 50 KS, Hunsfield)

3.3.2 เครื่องทดสอบแรงกระแทก (Model 6546, Ceast)

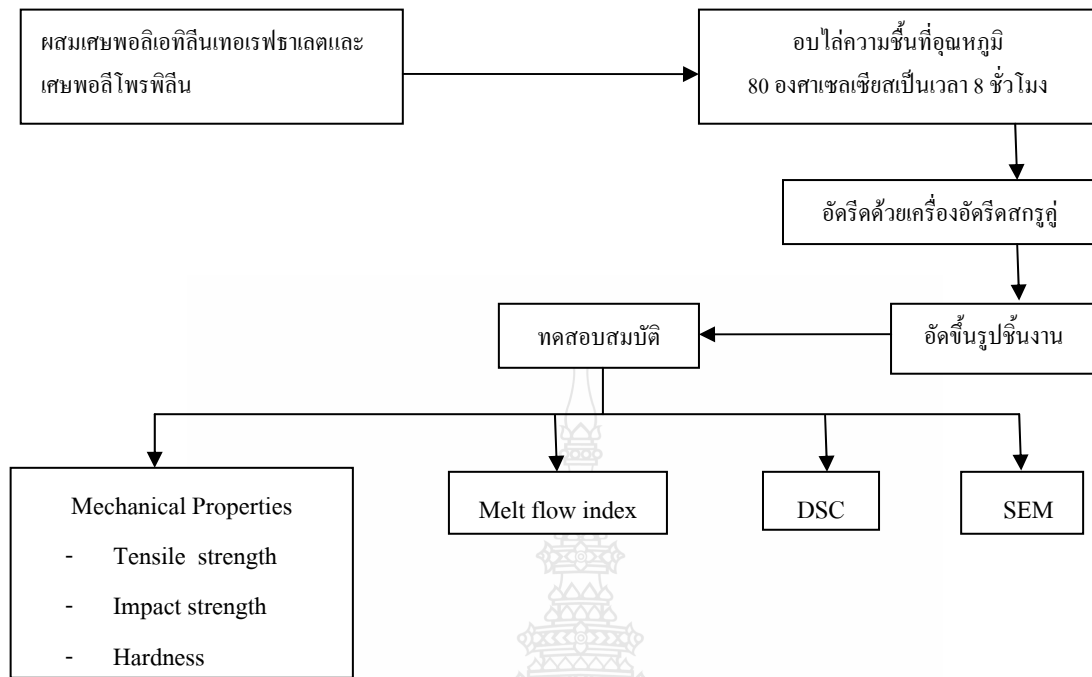
3.3.3 เครื่องวัดดัชนีการไหล (Model 6542, Ceast)

3.3.4 เครื่องทดสอบความแข็งที่ผิว (Matsuzawa)

