

## บทที่ 3

### การทดลอง

#### 3.1 การเตรียมเกลือเทรพทาเลตจากการย่อยสลายขวดเพท

##### 3.1.1 สารเคมี

1. ขวดเพท
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์
3. เอทิลีนไกลคอล
4. แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
5. เอทานอล

##### 3.1.2 อุปกรณ์

1. ขวดก้นกลม 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร
2. Magnetic heating mantle
3. เทอร์โมมิเตอร์ ( $0-300^\circ\text{C}$ )
4. เครื่องควบแน่นแบบกลั่นไหลกลับ
5. ท่อนำแก๊สไนโตรเจน
6. เครื่องกรองสุญญากาศ
7. ตู้อบลมร้อน
8. เครื่องบด

##### 3.1.3 เครื่องทดสอบ

1. ฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR, Nicolet รุ่น Impact 400D)
2. เทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (TGA, Perkin-Elmer รุ่น TGA 7)
3. ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนิงคาลอริมิเตอร์ (DSC, Perkin-Elmer รุ่น DSC 7)

4. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM, Jeol รุ่น JSM-5410LV)
5. ไรต์แองเกิลเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (WAXD, Bruker Axs รุ่น D8 Advance)

### 3.1.4 วิธีการทดลอง

#### 3.1.4.1 การเตรียมไดโซเดียมเทรฟทาเลตจากการย่อยสลายขวดเพทด้วยปฏิกิริยาอัลคาไลตีคอมโพสิชัน

1. ทำความสะอาดขวดเพทแล้วนำไปอบในตู้อบลมร้อนที่  $100^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 6 ชั่วโมง นำขวดเพทเข้าเครื่องบด
2. นำขวดเพทบดละเอียด 38.4 กรัม โซเดียมไฮดรอกไซด์ 16.8 กรัม และเอทิลีนไกลคอล 200 มิลลิลิตร ใส่ในขวดก้นกลม 4 คอ ซึ่งต่อกับเครื่องควบแน่นแบบไหลกลับ เทอร์โมมิเตอร์ และท่อนำแก๊สไนโตรเจน
3. ให้ความร้อนกับขวดก้นกลมที่อุณหภูมิ  $180^{\circ}\text{C}$  ด้วย magnetic heating mantle ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนและกวนสารผสมตลอดเวลา ปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
4. ลดความร้อนลง ทิ้งให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้องภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนโดยกวนสารผสมตลอดเวลา
5. กรองผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ นำตะกอนที่ได้ไปล้างด้วยเอทานอลเพื่อกำจัดโซเดียมไฮดรอกไซด์และเอทิลีนไกลคอล
6. นำตะกอนที่ได้ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 350 มิลลิลิตร แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ จะได้ตะกอนของขวดเพทที่เหลือจากปฏิกิริยาและสารละลายใสของไดโซเดียมเทรฟทาเลต
7. นำส่วนของสารละลายใสมาเติมเอทานอลปริมาตร 700 มิลลิลิตร โดยกวนของผสมตลอดเวลาจะได้ไดโซเดียมเทรฟทาเลตตกตะกอนแยกออกมา
8. กรองแยกไดโซเดียมเทรฟทาเลตด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ นำตะกอนที่ได้ไปล้างด้วยเอทานอลหลายครั้ง
9. นำไดโซเดียมเทรฟทาเลตที่ได้ไปอบในตู้อบลมร้อนที่อุณหภูมิ  $200^{\circ}\text{C}$  เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง นำไปตรวจสอบและวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR TGA DSC SEM และ WAXD

### 3.1.4.2 การเตรียมแคลเซียมเทรฟทาเลตจากไดโซเดียมเทรฟทาเลต

1. นำไดโซเดียมเทรฟทาเลต 62 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร
2. นำแคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต 46 กรัม ละลายน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร
3. เทสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ลงไปในส่วนละลายไดโซเดียมเทรฟทาเลต ได้แคลเซียมเทรฟทาเลตตกตะกอนแยกออกมา
4. กรองแยกแคลเซียมเทรฟทาเลตด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ นำตะกอนที่ได้ ไปล้างด้วยน้ำกลั่นหลายครั้ง
5. นำแคลเซียมเทรฟทาเลตที่ได้ไปอบในตู้อบลมร้อนที่อุณหภูมิ  $200^{\circ}\text{C}$  เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง นำไปตรวจสอบและวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR TGA DSC SEM และ WAXD

### 3.1.5 การวิเคราะห์และตรวจสอบเกลือเทรฟทาเลต

#### 3.1.5.1 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของกรดเทรฟทาสิกและเกลือเทรฟทาเลตด้วยเทคนิค FT-IR โดยนำกรดเทรฟทาสิกและเกลือเทรฟทาเลตบดผสมกับโปแตสเซียมโบรไมด์ในอัตราส่วน 1 ต่อ 10 แล้วอัดเป็นแผ่นกลมใสเพื่อใช้ในการทดสอบ

