บทที่ 3

การทดลอง

3.1 วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

1. โพลิโพรพิลีนชนิดโฮโมโพลิเมอร์ (Polypropylene - Homopolymer, HP) Injection Molding grade

2. โพลิโพรพิลีนชนิดบล็อคโคโพลิเมอร์ (Polypropylene - Block Copolymer, BP) Injection Molding grade (ปริมาณ เอทธิลีน 11 %)

3. โพลิโพรพิลีนชนิดแรนดัมโคโพลิเมอร์ (Polypropylene - Random Copolymer, RP) Injection Molding grade (ปริมาณ เอทธิลีน 3 %)

สมบัติทั่วไปของ โพลิโพรพิลีน ที่ใช้ในการทดลอง เป็นไปตามตารางดังต่อไปนี้

ตารางที่ 3.1 สมบัติโดยทั่วไปของ โพลิโพรพิลีน

Property	ASTM	Unit	Homo-polymer	Block Copolymer	Random Copolymer
MFR 230/2.16	D-1238	g/10 min	4-22	1-43.8	8.3-23.2
Tensile Strength at Yield	D-638	kgf/cm^2	345-390	147-263	221-300
Flexural Strength	D-790	kgf/cm^2	344-432	191-267	237-267
Flexural Modulus	D-790	kgf/cm^2	9,000-13,000	4,000-9,000	5,000-6,000
Hardness	Rockwell	R-scale	101-106	65-92	85-92
Izod Impact Strength	D-256	kgf-cm/cm	1.4-2.9	8.4-68.5	2.7-4.6
HDT	D-648	$^{\circ}C$	83-96	68-92	66-76

3.2 สูตรผสมที่ใช้ในการทดลอง

สูตรผสมที่ใช้ในการทดลอง(Polyblends Formulation) เป็นไปตามตารางดังต่อไปนี้

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนของสูตรผสมที่ใช้ในการทดลอง

Formulation No.	Weight % HP	Weight % BP	Weight % RP
1	100	0	0
2	90	10	0
3	70	30	0
4	50	50	0
5	30	70	0
6	10	90	0
7	0	100	0
8	100	0	0
9	90	0	10
10	70	0	30
11	50	0	50
12	30	0	70
13	10	0	90
14	0	0	100

3.3 วิธีการทดลอง

1. การเตรียมเม็ดพลาสติกผสม (Polyblends Pellet)

ปริมาณเม็ดพลาสติกที่ใช้ในการผสมแต่ละครั้งคือ 10 กิโลกรัม ใช้สูตรผสมตามตารางที่ 3.2 แล้วนำมาตัดเป็นเม็ดพลาสติกใหม่โดยใช้เครื่องอัดรีด สภาวะที่ใช้ในการเตรียมเม็ดพลาสติกผสมเป็นดังนี้คือ

Mixer "BOSCO"

- Capacity 50 kg
- Power of Motor 1 HP 380 Volt 50 Hz
- speed 30 rpm

Twin-Screw Extruder "LEISTRITZ"

- Screw diameter 34 mm
- Center distance of screw 30 mm
- Flight depth 4 mm
- No. of heating zone 9
- Operating length of screws 10 R = 3, 53 x D
- Heating bands without air cooling 1
- Heating bands with air cooling 8
- Total heating power 12.6 kw
- Permissible pressure during continuous operation 250 bars
- Max. permissible temperature 400° C

Extrusion Condition

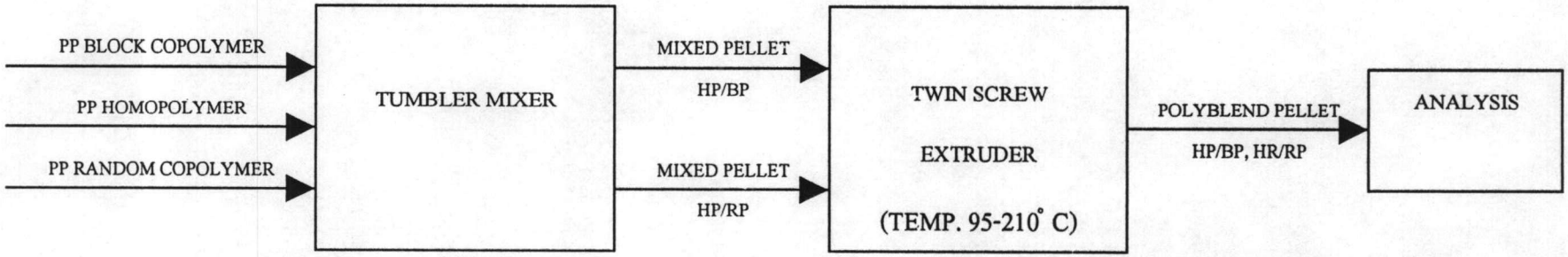
- Temperature 190, 195, 200, 200, 200, 200, 200, 205, 210° C
- Screw speed 150 rpm.
- Melt Temperature 230° C
- Cut 15 kg/hr

2. การเตรียมชิ้นงานทดสอบ (Specimens)

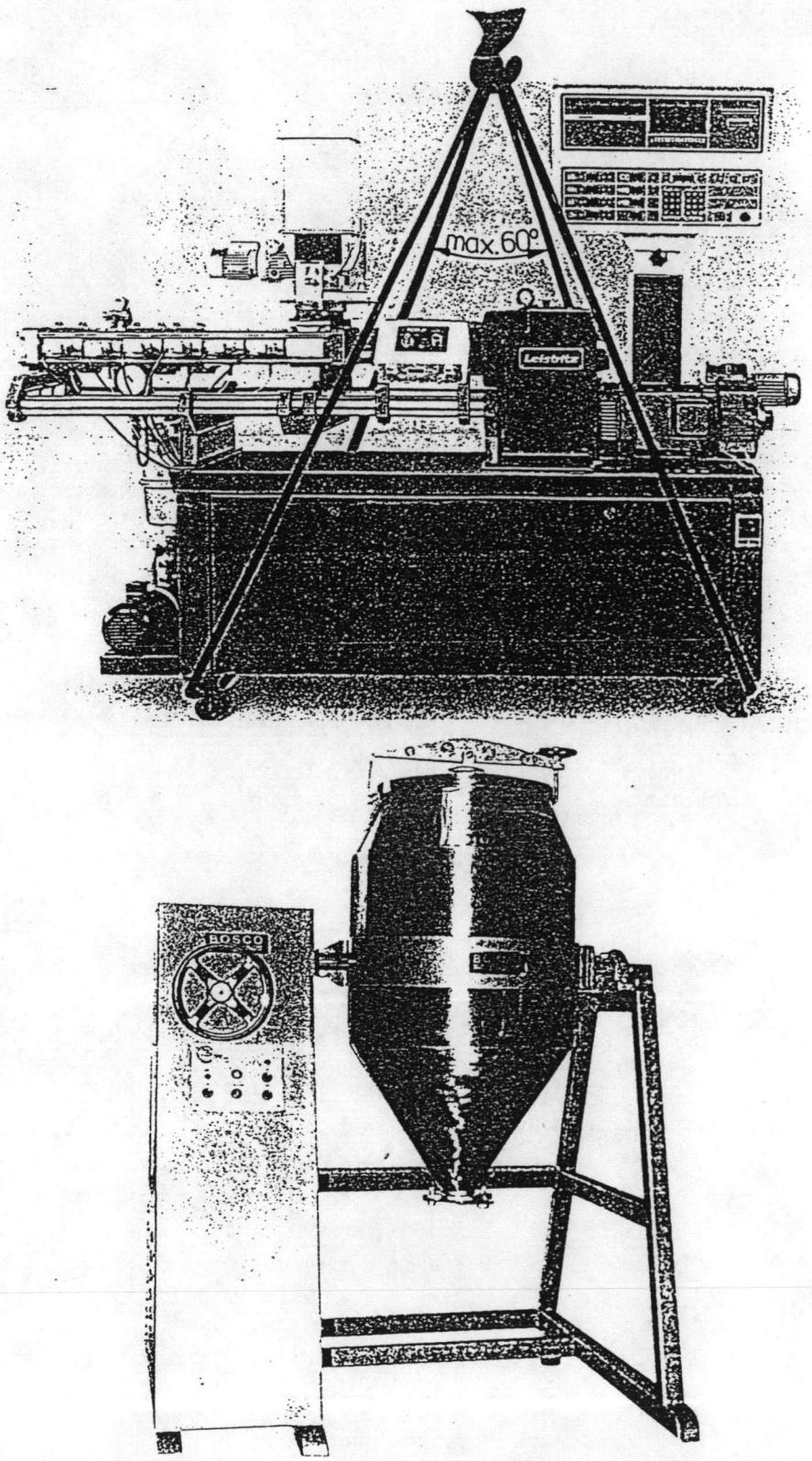
นำเม็ดพลาสติกที่ได้จากการอัดรีด มาเตรียมชิ้นงานโดยใช้เครื่องหล่อแบบฉีด ภายใต้สภาวะดังต่อไปนี้

Injection Molding Machine "JSW" Model J - 101 SBS

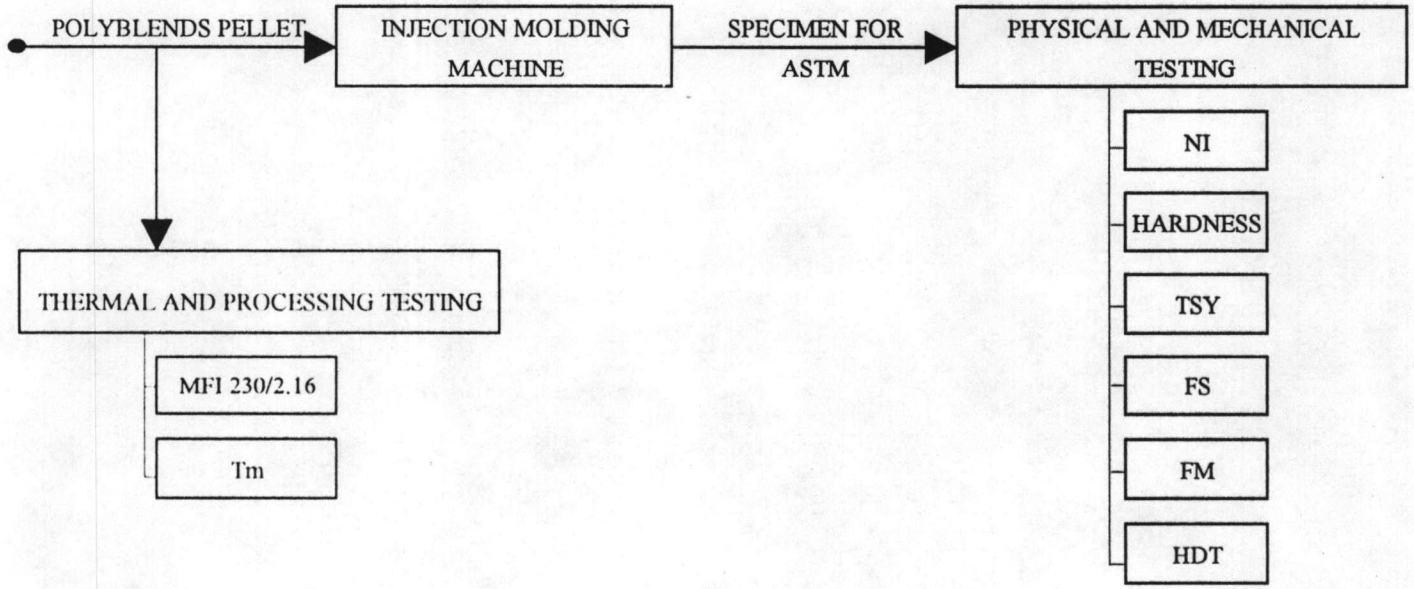
- Screw diameter 40 mm
- Mold Temperature 50° C
- Injection Temperature 5 Zone : 190, 190, 195, 200, 200° C
- Injection Pressure 440-560 kgf/cm^2
- Cooling Time 50 sec.
- Injection Time 15 sec.
- Suck Back 54 mm
- Hopper Capacity 50 l
- Heating Capacity 10.05 kw
- Clamping Force 100 MT



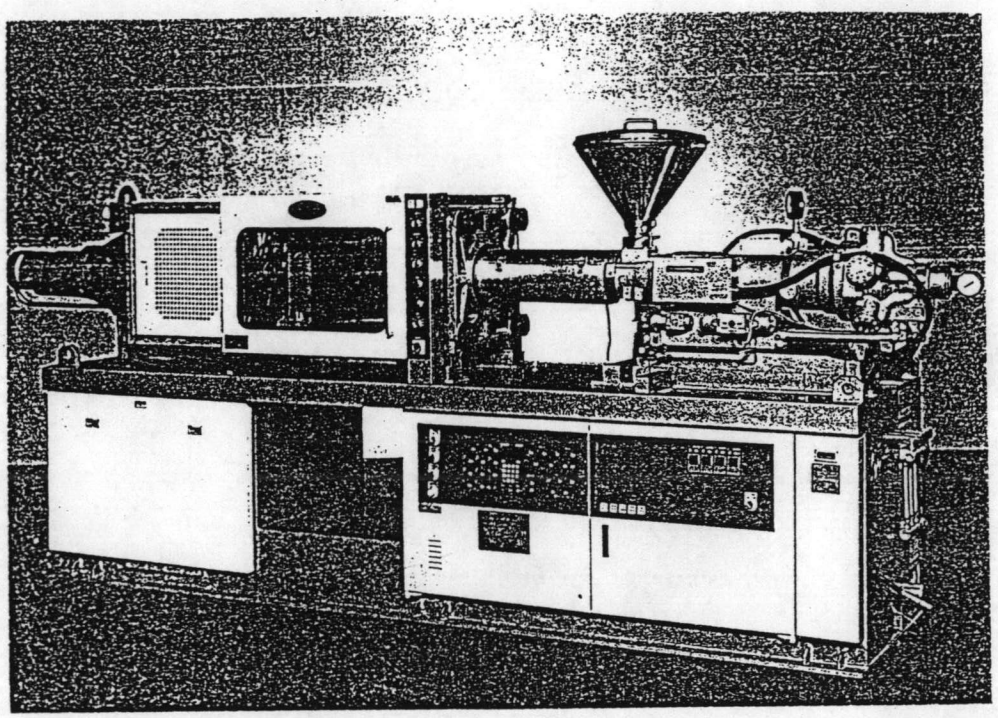
รูปที่ 3.1 การเตรียมเม็ดพลาสติก (POLYBLENDS)