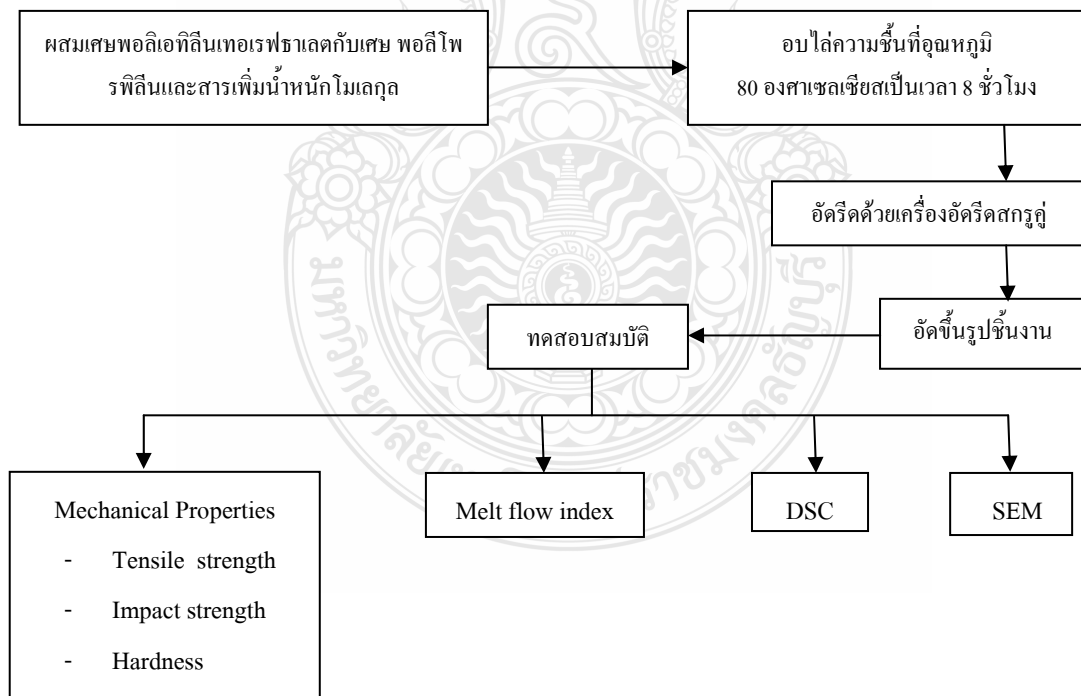
3.3.5 เครื่องส่องดูโครงสร้างบริเวณผิวหน้า (JEOL JSM – 5410 LV)

3.3.6 เครื่องทดสอบสมบัติทางความร้อน Differential Scanning Calorimetric (DSC, Perkin Elmer TAC 7/DX)