#### 3.1.5.2 การตรวจสอบด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์

ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของเกลือเทรฟทาเลต โดยการนำเกลือเทรฟทาเลตปริมาณ 10-15 มิลลิกรัม วางใส่เครื่อง TGA ตั้งภาวะการทดสอบดังนี้

1. ให้อุณหภูมิคงที่ที่  $50^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2 นาที
2. เพิ่มความร้อนจากอุณหภูมิ  $50^{\circ}\text{C}$  จนถึง  $850^{\circ}\text{C}$  โดยใช้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ  $20^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$

และทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สออกซิเจน

### 3.1.5.3 การตรวจสอบด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์

ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของเกลือเทรฟทาเลตด้วยเครื่อง DSC โดยนำเกลือเทรฟทาเลตปริมาณ 5-8 มิลลิกรัม บรรจุในจาน DSC ซึ่งนำหนักที่แน่นอนแล้วปิดฝา โดยตั้งภาวะการทดสอบดังนี้

1. ให้อุณหภูมิคงที่ที่  $50^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2 นาที
2. เพิ่มความร้อนจากอุณหภูมิ  $50^{\circ}\text{C}$  จนถึง  $230^{\circ}\text{C}$  โดยใช้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ  $20^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$

ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน โดยมีการสอบเทียบอุณหภูมิของเครื่อง DSC ด้วย Indium ซึ่งมีอุณหภูมิการหลอมที่  $156.6^{\circ}\text{C}$  และค่าความร้อนของการหลอมเหลวเท่ากับ 28.5 จูลต่อกรัม

### 3.1.5.4 การตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ตรวจสอบลักษณะรูปร่างอนุภาคของเกลือเทรฟทาเลต โดยนำเกลือเทรฟทาเลตมายึดติดบนแท่นวางชิ้นงาน ทำการเคลือบผิวทอง นำไปส่องดูลักษณะรูปร่างอนุภาคด้วยเครื่อง SEM ที่กำลังขยายเท่ากับ 2,000 และ 7,500 เท่า

### 3.1.5.5 การตรวจสอบด้วยเครื่องไวต์แองเกิลเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์

ตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเกลือเทรฟทาเลตด้วยเครื่อง WAXD โดยตั้งภาวะทดสอบที่ 40 kV 40 mA ความเร็วทดสอบเท่ากับ 2 องศาต่อนาที และมุมทดสอบเท่ากับ 5 องศา ถึง 30 องศา

### 3.2 การเตรียมชิ้นงานทดสอบไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีน

#### 3.2.1 สารเคมี

1. ไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนโฮโมพอลิเมอร์ (i-PP homopolymer) - เกรด Pro-fax 6331 (MFI = 12) ซึ่งได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท เฮชเอ็มซี โปลิเมอร์ จำกัด
2. ผงสีควินาคริโตน (Quinacridone Pigment E3B) ซึ่งเป็นผงสีสีแดงและได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท Clariant จำกัด
3. ไตโซเดียมเทรฟทาเลต
4. แคลเซียมเทรฟทาเลต

#### 3.2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. Co-Rotating Twin-Screw Extruder (Collin Twin-Screw Extruder)
2. Injection Molding Machine (Arburg Allrounder รุ่น 270M 350-90)
3. Compression Molding Machine (Wabash Compression Machine)
4. แผ่นอลูมิเนียม

#### 3.2.3 เครื่องทดสอบ

1. ดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์ (DSC, Perkin-Elmer รุ่น DSC 7)
2. ไรต์แองเกิลเอกซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (WAXD, Bruker Axs รุ่น D8 Advance)
3. เครื่องทดสอบแรงกระแทก (Zwick Impact Tester รุ่น B5102)
4. เครื่องทดสอบแรงดึง (Lloyd Universal Testing Machine)

### 3.2.4 วิธีการทดลอง

#### 3.2.4.1 การเตรียมไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนคอมปาวด์

นำไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนผสมกับสารก่อผลึก คือ ผงสีควินาคริโดน ไดโซเดียม เทเรฟทาเลตและแคลเซียมเทเรฟทาเลต ตามอัตราส่วนที่แสดงในตารางที่ 3.1 ด้วยเครื่อง Co-Rotating Twin-Screw Extruder โดยตั้งภาวะการผสมที่อุณหภูมิกระบอกฉีดเท่ากับ 160 170 180 190 200 และ 200°C ตามลำดับ ความเร็วสกรูเท่ากับ 50 รอบต่อนาที และตัดเป็นเม็ดด้วยเครื่อง pelletizer

ตารางที่ 3.1 สูตรต่างๆ ที่ใช้ในการเตรียมไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนคอมปาวด์