รูปที่ 3.2 Twin Screw Extruder "LEISTRITZ" และ Trumbler Mixer "BOSCO"



รูปที่ 3.3 การเตรียมชิ้นงานทดสอบ (Specimens)



รูปที่ 3.4 Injection Molding Machine "JSW" Model J-101 SBS

3.4 การทดสอบดัชนีการไหล (Melt Flow Index, MFI) ASTM D-1238

หลักการ

MFI เป็นการวัดอัตราการไหลของพลาสติกที่ไหลผ่านรู die ขนาดมาตรฐาน 2.095 ± 0.005 mm (dia.) และ 8.000 ± 0.025 mm (length) ภายใต้เวลาที่กำหนดและสภาวะมาตรฐาน คืออุณหภูมิ 230 ± 0.1° C ความดัน 2.16 kg มีหน่วยเป็น g/10 mm

ค่า MFI สำพันธ์กับค่าน้ำหนักโมเลกุล โดย Homopolymer จะขึ้นกับโครงสร้าง ความเป็นระเบียบ ส่วน Block Copolymer นั้น ปริมาณ Ethylene ที่ feed เพิ่มขึ้น จะมีผลให้เพิ่มความเป็น atactic ทำให้โครงสร้างใหญ่ขึ้นแต่น้ำหนักโมเลกุลลดลง

เครื่องมือและอุปกรณ์

- Capillary Rheometer "KAYENESS"
- เครื่องชั่ง Sartorious Method B 6100

วิธีการทดสอบ

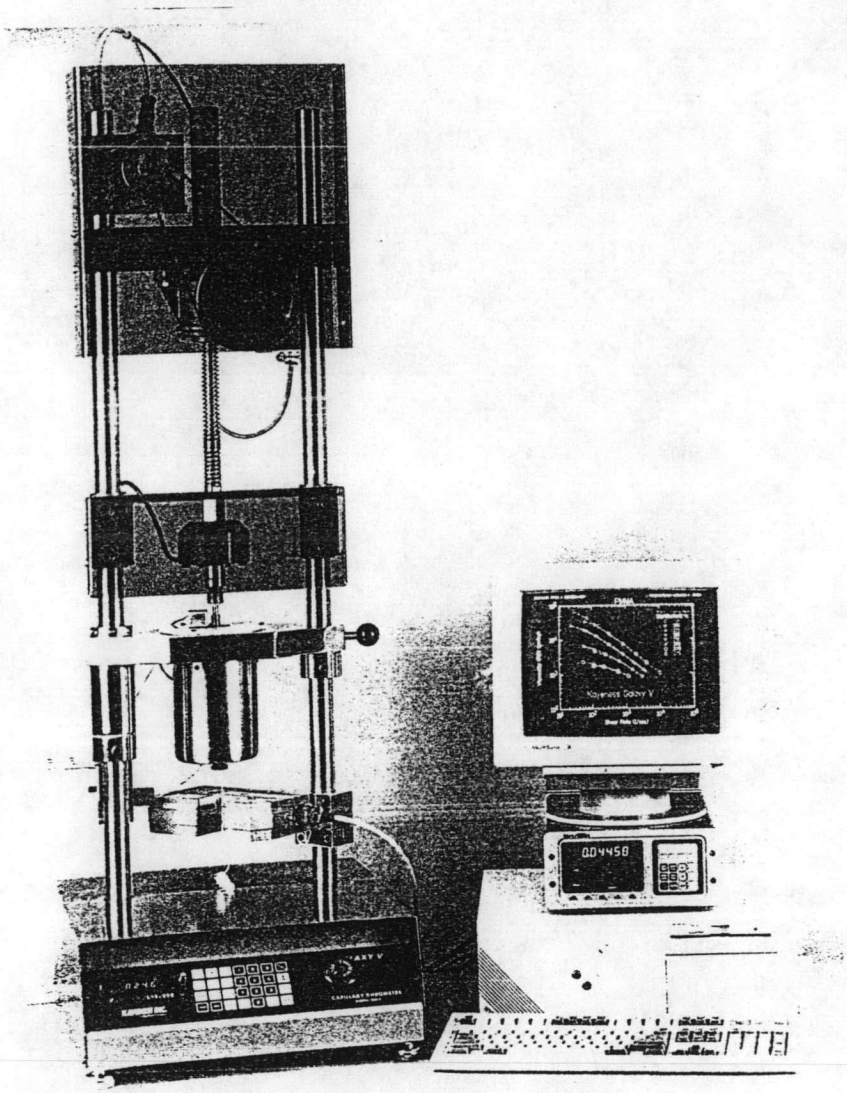
1. ใช้ปริมาณของเม็ดพลาสติก 20 - 30 กรัม

2 . เมื่ออุณหภูมิของ cylinder ถึง 230 ° C ทำการแช่ piston และ die ก่อนการวิคราะห์ 1 นาที

3 . เทเม็ดพลาสติกผ่าน filling funnel ลงใน cylinder เลื่อน piston ลงมาและใช้มือกดผ่านน้ำหนัก 2.16 kg ด้วยแรงพอประมาณเป็นเวลา 5 วินาที

4 . กดปุ่ม start piston จะเคลื่อนที่ขึ้นและลง ใช้มือกดจน piston support ค้างที่ระยะ Sv

5 . เครื่องจะนับเวลาถอยหลัง 240 วินาที จนถึง 0 piston support จะเคลื่อนที่ลงมาจนถึง cylinder น้ำหนัก 2.16 kg จะเริ่มกดอย่างอิสระ จน piston ลงมาถึงระยะ Sm เครื่องจะเริ่มทำการวัดค่า MFI อ่านค่าจากเครื่อง



รูปที่ 3.5 Capillary Rheometer "KAYENESS"

3.5 การทดสอบความต้านทานแรงกระแทก (Izod Notched Impact Strength, NI) ASTM D-256

หลักการ

Izod Notched Impact Strength คือพลังงานที่ตกกระทบที่ถูก Absorb ตรงบริเวณรอยแตกที่อยู่ตรงกับรอยบากของชิ้นงาน โดยเทียบกับพื้นที่หน้าตัดตรงบริเวณรอยบากนั้น ซึ่งสามารถแสดงค่าได้ในหน่วย kg-cm/cm

ชิ้นงานที่นำมาทดสอบ Izod Notched Impact Strength จะถูกตั้งให้ตรง และมี pendulum แกว่งอย่างอิสระ ตกลงมากระแทกด้านเดียวกับรอยบากของชิ้นงาน ค่า Impact เป็นค่าที่บ่งบอกถึงการทนต่อแรงกระแทก

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. Izod Impact Tester "YASUDA"
2. Pendulum hammer ขนาด 4 J
3. Thickness gauge for depth measuring ความละเอียด ± 0.01 mm
4. Micrometer scale 0.01 mm

การเตรียมชิ้นงาน

1. เตรียมชิ้นงาน 5 ชิ้นจากเครื่อง injection molding
2. เหลาขอบชิ้นงานและตัดขอบ gate mark จมลึกลงไปในชิ้นงานเล็กน้อย
3. นำชิ้นงานทั้งหมดไป condition ในห้องควบคุมอุณหภูมิ 23 ± 2° C และความชื้น 50 ± 5% โดยระยะเวลาในการปรับสภาวะต้องไม่น้อยกว่า 8 ชั่วโมง
4. นำชิ้นงานไปบากโดยเครื่อง Notching Machine โดยบากในด้านตรงข้ามกับ gate mark ชิ้นงานที่ได้จะมีลักษณะดังรูปที่ 3.6
5. ใช้ Micrometer วัดความกว้าง (mm) บริเวณรอยบาก และใช้ Thickness gauge วัดความหนา (mm) ที่เหลือตรงรอยบาก บันทึกค่าโดยละเอียด ทศนิยม 2 ตำแหน่ง
6. นำชิ้นงานที่ผ่านการบากแล้วไป condition อีกไม่น้อยกว่า 1 ชั่วโมงก่อนที่จะนำไปทดสอบ

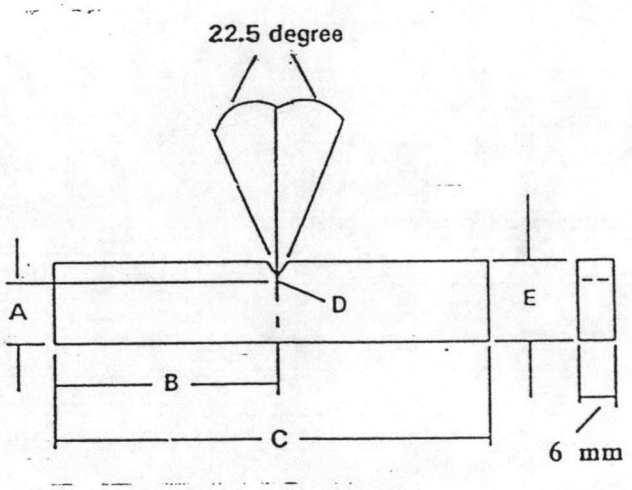
วิธีการทดสอบ

1. เปลี่ยน pendulum เป็น 4 J แล้วทำการหาความฝืดของเข็มที่ใช้วัดค่า NI โดยการปล่อยตุ้มน้ำหนักอิสระโดยไม่มีชิ้นงานมากั้น (ปกติค่าจะอยู่ระหว่าง 0.02-0.03J)
2. นำชิ้นงานไปใส่ในตำแหน่งที่ใส่ชิ้นงานของเครื่อง โดยต้องใส่ชิ้นงานในแนวตั้งฉากให้ gate mark อยู่ด้านบน และรอยบากหันไปทาง pendulum

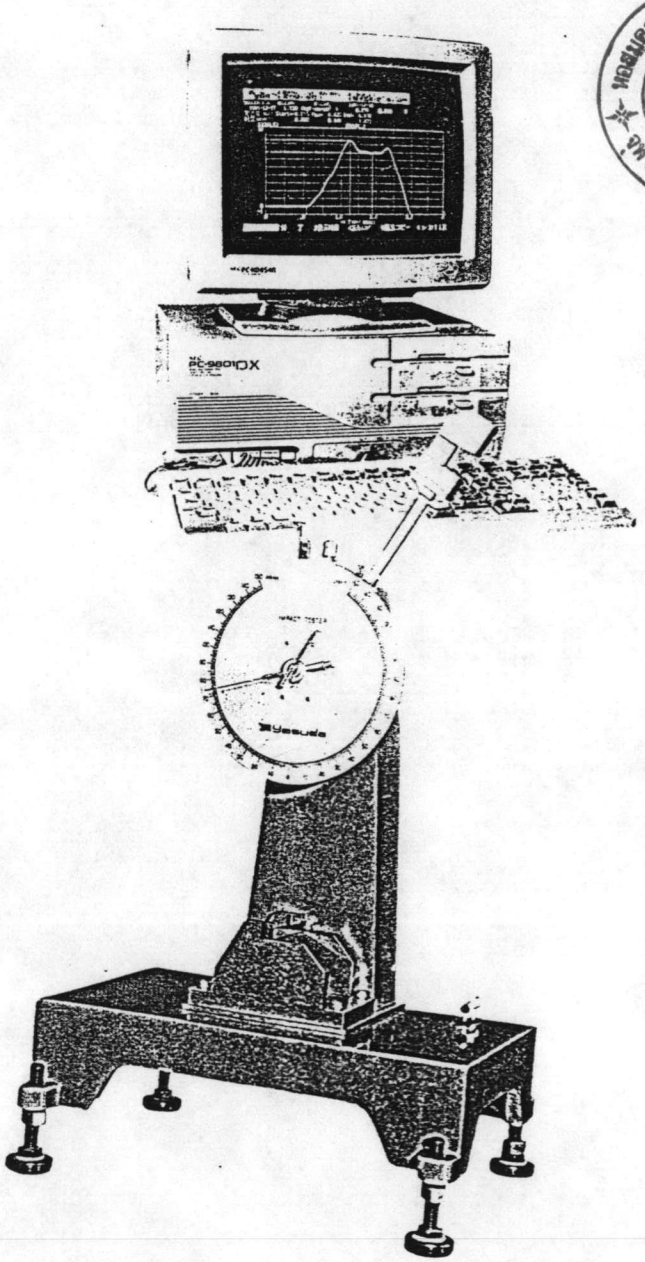
3. ปล่อย pendulum ไปกระแทกชิ้นงาน (ชิ้นงานจะหัก) อ่านค่าบน scale และบันทึกผลการทดสอบ

4. ทำซ้ำตามข้อ 2 และ 3 จนครบ 5 ชิ้น

5. ค่า NI ที่คำนวณได้ทั้ง 5 ชิ้น ตัดค่าสูงสุดและต่ำสุดออก แล้วนำค่าที่เหลือ 3 ค่ามาหาค่าเฉลี่ย



รูปที่ 3.6 ลักษณะชิ้นงานที่ใช้วัดค่าความต้านทานแรงกระแทก



รูปที่ 3.7 Izod Impact Tester "YASUDA"

3.6 <u>การทดสอบความแข็ง (Rockwell Hardness, HR) ASTM D-785</u>

หลักการ

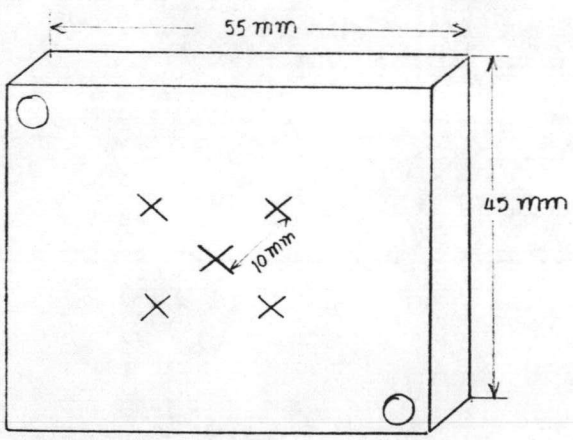
Hardness เป็นวิธีการวัดค่าความแข็งที่ได้จากการกดภายใต้น้ำหนักที่ใช้กดและระยะเวลาตามที่กำหนด คือ load จะกดบนเนื้อชิ้นงาน 15 วินาที และอ่านค่าความลึกหลัง จากเอา load ออก

เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่อง Hardness Tester Matsuzawa Seiki model DXT-1

การเตรียมชิ้นงาน

1. เตรียมชิ้นงานที่ได้จาก injection molding จำนวน 2ชิ้น เลือกชิ้นงานที่เรียบ ไม่บิดงอ โดยพิจารณาว่าเมื่อวางชิ้นงานบนพื้นราบ ควรเรียบแนบสนิทกับพื้น
2. เหลาแบบชิ้นงานให้เรียบร้อย



รูปที่ 3.8 ชิ้นงานที่จะนำมาวัดค่าความแข็ง

วิธีการทดสอบ

1. Condition ชิ้นงานที่ความชื้นสัมพัทธ์ 50 ± 5% และอุณหภูมิ 23 ± 2° C นาน 8 ชั่วโมง

2. การตั้ง Condition ของเครื่อง Hardness Tester สำหรับ R-scale โดยจะใช้ขนาดของ Ball 1/2 นิ้ว และน้ำหนักที่ใช้กด 60 kgf

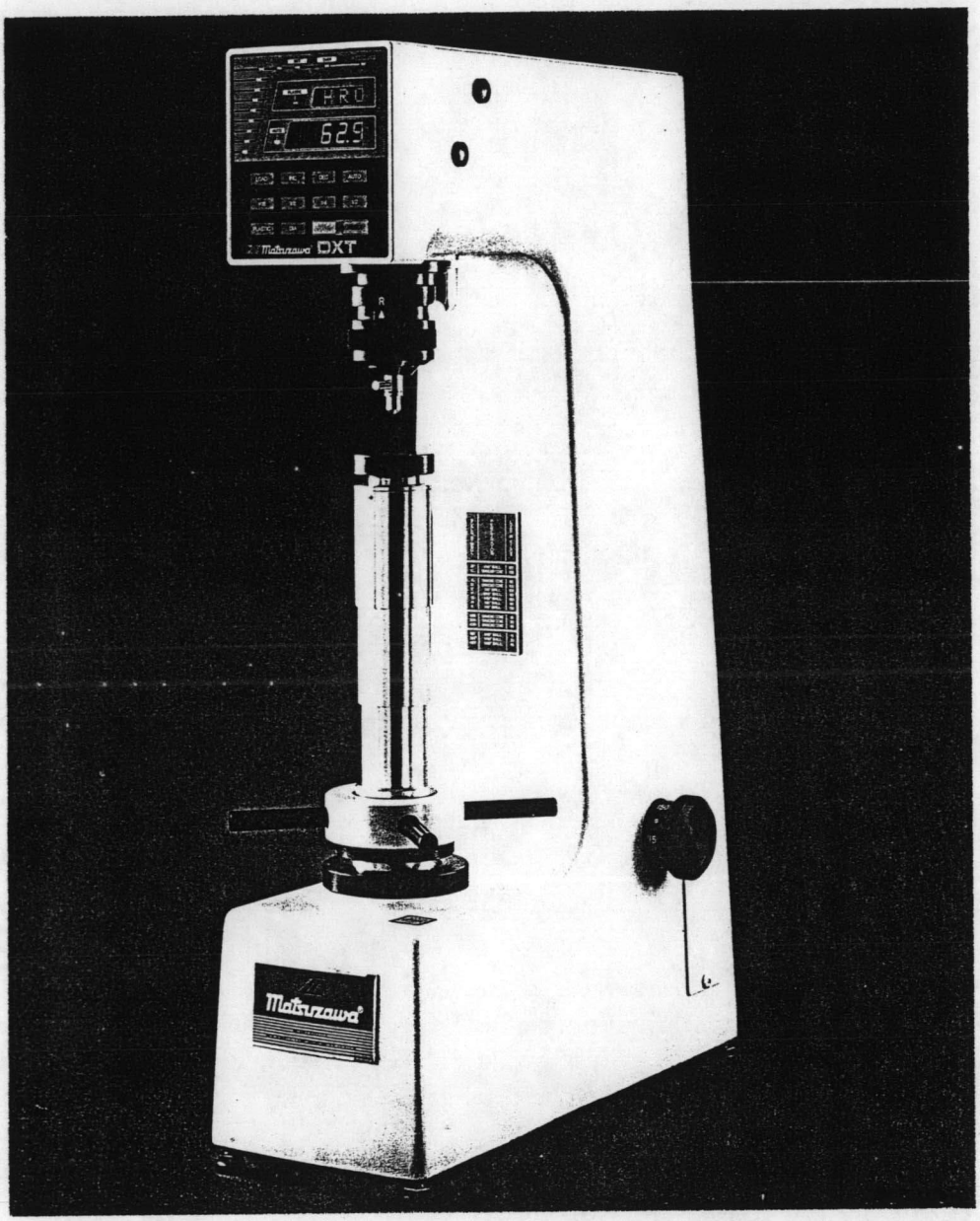
3. ในการวัดค่า Hardness จะวัดค่าที่จุดต่างๆ บนชิ้นงาน จำนวน 5 จุด แต่ละจุดต้องห่างกันโดยมีจุดตรงกลางชิ้นงาน 1 จุด และอีก 4 จุดจะอยู่ตามมุมของชิ้นงาน โดยที่จุดจะต้องห่างจากจุดตรงกลางประมาณ 10 mm

4. วางชิ้นงานบนฐานโดยหงายด้านที่มีรอยของ mold ขึ้น แล้วหมุนแกนฐานให้ยกขึ้น

5. กดปุ่ม start เครื่องจะทำการวัดค่าความแข็ง รอจนตัวเลขคงที่ บันทึกค่าที่ได้และเปลี่ยนตำแหน่งในการวัดจนครบ 5 จุด

6. ทำการทดลองชิ้นงานที่สองซ้ำเหมือนชิ้นแรก

7. ค่าความแข็งที่อ่านค่าได้จะเป็นค่าเฉลี่ย



รูปที่ 3.9 Hardness Tester "MATSUZAWA SEIKI" DXT-1

I 16893025

3.7 การทดสอบความต้านทานแรงดึง (Tensile Strength at Yield, TSY) ASTM D-638

หลักการ

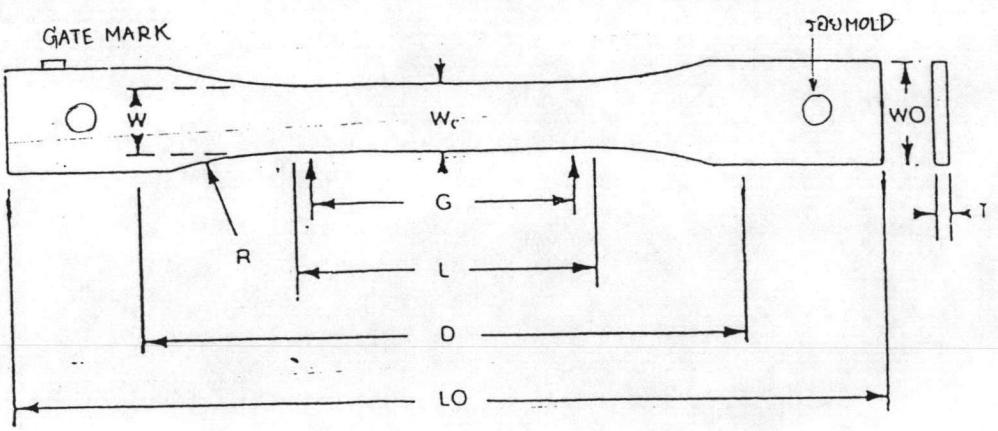
Tensile Strength หมายถึงแรงดึงต่อหน่วยพื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นของส่วนที่ขนานกันของชิ้นงานในช่วงใดๆ ของการยืด Strength at Yield หมายถึง Stress ณ ตำแหน่งที่เริ่มมีการยืดตัวโดยที่ไม่มีการเพิ่ม load

เครื่องมือและอุปกรณ์

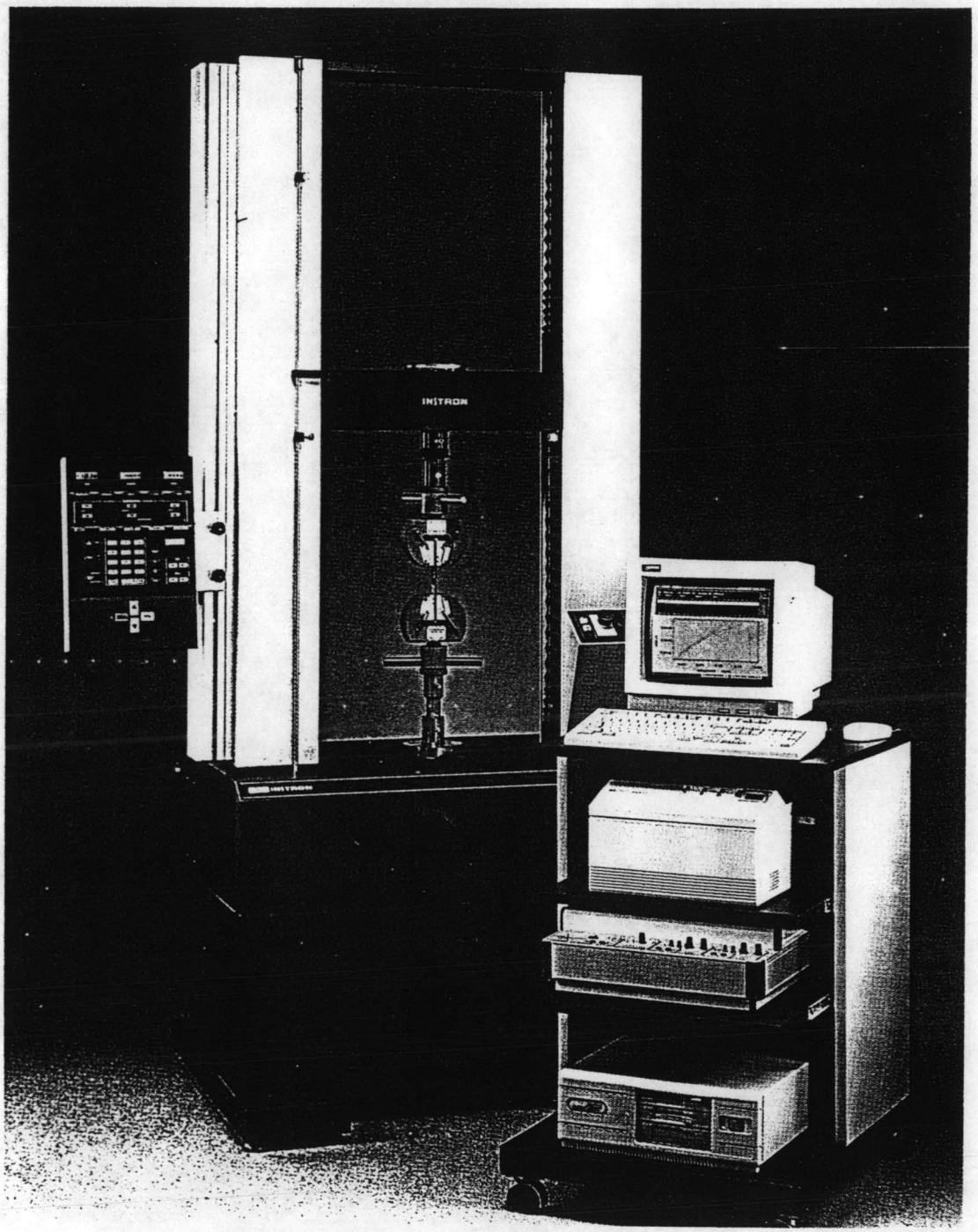
1. Universal Testing Machine "Instron 4302" (UTM)
2. Micrometer Scale 0.01 mm

การเตรียมชิ้นงาน

1. เตรียมชิ้นงานจากการฉีดด้วยเครื่อง Injection molding โดยเลือกชิ้นงานที่สมบูรณ์จำนวน 2 ชิ้น
2. Condition ชิ้นงานในห้องควบคุมอุณหภูมิ (Condition Room) ที่อุณหภูมิ 23 ± 2 °C และความชื้นสัมพัทธ์ 50 ± 5% เป็นเวลาอย่างน้อย 8 ชั่วโมง
3. วัดความหนาของชิ้นงานทั้ง 2 ชิ้น ที่ตำแหน่งทั้ง 3 ตามรูปที่ 3.10 บันทึกตำแหน่งบางที่สุดลงบนชิ้นงาน สำหรับความกว้างของชิ้นงานจะวัดบริเวณตรงกลางของชิ้นงาน



รูปที่ 3.10 ชิ้นงานที่ใช้วัดค่าความต้านทานแรงดึง



รูปที่ 3.11 Universal Testing Machine "INSTRON 4302"

วิธีการทดสอบ

1. การเตรียมเครื่อง UTM เพื่อทดสอบ Tensile Strength
   - ใช้ load 10 KN และตั้งระยะห่างของ grip 114.3 mm
2. การทดสอบ Tensile
   - ใส่ชิ้นงานที่เครื่อง UTM โดยให้ gate mark อยู่ด้านบนและหันเข้าหาผู้ทดลอง ตั้งระยะของหัว grip tensile โดยขอบล่างของ grip บน กับขอบบนของ grip ล่าง ให้ห่างกันเท่ากับ 114.3 mm และ clamp ให้แน่น เครื่อง UTM จะเริ่มทำการดึงด้วย speed 5mm/min จนกระทั่งชิ้นงานขาด ให้ถอดเอาชิ้นงานที่ขาดออกจาก grip tensile
   - ทดสอบกับชิ้นงานที่ 2 เหมือนกับชิ้นงานแรก
   - ผลที่ได้บนเครื่องจะเป็นค่าเฉลี่ย

3.8 การทดสอบความทนต่อการบิดงอ (Flexural Strength, FS) และโมดูลัสของการบิดงอ (Flexural Modulus, FM) ASTM D-790

หลักการ

การทดสอบ Flexural เป็นการหาค่าสมบัติความแข็งแกร่ง (strength) และสมบัติการเสียรูป (deformation) ของพลาสติกภายใต้แรงกดที่ให้ 3 จุด (Flexural three-point loading) การทดสอบ flexural จะทดสอบในรูปของ Flexural strength และ Flexural modulus

ค่า Flexural strength จะเป็นการหาค่าความเค้นของการบิดงอ (Flexural strength) ที่แรงกดสูงสุด (Maximum load) บนชิ้นงานรูปทรงสี่เหลี่ยมผืนผ้า

ค่า flexural Modulus เป็นการหาค่า โมดูลัสของความยืดหยุ่นภายใต้แรงกด 3 จุด เมื่ออัตราการเปลี่ยนแปลงของ strain เป็นฟังก์ชั่นกับ stress ค่าความชัน (slope) ของกราฟระหว่าง stress กับ strain

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. Universal testing Machine INSTRON 4302 (UTM)
2. Micrometer scale 0.01 mm
3. Cutter

การเตรียมชิ้นงาน

1. ชิ้นงานได้มาจากการฉีดด้วยเครื่อง Injection Molding
2. เหลาขอบชิ้นงานโดยใช้ Cutter จมลึกลงไปในชิ้นงานเล็กน้อย

3. นำชิ้นงานไป Condition ในห้องควบคุมอุณหภูมิ 23 ±°C และความชื้น 50 ± 5% เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง

4. ขนาดของชิ้นงานคือ 127 x 12.7 x3.2 cm (5 x 1/2 x 1/8 inch)

วิธีการทดสอบ

1. เปิดสวิทซ์เครื่อง UTM แล้วปรับ load cell เป็น 0

2. วัดความหนา (h) และความกว้าง (b) ที่จุดศูนย์กลางของชิ้นงานที่ผ่านการ Condition ด้วย Micrometer ให้ละเอียดถึงทศนิยมตำแหน่งที่ 2

3. ที่เครื่อง UTM ปรับตั้ง Parameter ดังนี้

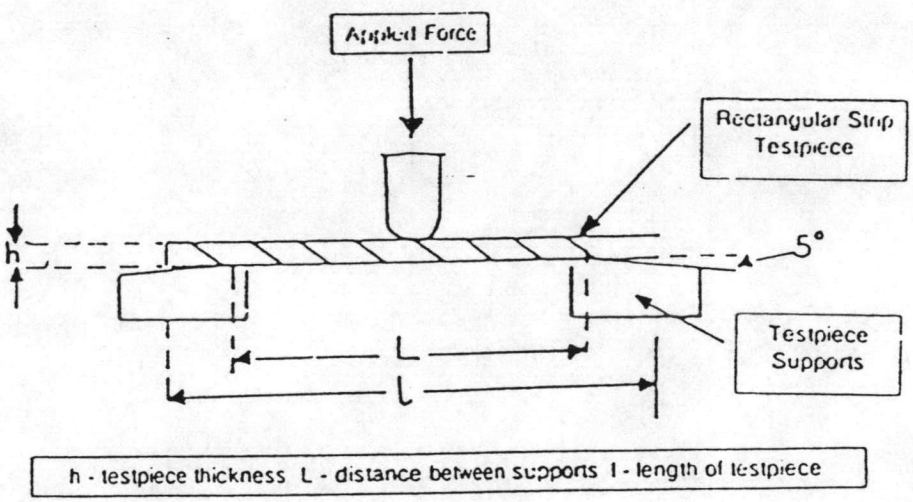
- h (ความหนา) mm (ป้อนความหนาของชิ้นงาน)
- b (ความกว้าง) mm (ป้อนความหนาของชิ้นงาน)
- Fy (Force start) 0.1 kg.
- F (Rupture threshold) 0.2 kg.
- L (Max. Extension) 20 mm
- Lv (Support span) 101.6 mm
- Xl (Lower force) 1.0 kg.
- Xh (Upper force) 10kg

4. ใช้ Support Radius 2 mm ตั้งระยะ Support span 101.6 mm Diameter ของ Indentor ขนาด 5 mm วางตั้งฉากกับชิ้นงานบริเวณตรงกลาง

5. ใส่ชิ้นงานที่จุดศูนย์กลาง ของ Support แล้วเริ่มทดสอบ

6. หลังจากเสร็จชิ้นงานแรก ชิ้นงานต่อไป ป้อนข้อมูลเฉพาะความหนา (h) และความกว้าง (b)

7. อ่านค่าจากเครื่อง



รูปที่ 3.12 การทดสอบค่าความทนต่อการบิดงอและโมดูลัสของการบิดงอ

3.9 การทดสอบอุณหภูมิการบิดเบี้ยวด้วยความร้อน (Heat Deflection Temperature, HDT) ASTM D-648

หลักการ

HDT เป็นวิธีการหาอุณหภูมิที่ทำให้ Plastic เสียสภาพ (บิดงอ) ภายใต้ความดัน 18.56 kg/cm^2 (264 psi) ซึ่งชิ้นงานจะถูกนำไปวางไว้ตามแนวตั้งตามที่กำหนด และเพิ่มอุณหภูมิของ Heating Medium ในอัตรา 2°C/min วัดอุณหภูมิของ Heater Medium เมื่อชิ้นงานงอไปจากเดิม 0.01 นิ้ว หรือ 0.245 mm คือ Heat Deflection Temperature

เครื่องมือและอุปกรณ์

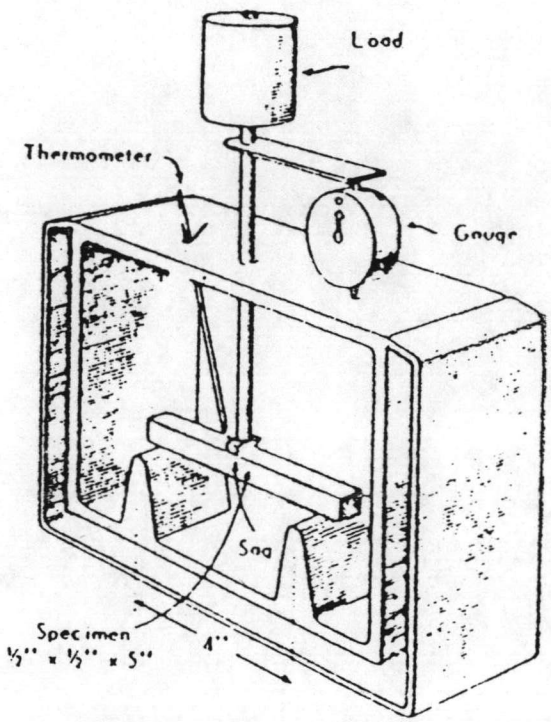
1. Oven
2. Heat Deflection Tester YASUDA SEIKI HD-148 PC
3. Micrometer ขนาด 0-25 mm ความละเอียด 0.01 mm

การเตรียมชิ้นงาน

1. เตรียมชิ้นงานโดยวิธีการฉีดแบบ โดย Injection molding
2. เลือกชิ้นงานที่สมบูรณ์ 2 ชิ้น เหลาขอบชิ้นงานให้เรียบและตัด gate mark ให้จมลึกลงในชิ้นงานเล็กน้อย ขนาดของชิ้นงานคือ 5 x 1/2 x 1/8 นิ้ว แต่ความหนาอาจเป็นได้ตั้งแต่ 1/8 ถึง1/2 นิ้ว
3. นำชิ้นงานไป Condition ที่อุณหภูมิ 23 ± 2° C และความชื้นสัมพัทธ์ 50 ± 5% เป็นเวลา 48 ชั่วโมง
4. วัดความหนาและความกว้างตรงกลางของชิ้นงานโดยใช้ Micrometer ความละเอียด0.01 mm

วิธีการทดสอบ

1. ใส่ชิ้นงานใน rack ตามแนวตั้ง ให้ชิ้นงานอยู่ตรงกลางพอดี และตำแหน่ง gate mark หงายขึ้นและอยู่ด้านใน
2. ใส่น้ำหนักตามที่คำนวณได้ แล้วกดปุ่มให้เครื่องทำงาน
3. เมื่อเสร็จการทดสอบเครื่องจะทำการ cooling เอง
4. อ่านค่าจากเครื่อง

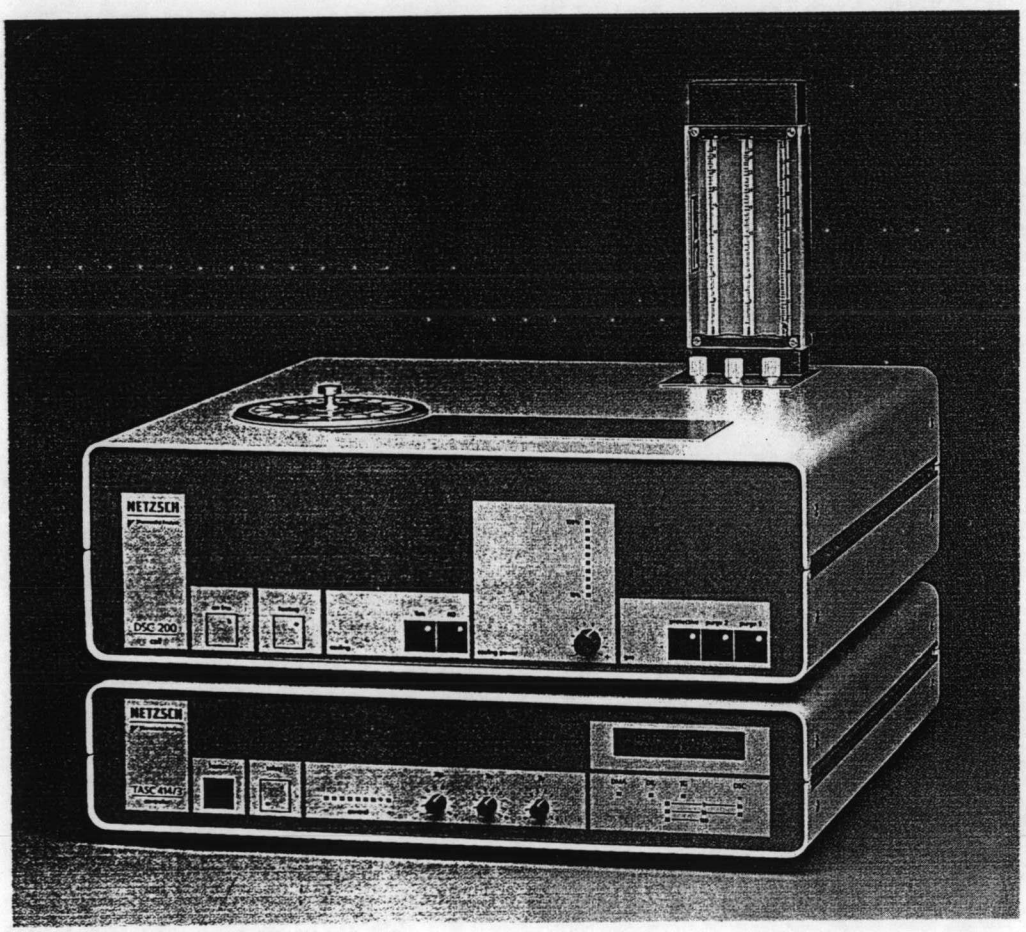


รูปที่ 3.13 การทดสอบอุณหภูมิการบิดเบี้ยวด้วยความร้อน

3.10 การหาค่าอุณหภูมิหลอมเหลว (Melting Temperature, Tm)

โดยการใช้เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) NETZSCH รุ่น DSC 200 สภาวะที่ใช้ในการทดลองมีรายละเอียดดังนี้คือ

- ช่วงอุณหภูมิ (Temperature range) 50-200° C
- อัตราการเพิ่มความร้อน (Heating rate) 10° C/min
- Sensitivity 000/Rg 500V
- น้ำหนักของตัวอย่างที่ใช้ 8-9 mg



รูปที่ 13.14 Differential Scanning Calorimeter "NETZSCH DSC 200"