Part 1



Part 2

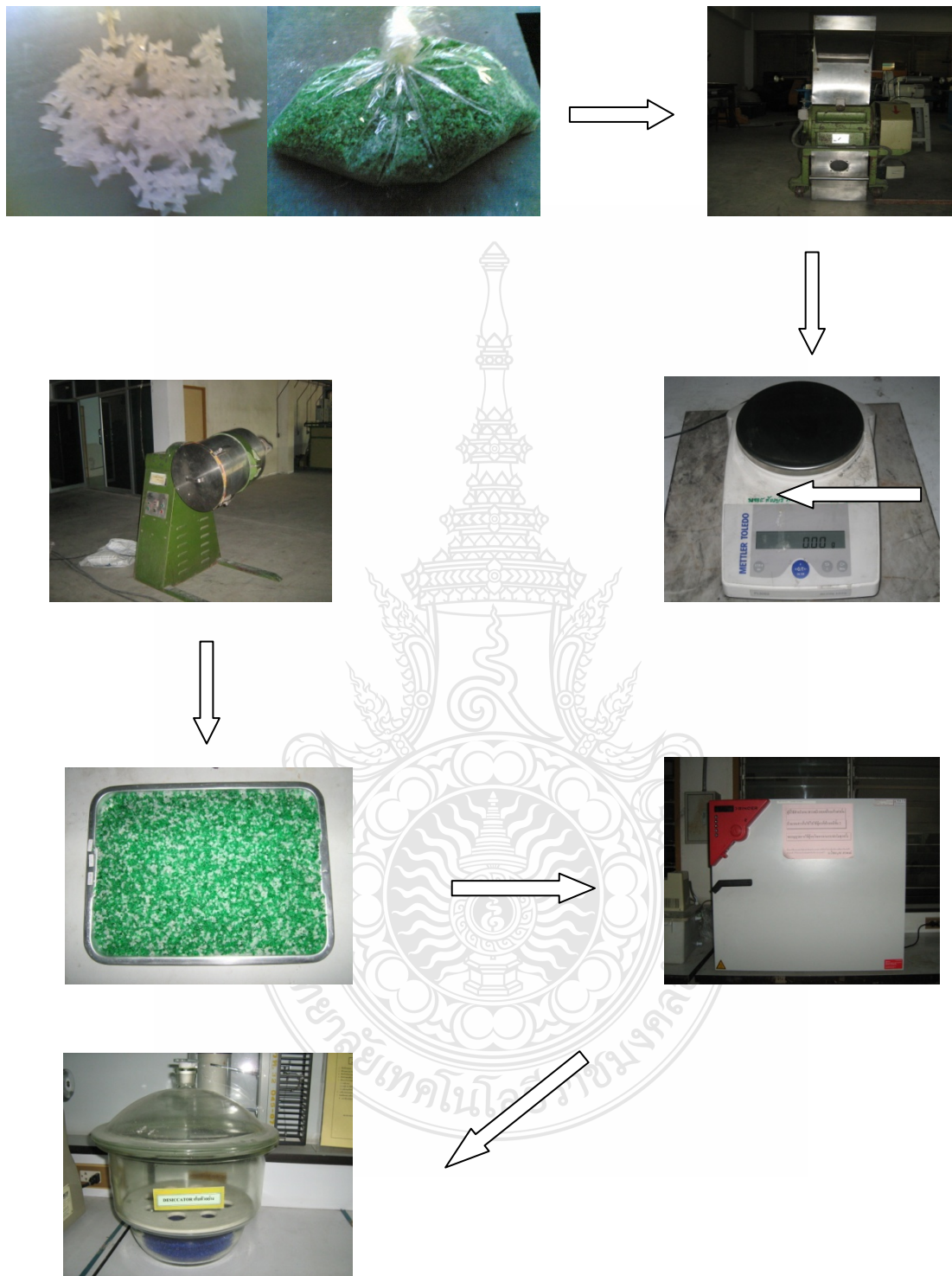


Part 3

การนำเม็ดที่เตรียมได้ไปลองดึงเป็นเส้นใย

รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนการดำเนินการทดลอง

3.4 การเตรียมเม็ดพลาสติก



รูปที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการเตรียมวัสดุ

- 1) ทำการบดเศษพอลิเอทิลีนเทอร์ฟธาเลตและพอลิโพรพิลีน
- 2) ทำการร่อนเศษพอลิเอทิลีนเทอร์ฟธาเลตและเศษพอลิโพรพิลีน โดยใช้ตะแกรงขนาด 252 เมช (mesh)
- 3) ทำการผสมเศษพอลิเอทิลีนเทอร์ฟธาเลตกับเศษพอลิโพรพิลีนตามอัตราส่วนที่กำหนดไว้ดังตารางที่ 3.2 โดยใช้เครื่องผสมแบบแขนเดี่ยว เวลาที่ใช้ในการผสมทุกอัตราส่วนคือ 10 นาที

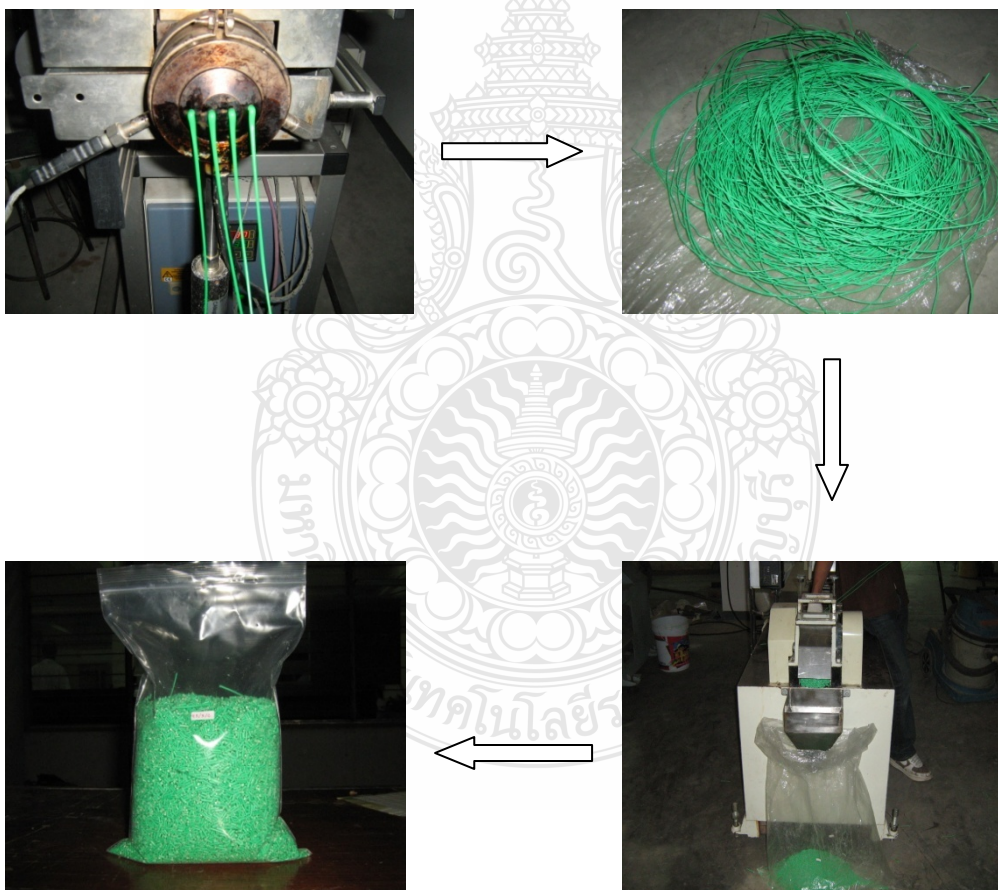
ตารางที่ 3.2 แสดงสูตรต่าง ๆ ที่ใช้ในการผสม

สูตร	เศษพอลิเอทิลีนเทอร์ฟธาเลต	เศษพอลิโพรพิลีน
1	100	0
2	95	5
3	90	10
4	80	20
5	70	30
6	0	100

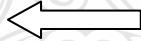
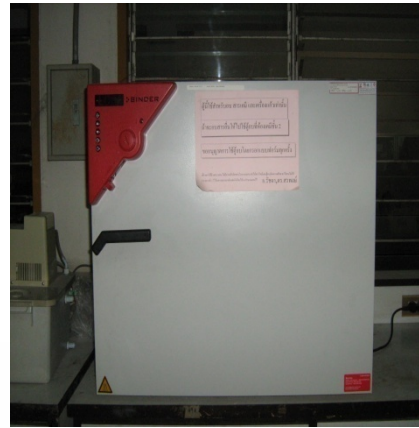
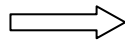
- 4) นำเม็ดผสมไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง หลังจากนั้น นำมาเก็บไว้ในอุปกรณ์ดูดความชื้น และนำมาทำการผสมกันด้วยเครื่องอัดรีดชนิดสกรูคู่ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของสกรู 16 มิลลิเมตร ที่อุณหภูมิ 230 °C, 240 °C, 250 °C, 260 °C, 270 °C ตามโซนที่ 1, 2, 3, 4 และ 5 ตามลำดับ ความเร็วสกรูป้อนเม็ดอยู่ที่ 30 rpm ความเร็วสกรูอยู่ที่ 100 rpm
- 5) นำเม็ดที่ผ่านการอัดรีดแล้วตัดเป็นเม็ดมาอบอีกครั้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากนั้นทำการอัดขึ้นรูปเป็นแผ่นที่อุณหภูมิ 285 °C, preheat timer 4 นาที, venting timer 1 วินาที, full pressure 3 นาที, cooling timer 4 นาที
- 6) เตรียมชิ้นงานให้ได้มาตรฐานที่ใช้ในการทดสอบและทำการทดสอบ [17]
- 7) ดำเนินการตามขั้นตอนที่ 1 ถึง 4 โดยใช้อัตราส่วนตามตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงสูตรของเศษพอลิเอทิลีนเทอร์ฟธาเลต / เศษพอลิโพรพิลีน / สารเพิ่มน้ำหนักโมเลกุล

สูตร	เศษพอลิเอทิลีนเทอร์ฟธาเลต	เศษพอลิโพรพิลีน	สารเพิ่มน้ำหนักโมเลกุล
1	100	0	1
2	95	5	1
3	90	10	1
4	80	20	1
5	70	30	1
6	0	100	1



รูปที่ 3.3 แสดงขั้นตอนการเตรียมเม็ดเพื่อนำไปขึ้นรูปเป็นชิ้นงานทดสอบ



รูปที่ 3.4 แสดงขั้นตอนการขึ้นรูปชิ้นงานทดสอบ

3.5 การดึงเป็นเส้นใย

1. ขั้นตอนในการอบเม็ดที่อุณหภูมิ 80 °C



2. ขั้นตอนการหลอมเม็ดพลาสติกโดยใช้เครื่อง ThermoHake PolyDrive (single Extruder)

อุณหภูมิที่ใช้

Zone 1 : 235 °C

Zone 2 : 245 °C

Zone 3 : 260 °C

Zone 4 : 255 °C

Zone 5 : 255 °C



3. เครื่องดึงเส้นใย



3.6 การทดสอบสมบัติเชิงกล

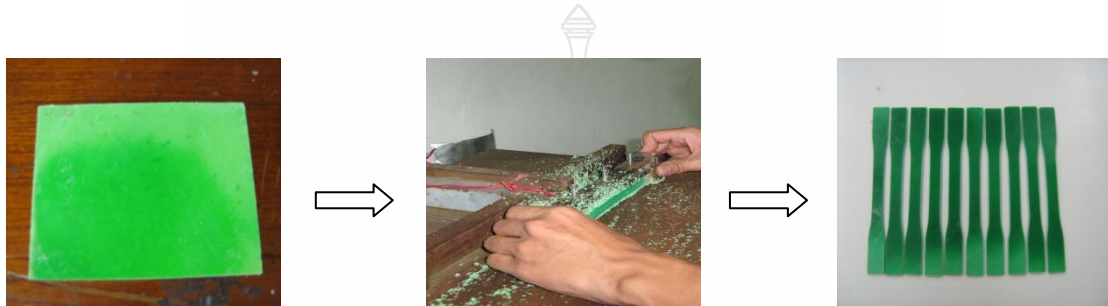
3.6.1 การทดสอบการทนต่อแรงดึง (Tensile strength) ตามมาตรฐาน ASTM D 638

การทนต่อแรงดึงเป็นคุณสมบัติทางกลของพลาสติกที่บอกถึงความแข็งแรงของพลาสติกที่สามารถต้านทานต่อแรงดึง หรือมีความยืดหยุ่น โดยทำการทดสอบภายใต้น้ำหนัก เป็นการทดสอบระยะสั้น (Short term) โดยใช้มาตรฐานอ้างอิง ASTM D 638 [17]

การทดสอบการทนต่อแรงดึงโดยทั่วไป หมายถึงการวัดความสามารถในการรับแรงของวัสดุด้วยการใช้แรงดึง และหาระยะที่ยืดออกไปก่อนที่วัสดุจะแตกหัก โดยที่ค่ามอดูลัส (Tensile modulus) จะมีความสัมพันธ์กับความแข็งของวัสดุ (Stiffness) โดยอธิบายได้จากรูปความเค้นส่วนความเครียด

การทนต่อแรงดึงเป็นการทดสอบความต้านทานแรงดึง โดยให้แรงดึงกับชิ้นงานทดสอบที่มีพื้นที่หน้าตัดคงที่ค่าหนึ่ง Tensile strength ก็คือ อัตราส่วนระหว่างแรงที่ใช้กับพื้นที่หน้าตัด การยืด (Elongation) เป็นการทดสอบหาความสามารถในการยืด โดยเป็นความยาวที่ยืดออกต่อความยาวเดิม [15]

1) การเตรียมชิ้นงาน ชิ้นงานทดสอบแรงดึงสามารถเตรียมได้โดยกระบวนการอัดขึ้นรูป จากนั้นนำไปกัดให้ได้ขนาด หน้า 3 มิลลิเมตร ยาว 180 มิลลิเมตร กว้าง 13 มิลลิเมตร ทดสอบโดยใช้ชิ้นงานทดสอบจำนวนตัวอย่างละ 10 ชิ้น [17]



รูปที่ 3.5 แสดงขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานทดสอบการทนต่อแรงดึง

2) วิธีการทดสอบ [17]

2.1) เมื่อเตรียมชิ้นทดสอบตามมาตรฐานการเตรียมตัวอย่างแล้ว เขียนเครื่องหมายและกำหนดหมายเลขของชิ้นทดสอบแต่ละชิ้นให้ชัดเจน นำมาวัดความยาว และวัดความหนา บันทึกค่าไว้

2.2) ตั้งเครื่องดึงให้ที่จับแยกจากกันเตรียมเครื่องติดตามวัดส่วนยืดและเครื่องบันทึกค่า

2.3) นำชิ้นทดสอบมาจับในที่จับ (Grips) แล้วเดินเครื่อง บันทึกแรงดึงที่ส่วนยืดที่กำหนดและบันทึกแรงดึงสูงสุด และส่วนยืดสูงสุดเมื่อขาด

2.4) คำนวณค่า ความทนแรงดึง และค่าเปอร์เซ็นต์ความยืดตัว

3) การแสดงผล

$$\text{Tensile strength , kg/mm}^2 = \frac{\text{แรงดึงขณะเริ่มงานทดสอบขาด (kg)}}{\text{พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงานทดสอบ (mm}^2)}$$

$$\text{Elongation , \%} = \frac{\text{ส่วนที่ยืดออก (mm)}}{\text{ความหนาเดิม (mm)}}$$

3.6.2 การทดสอบความต้านทานการกระแทก (Impact strength) ตามมาตรฐาน ASTM D 256

การทดสอบนี้เป็นการหาค่าการทนต่อแรงกระแทกของชิ้นงานพลาสติก โดยสมบัติการทนต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์ มีความสัมพันธ์โดยตรงกับค่าความเหนียวของวัสดุ ซึ่งพื้นที่ใต้กราฟความเค้น-ความเครียด (stress – strain curve) ก็เป็นค่าความเหนียวโดยตรงของวัสดุถ้าค่าทนแรงกระแทกสูง ค่าความเหนียวก็สูงขึ้นด้วย ในทางตรงกันข้ามถ้ามีค่าทนแรงกระแทกต่ำค่าความเหนียวก็จะน้อย [15]

1) การเตรียมชิ้นงาน

เตรียมชิ้นงานทดสอบโดยกระบวนการอัดขึ้นรูป จากนั้นนำไปทำการกัดให้ได้ขนาดหนา 6 มิลลิเมตร กว้าง 12.7 มิลลิเมตร รอยบากลึก 2.54 มิลลิเมตร ใช้ชิ้นงานทดสอบจำนวนตัวอย่างละ 10 ชิ้น [17]



รูปที่ 3.6 แสดงขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานทดสอบการทนต่อแรงกระแทก

2) ขั้นตอนการทดสอบ [17]

2.1) การทดสอบโดยวิธี Izod ใส่ น้ำหนักค้อนที่เหมาะสมกับการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 256

2.2) ยกค้อนให้แขนเหวี่ยงอยู่ในตำแหน่งยกขึ้น

2.3) วางชิ้นงานทดสอบที่มีความลึกรอยบากตามมาตรฐาน โดยให้ตรงมุมแหลมของรอยบากอยู่ระดับเดียวกับความสูงของตัวจับชิ้นงาน

- 2.4) กดปุ่มปล่อยค้อนที่อยู่ข้างเครื่อง (มี 2 ปุ่ม) พร้อม ๆ กัน
- 2.5) อ่านค่าพลังงานที่ได้
- 2.6) นำค่าพลังงานมีหน่วยเป็นจูล (J) มาคำนวณ

3.6.3 การทดสอบความแข็งที่ผิวพลาสติก ตามมาตรฐาน ASTM D 785-98

การทดสอบหาค่าความแข็งที่ผิวแบบนี้นิยมใช้มากในโรงงานอุตสาหกรรม เพราะเป็นวิธีทดสอบที่ทำได้รวดเร็ว เนื่องจากสามารถอ่านค่าได้โดยตรงจากเครื่องทดสอบ นอกจากนี้ยังสามารถใช้ทดสอบวัสดุขึ้นทดสอบที่มีขนาดเล็กกว่าได้ การทดสอบความแข็งร็อกเวล (Rockwell hardness) นี้สามารถทดสอบโลหะทั้งแข็งและอ่อนได้ เพราะมีสเกลความแข็งร็อกเวลให้เลือกได้หลายสเกลแต่ละสเกลก็เหมาะสมสำหรับวัสดุแต่ละชนิด โดยใช้หัวกดและขนาดของแรงกดต่างกัน [15]

1) การเตรียมชิ้นงาน

ใช้ชิ้นงานทดสอบขนาด 1.5 x 1.5 x 1/8 นิ้ว ตัดชิ้นงานให้ได้ขนาดตามมาตรฐานจำนวน 10 ชิ้น [17]

2) ขั้นตอนการทดสอบ [17]

- 2.1) เลือกสเกลที่จะใช้ในการทดสอบ เพื่อที่จะกำหนดน้ำหนักกดและหัวกดได้ถูกต้อง
- 2.2) เลือก minor load
- 2.3) เลือกน้ำหนักกด major load
- 2.4) เลือกน้ำหนักกดตามต้องการแล้วกดปุ่มบนหน้าปิดให้ตรงกับหัวกดที่ใช้
- 2.5) เลือกเวลาในการกด
- 2.6) วางชิ้นงานลงบนแท่นวางชิ้นงาน
- 2.7) หมุนเลื่อนแท่นวางชิ้นงานสัมผัสหัวกด
- 2.8) บันทึกค่าที่ได้จากเครื่องทดสอบ

3.7 การส่องดูโครงสร้างทางสัณฐานวิทยาด้วย Scanning Electron Microscope (SEM), (JEOL JSM – 5410 LV)

การทดสอบนี้เป็นการส่องดูโครงสร้างโมเลกุลของชิ้นงานทดสอบ โดยก่อนการส่องต้องมีการเคลือบผิวด้วยทองคำ โดยใช้เครื่อง Gold sputter coater แล้วจึงสามารถนำชิ้นทดสอบไปส่องดูโครงสร้างได้ โดยชิ้นงานทดสอบที่ใช้มีขนาดประมาณ กว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 3 เซนติเมตร หนา 3 มิลลิเมตร

หลักการการทำงานของเครื่อง SEM

ในส่วนบนสุดจะเป็นแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron source) หรือ “ปืนอิเล็กตรอน (Electron gun)” อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งให้เคลื่อนที่ลงมาตามคอลัมน์ ด้วยความต่างศักย์

ในช่วง 1-30 kV (บางเครื่องอาจทำให้สูงถึง 50 kV) โดยทิศทางเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจะควบคุมโดยเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic lens) จำนวน 2 ชุดหรือมากกว่า ปริมาณของอิเล็กตรอนจะควบคุมโดยแอฟเพอร์เจอร์ (Aperture) ซึ่งเป็นช่องเปิดที่มีขนาดต่างๆกันตามลักษณะการใช้งาน เลนส์คอนเดนเซอร์อันแรก (First condenser lens) ทำหน้าที่ “บีบ” ลำอิเล็กตรอนที่ส่งมาจากแหล่งกำเนิดให้มีขนาดพื้นที่หน้าตัดเล็กลง (Demagnification) ส่วนเลนส์วัตถุ (Objective lens) ซึ่งเป็นเลนส์อันสุดท้ายนั้นทำหน้าที่โฟกัสลำอิเล็กตรอนไปตกกระทบกับผิวของวัตถุเป้าหมาย โดยมีคอยล์กวาดภาพ (Scan coil) ทำหน้าที่กวาดลำอิเล็กตรอนบนผิววัตถุในกรอบสี่เหลี่ยมคล้ายกับการกวาดภาพบนจอโทรทัศน์ [16]

3.8 การทดสอบดัชนีการไหล (Met flow index) ตามมาตรฐาน ASTM D 1238

Met flow index (MFI) คือ ปริมาณเป็นกรัมของพลาสติกหลอมเหลวที่ไหลผ่านหัวคายน์ภายใต้ น้ำหนักกดและอุณหภูมิที่ระบุไว้ ภายในเวลา 10 นาที (g/10 min) [15]

การเตรียมชิ้นงาน นำเม็ดที่ได้จากการเบลนค์มาทำการทดสอบ [17]

ขั้นตอนการทดสอบ [17]

- 1) เลือกสถานะของอุณหภูมิและน้ำหนักกดที่เหมาะสม
- 2) ตั้งอุณหภูมิที่ตัวเครื่อง
- 3) เมื่ออุณหภูมิได้ตามที่ตั้งไว้ นำเม็ดที่จะทดสอบใส่เข้าไปในกระบอกทดสอบ
- 4) ใส่น้ำหนักกดที่เลือก
- 5) ทำการตัดพลาสติกที่หลอมไหลพร้อมจับเวลา
- 6) นำพลาสติกที่ตัดไว้ไปชั่ง
- 7) นำมาคำนวณ สรุปผล

3.9 การทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วย Differential Scanning Calorimetric (DSC, Perkin Elmer TAC 7/DX)

หลักการทำงานของ DSC คือ หลักความไม่สมดุลซึ่งพลังงานที่สารตัวอย่างดูดซับหรือปล่อยออกมาจะถูกชดเชยโดยการเพิ่มเข้าหรือหักออกให้เกิดความสมดุล โดยใช้พลังงานไฟฟ้าจากฮีตเตอร์จะให้พลังงานออกมาโดยต่อเนื่องและอัตโนมัติ เพื่อให้ภาชนะบรรจุสารตัวอย่างรักษาอุณหภูมิจนกระทั่งถึงแหล่งอ้างอิง ให้สัญญาณไฟฟ้าออกมาเท่ากัน โดยแปรตามลักษณะพฤติกรรมทางความร้อนของสารตัวอย่าง [16]

ประโยชน์ของ DSC ใช้วิเคราะห์เกี่ยวกับพอลิเมอร์ได้หลายเรื่อง ดังนี้

- การหลอมละลาย (Melting Studies)
- ความเป็นผลึก (Crystallinity Studies)

- อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass Transition Studies)
- การผสมเข้ากันได้ดี (Blend Analysis and Compatibility)
- ความคงต่อการถูกออกซิไดซ์ (Oxidative Stability Studies)
- การหาความบริสุทธิ์ (Purity Determination)
- การหาความจุความร้อน (Specific Heat Studies)
- การนำความร้อน (Thermal Conductivity Measurements)

การเตรียมชิ้นงาน นำเม็ดที่ได้จากการเบลนดมาทำการทดสอบ
ขั้นตอนการทดสอบ

- 1) ทำการตั้งสถานะที่จะทำการทดสอบ
- 2) เตรียมชิ้นงานใส่ในภาชนะบรรจุ
- 3) นำภาชนะบรรจุที่ใส่ชิ้นงานไว้เข้าเครื่อง
- 4) เดินเครื่อง
- 5) เก็บผลที่ได้