ชื่อตัวอย่าง	ปริมาณสารก่อผลึก (%โดยน้ำหนัก)		
	Quinacridone pigment E3B	Na <sub>2</sub> -TPA	Ca-TPA
iPP	-	-	-
E3B	0.0001 <sup>#</sup>	-	-
Na0.25	-	0.25	-
Na0.50	-	0.50	-
Na0.75	-	0.75	-
Na1.00	-	1.00	-
Na1.50	-	1.25	-
Na2.50	-	2.50	-
Ca0.25	-	-	0.25
Ca0.50	-	-	0.50
Ca0.75	-	-	0.75
Ca1.00	-	-	1.00
Ca1.50	-	-	1.25
Ca2.50	-	-	2.50

<sup>#</sup> การใช้ผงสีควินาคริโดนปริมาณ 0.00001 - 0.0001 %โดยน้ำหนัก มีประสิทธิภาพสูงสุดในการชักนำให้ไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนเกิดผลึกแบบเบตาสูงสุด<sup>18</sup>

### 3.2.4.2 การเตรียมแผ่นไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีน

เตรียมแผ่นไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนเพื่อใช้ในการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC โดยนำไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนคอมปาวด์ประมาณ 10 กรัม ใส่แม่แบบแล้วนำเข้าเครื่อง compression molding machine โดยตั้งภาวะการขึ้นรูปที่ อุณหภูมิ 230°C ความดันเท่ากับ 5 tons force เป็นเวลา 5 นาที

### 3.2.4.3 การขึ้นรูปชิ้นงานทดสอบไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีน

นำไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนคอมปาวด์มาฉีดขึ้นรูปด้วยเครื่อง injection molding machine ได้เป็นชิ้นงานทดสอบเพื่อใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึก ทดสอบ สมบัติความทนแรงกระแทกและทดสอบสมบัติความทนแรงดึง โดยตั้งภาวะการฉีดที่ อุณหภูมิกระบอฉีดเท่ากับ 180 200 220 230 และ 230°C ตามลำดับ อุณหภูมิแม่แบบ เท่ากับ 80°C และความดันฉีดเท่ากับ 500 บาร์



ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.3 การตรวจสอบความสามารถในการทำหน้าที่เป็นสารก่อผลึกของเกลือเทรฟทาเลตสำหรับไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีน

#### 3.3.1 การตรวจสอบด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์

ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของชิ้นงานไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนด้วยเครื่อง DSC โดยตัดชิ้นทดสอบวงกลมจากแผ่นไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนปริมาณ 5-8 มิลลิกรัม บรรจุใน DSC Pan ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนแล้วปิดฝา ทำการทดสอบโดยตั้งภาวะการทดสอบดังนี้

1. ให้อุณหภูมิคงที่ที่  $50^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2 นาที
2. เพิ่มความร้อนจากอุณหภูมิ  $50^{\circ}\text{C}$  จนถึง  $210^{\circ}\text{C}$  โดยใช้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ  $200^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$
3. ให้อุณหภูมิคงที่ที่  $210^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 3 นาที
4. ลดความร้อนจากอุณหภูมิ  $210^{\circ}\text{C}$  จนถึง  $50^{\circ}\text{C}$  โดยใช้อัตราการลดอุณหภูมิเท่ากับ  $20^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$

ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน โดยมีการสอบเทียบอุณหภูมิของเครื่อง DSC ด้วย Indium ซึ่งมีอุณหภูมิการหลอมที่  $156.6^{\circ}\text{C}$  และค่าความร้อนของการหลอมเหลวเท่ากับ 28.5 จูลต่อกรัม

#### 3.3.2 การตรวจสอบด้วยเครื่องไวต์แองเกิลเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์

ตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของชิ้นงานไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนด้วยเครื่อง WAXD เพื่อวิเคราะห์รูปแบบผลึก โดยตั้งภาวะทดสอบที่ 40 kV 40 mA ความเร็วเท่ากับ 2 องศาต่อนาที และมุมทดสอบเท่ากับ 5 องศา ถึง 30 องศา



### 3.4 การทดสอบสมบัติเชิงกลของชิ้นงานไอโซเทกติกพอลิโพรพิลีน

#### 3.4.1 ความทนแรงกระแทก

ทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทกของชิ้นงานตัวอย่างไอโซเทกติกพอลิโพรพิลีนด้วยเครื่องทดสอบแรงกระแทก ใช้หัวค้อนตีแบบ Izod (notch) ขนาด 4 จูล (รายละเอียดดูได้จากมาตรฐาน ASTM D256)

#### 3.4.2 ความทนแรงดึง

ทดสอบสมบัติความทนแรงดึงของชิ้นงานตัวอย่างไอโซเทกติกพอลิโพรพิลีนด้วยเครื่องทดสอบแรงดึง โดยใช้หัวดึงขนาด 2.5 KN ตั้งค่าภาวะทดสอบที่ความเร็วดึงเท่ากับ 50 มิลลิเมตรต่อนาที และระยะ gauge length เท่ากับ 50 มิลลิเมตร (รายละเอียดดูได้จากมาตรฐาน ISO 527-1)



ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย