บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1. พอลิเอทีลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE) เกรด LD 1902F จากบริษัทไทยโพลิเอททีลีน จำกัด ซึ่งมีสมบัติดังแสดงในตารางที่ 3.1
2. แป้งมันสำปะหลัง (cassava starch) บริษัท ไทยวา จำกัด
3. มอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปรด้วยได(ไฮโดรจิเนเทดแทลโล)ไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (di(hydrogenated tallow) dimethyl ammonium chloride) มีค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนประจุบวกเท่ากับ 1.5 เท่าของค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนประจุบวกของดินเหนียวบริสุทธิ์ จากสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
4. กลีเซอรอล (glycerol)

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. ภาชนะใส่สาร
2. ช้อนตักสาร
3. แผ่นใสชนิดถ่ายเอกสาร
4. เวอร์เนียร์
5. ไมโครมิเตอร์
6. เดซิเคเตอร์
7. เครื่องชั่งน้ำหนัก
8. ตู้อบสุญญากาศ
9. แม่พิมพ์โลหะ

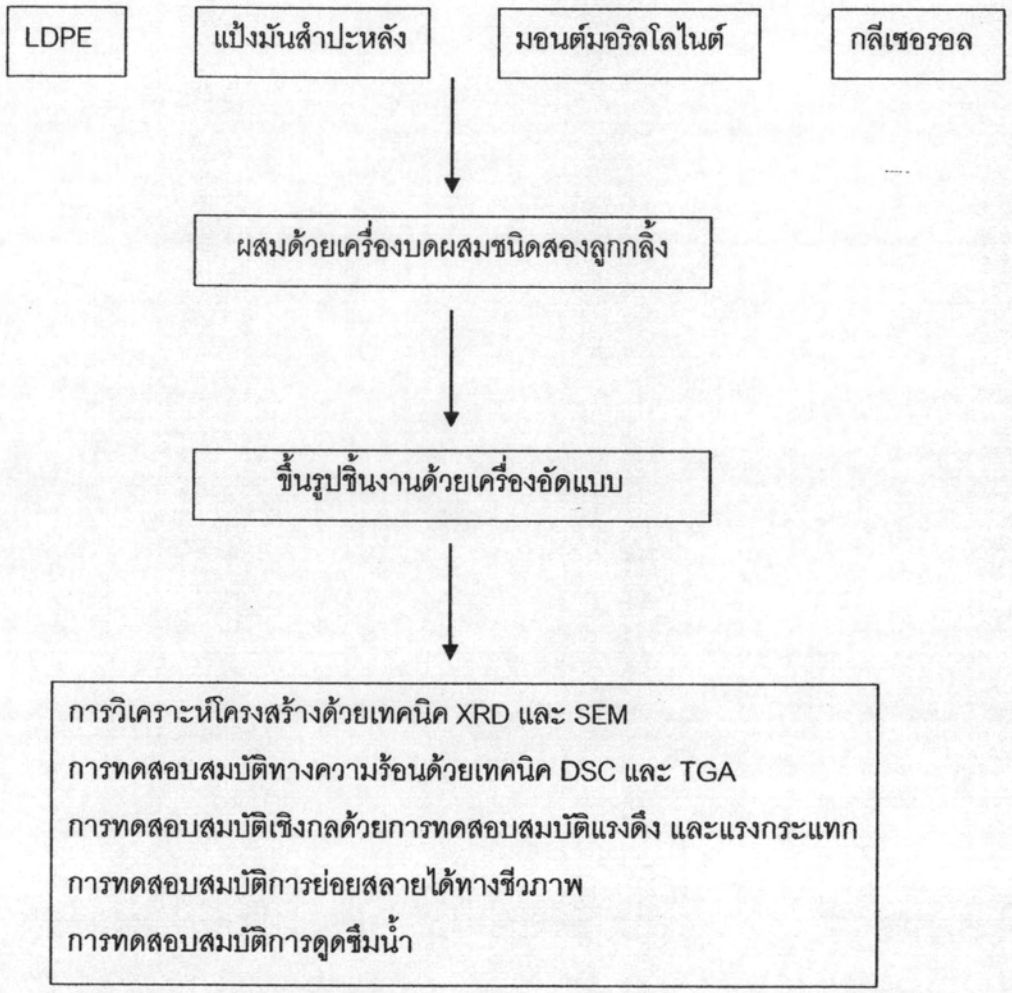
ตารางที่ 3.1 สมบัติของ LDPE เกรด LD 1902F

สมบัติเชิงกล	หน่วย	วิธีการทดสอบ	ค่าที่ระบุ
Melt Flow Index	g/10 min.	ASTM D 1238	2.0
Density	g/cm^3	ASTM D 1505	0.919
Tensile Strength at Break	kg/cm^2	ASTM D 638	MD:200,TD:230
Elongation at Break	%	ASTM D 638	MD:180,TD:590
Elmendorf Tear Strength	g/25 micron	ASTM D 1922	MD:370,TD:100
Dart Impact Strength	G	ASTM D 1790	150
Haze	%	ASTM D 1003	7
Gloss	%	ASTM D 2457	80
Flexural Modulus	Kg/cm^2	ASTM D790	2100
Hardness, Shore D	-	ASTM D 2240	46
Vicat Softening Point	°C	ASTM D 1525	92
Melting Point	°C	ASTM D 2117	110
Brittleness Temperature	°C	ASTM D 746	<-70

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องบดผสมชนิดสองลูกกลิ้ง (Two rolls mill) ของบริษัท LABTECH
   ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
2. เครื่องอัดแบบ (Compression molding) ของบริษัท LABTECH
   ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
3. เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) ของบริษัท METTLER TOLEDO รุ่น DSC 822^{e}
   ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
4. เครื่อง Thermal Gravimetric Analysis (TGA) ของบริษัท METTLER TOLEDO รุ่น TGA/STDA 851^{e} ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
5. เครื่อง Universal testing machine ของบริษัท LLOYD รุ่น LR100K
   ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
6. เครื่องทดสอบความต้านทานแรงกระแทกของ Gotech รุ่น GT-7045-MDH
   ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
7. เครื่องทำรอยบากชิ้นงาน ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
8. เครื่องตัดชิ้นงาน
   ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
9. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JEOL JSM-6480LV
   คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.4 ขั้นตอนการทดลอง (รูปที่ 3.1)



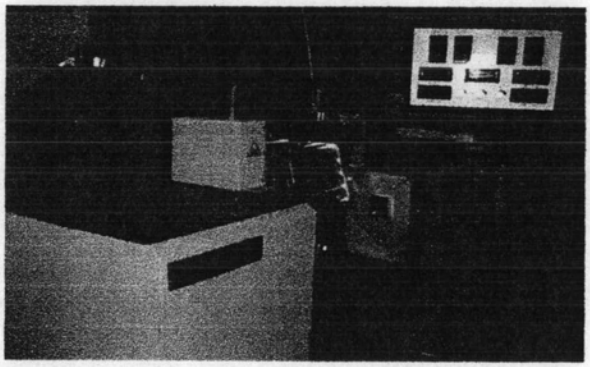
รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการทดลอง

3.4.1 การผสมขั้นต้น

นำ LDPE แป้งมันสำปะหลัง มอนต์มอริลโลไนต์ และกลีเซอรอล ใส่ในถุงพลาสติก แล้วเขย่าผสมเป็นเวลา 5 นาที

3.4.2 การผสม

นำของผสมระหว่าง LDPE แป้งมันสำปะหลัง มอนต์มอริลโลไนต์ และกลีเซอรอล ที่ได้จากการผสมขั้นต้นที่อัตราส่วนในสูตรต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.2 มาเทลงระหว่างลูกกลิ้งของเครื่องบดผสมชนิดสองลูกกลิ้ง (two-roll mill) (รูปที่ 3.2) ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส และใช้ความเร็วของลูกกลิ้งหน้า 12-15 รอบ/นาที และลูกกลิ้งหลัง 5-8 รอบ/นาที ผสมให้เข้ากันเป็นเวลา 40 นาที จากนั้นจึงนำออกจากเครื่องบดผสมชนิดสองลูกกลิ้ง เพื่อนำไปขึ้นรูปต่อไป

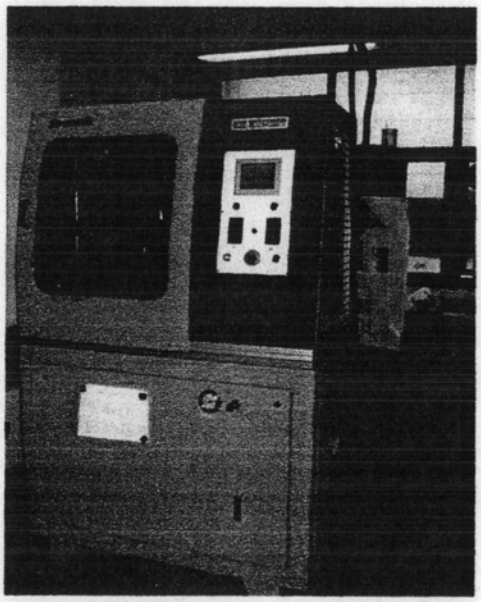


รูปที่ 3.2 เครื่องบดผสมชนิดสองลูกกลิ้ง (two-roll mill)

3.4.3 การขึ้นรูป

นำของผสมที่ได้จากเครื่องบดผสมชนิดสองลูกกลิ้ง ไปใส่ลงในแม่พิมพ์โลหะ แล้วนำไปขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบ (compression molding) (รูปที่ 3.3) ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ภายใต้ภาวะดังนี้

Preheat	240 วินาที
Venting	3 วินาที 20 ครั้ง
Pressing	420 วินาที
Cooling	600 วินาที



รูปที่ 3.3 เครื่องอัดแบบ (compression molding)

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ แป้งมันสำปะหลัง กลีเซอรอล และมอนต์มอริลโลไนต์

พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (%)	แป้งมันสำปะหลัง (%)	กลีเซอรอล	มอนต์มอริลโลไนต์ (phr)
100	0	0	0
90	10	0.2	0
		0.2	2
		0.2	4
		0.2	6
		0.2	8
80	20	0.4	0
		0.4	2
		0.4	4
		0.4	6
		0.4	8
70	30	0.6	0
		0.6	2
		0.6	4
		0.6	6
		0.6	8
60	40	0.8	0
		0.8	2
		0.8	4
		0.8	6
		0.8	8

หมายเหตุ : ปริมาณของกลีเซอรอลเป็น 20 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักแป้งมันสำปะหลัง

3.5 การทดสอบ

3.5.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค XRD

การวิเคราะห์โครงสร้างของพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD) ใช้เครื่องรุ่น Philip PW3710 PC-APD (รูปที่ 3.4)

ภาวะที่ใช้ในการทดลอง

หลอดรังสีเอ็กซ์ : Cu

แหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ : CuK_{α}

โดยเครื่องทำงานเริ่มที่มุม 2θ ตั้งแต่ 2 องศาถึง 40 องศา อัตราความเร็ว 0.02องศาต่อนาที คำนวณระยะห่างระหว่างระนาบ 001(d_{001}) ของมอนต์มอริลโลไนต์ จากสมการของแบรกก์ (Bragg's equation) ดังนี้

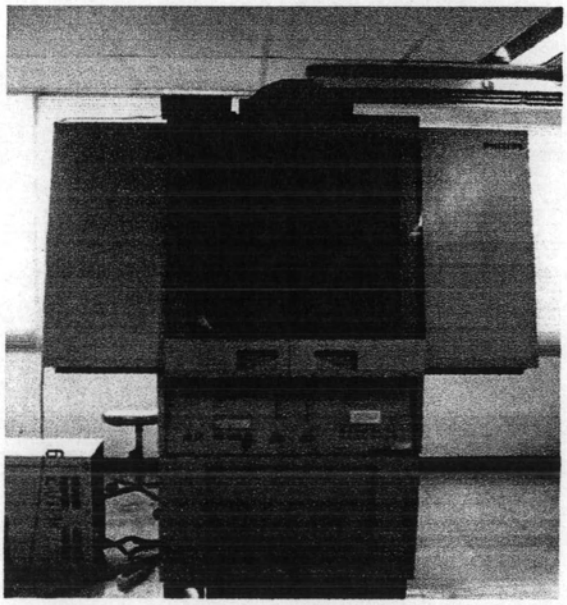
$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (1)$$

โดย d คือ ระยะห่างของชั้นระหว่างผลึก

n คือ ตัวเลขจำนวนเต็ม (n=1)

λ คือ ความยาวคลื่นของแสง (λ = 1.54060 ^{o}A)

θ คือ มุมที่รังสีเอ็กซ์ตกกระทบผิวของผลึก

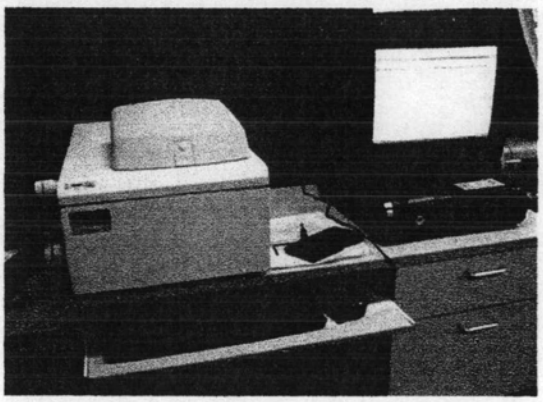


รูปที่ 3.4 X-ray Diffractometer (XRD) รุ่น Philip PW3710 PC-APD

3.5.2 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อน

เทคนิค DSC

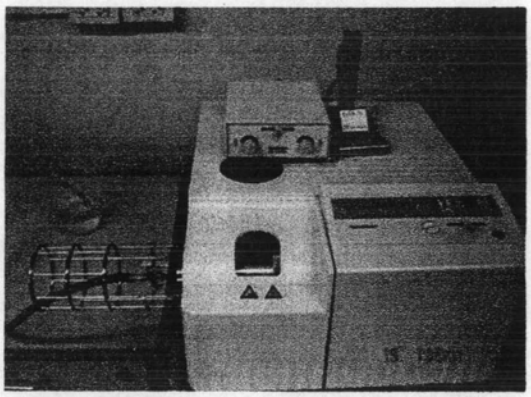
ทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องของ Differential Scanning Calorimeter (DSC) ยี่ห้อ METTLER TOLEDO รุ่น DSC 822^e ดังแสดงในรูปที่ 3.5 นำชิ้นทดสอบมาให้ความร้อนในอัตรา 20°C/นาที ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 50-300 องศาเซลเซียส โดยทำการให้ความร้อนถึง 300 องศาเซลเซียส แล้วทำให้เย็นตัวลงมาที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราทำให้เย็น 20°C/นาที เช่นเดียวกัน หลังจากนั้นให้ความร้อนถึง 300 องศาเซลเซียส อีกครั้งหนึ่งในอัตราเท่าเดิมเพื่อกำจัดความเค้นที่หลงเหลือเนื่องจากความร้อนในการขึ้นรูป



รูปที่ 3.5 Differential Scanning Calorimeter (DSC) รุ่น METTLER TOLEDO DSC 822^e

เทคนิค TGA

วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค TGA โดยใช้เครื่องของ METTLER TELEDO TGA/SDTA 851^e (รูปที่ 3.6) โดยนำชิ้งทดสอบซึ่งมีน้ำหนักประมาณ 3-10 มิลลิกรัม ใส่ในถาดอะลูมินา โดยใช้ภาวะในการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ 50-1000°C อัตราการเพิ่มความร้อน 20 $^\circ$C/นาที ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สในโตรเจน



รูปที่ 3.6 เครื่อง Thermal Gravimetric Analyzer (TGA) ยี่ห้อ METTLER TOLEDO รุ่น TGA/SDTA 851^{e}

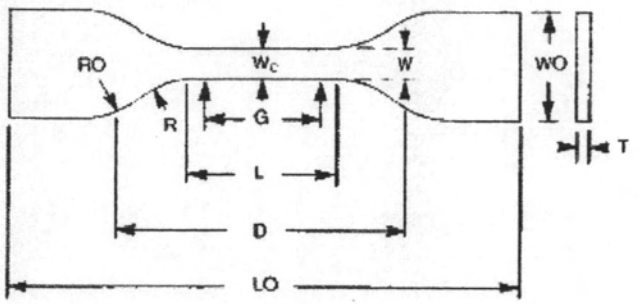
3.5.3 การทดสอบสมบัติเชิงกล

<u>การทดสอบความต้านแรงดึง</u>

เตรียมชิ้นงานให้มีขนาดตามมาตรฐาน ASTM D638 (Type 4) (รูปที่ 3.7) โดยตัดด้วยเครื่องตัดชิ้นงาน แล้วนำไปทดสอบสมบัติความต้านแรงดึงด้วยเครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น LR100K (รูปที่ 3.8)

โดยใช้ภาวะในการทดสอบดังนี้

อุณหภูมิ	25 องศาเซลเซียส
ความชื้นสัมพัทธ์	50 เปอร์เซ็นต์
Load Cell	1 กิโลนิวตัน
ความเร็วในการทดสอบ	50 มม./นาที

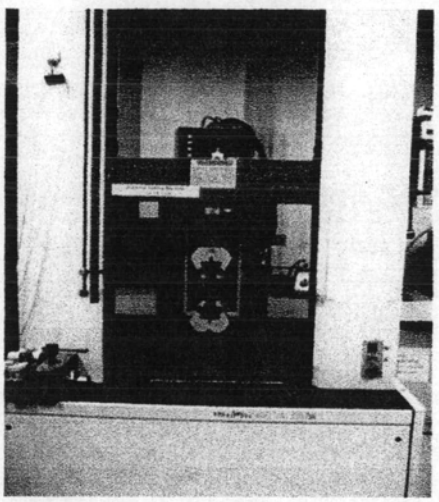


TYPE IV

W : 6 มม. L : 33 มม. G : 25 มม. R : 14 มม.

W_0 : 19 มม. L_0 : 115 มม. D : 65 มม. R_0 : 25 มม.

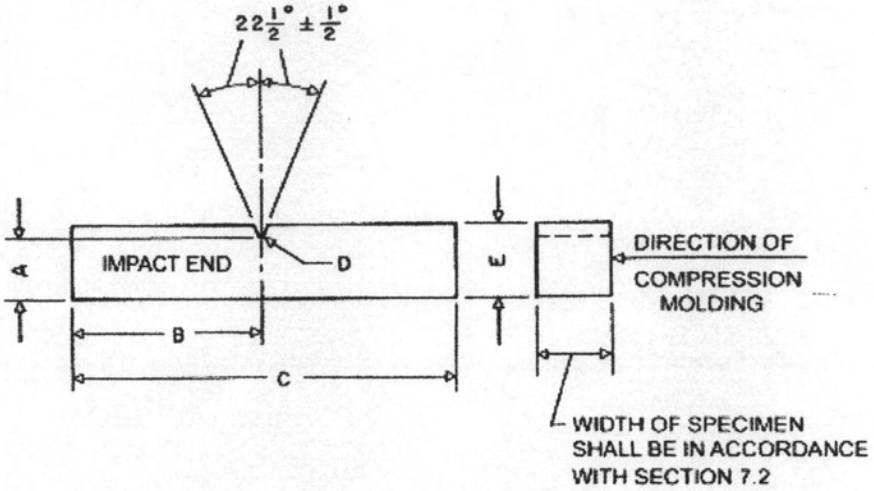
รูปที่ 3.7 ขนาดชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D 638 (type IV)



รูปที่ 3.8 เครื่อง Universal testing machine รุ่น LLOYD LR100K

<u>การทดสอบความต้านทานแรงกระแทก</u>

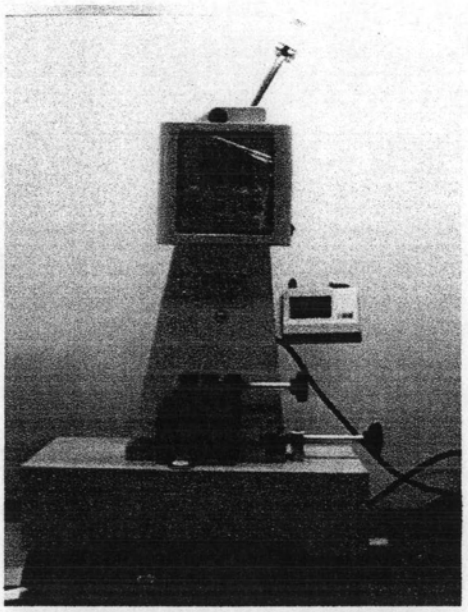
เตรียมชิ้นงานให้มีขนาดตามมาตรฐาน ASTM D256-04 (Type Izod) (รูปที่ 3.9) แล้วนำไปทดสอบความต้านทานแรงกระแทกด้วยเครื่องทดสอบความต้านแรงกระแทกของ Gotech รุ่น GT-7045-MDH (รูปที่ 3.10)



A : 10.16 ± 0.05 มม. B : ค่าสูงสุด 31.8 ± 1.0 มม.

C : ค่าสูงสุด 63.5 ± 2.0 มม. D: 0.25 ± 0.05 มม. E: 12.7 ± 0.15 มม.

รูปที่ 3.9 ขนาดชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D256-04 (Type Izod)



รูปที่ 3.10 เครื่องทดสอบความต้านแรงกระแทก ของ Gotech รุ่น GT-7045-MDH

3.5.4 การทดสอบการดูดซึมน้ำ

ทำการทดสอบการดูดซึมน้ำตามขั้นตอนในมาตรฐาน ASTM D 570-98 โดยตัดชิ้นงานขนาด 20×20×2.5 มิลลิเมตร ตัวอย่างละ 5 ชิ้น มาทำการอบไล่ความชื้นในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์ นำไปชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอนด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง หลังจากนั้นนำชิ้นงานมาแช่น้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง 1, 2, 3 และ 4 สัปดาห์ โดยทุกช่วงเวลาจะนำชิ้นงานขึ้นมาชั่งหาน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง ซึ่งการชั่งน้ำหนักทำโดยนำชิ้นงานขึ้นจากน้ำเช็ดให้แห้งด้วยผ้าสะอาด ชั่งน้ำหนักทันทีแล้วใส่ชิ้นงานกลับลงไปในน้ำหลังจากที่ทำการชั่งน้ำหนักเรียบร้อยแล้วเพื่อเตรียมชั่งน้ำหนักครั้งต่อไป โดยคำนวณค่าการดูดซึมน้ำจากสูตร

$$\text{เปอร์เซ็นต์การดูดซึมน้ำ} = \frac{(W_1 - W_0) \times 100}{W_0}$$

เมื่อ W_1 คือ น้ำหนักชิ้นงานหลังแช่น้ำตามระยะเวลาที่กำหนด

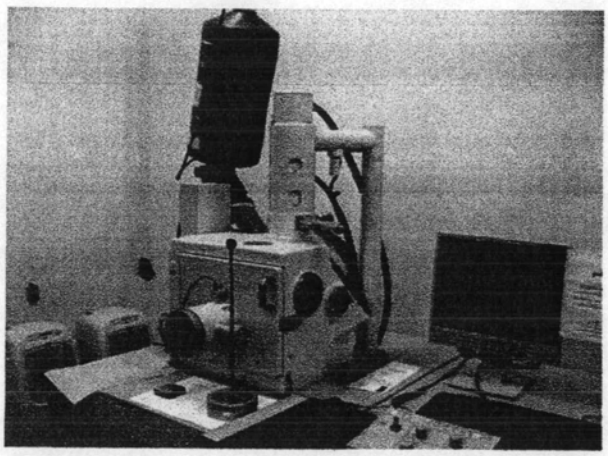
W_0 คือ น้ำหนักชิ้นงานก่อนแช่น้ำ

3.5.5 การทดสอบความสามารถในการย่อยสลายได้ทางชีวภาพ

นำชิ้นงานรูปดัมเบลล์ไปใส่ไว้ในเดซิเคเตอร์ตั้งทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง แล้วนำชิ้นงานไปฝังลงในดินลึกจากผิวดิน 5 เซนติเมตร ในกระบะที่บรรจุดินอยู่เต็ม (กระบะใส่ดินต้องมีรูสำหรับระบายน้ำส่วนเกินออก) รดน้ำบนดินให้ชุ่มจากนั้นนำกระบะดินเก็บไว้ที่อุณหภูมิประมาณ 30 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ตามระยะเวลาที่กำหนด (2, 4, 6 และ 8 สัปดาห์) นำชิ้นงานออกจากดินอย่างระมัดระวัง และล้างเบาๆ ด้วยน้ำกลั่นเพื่อเอาดินที่ติดที่ผิวออก ซับเบาๆ ด้วยกระดาษชำระ แล้วนำทำให้แห้งในตู้อบสุญญากาศ ทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์ นำชิ้นงานไปทดสอบสมบัติความต้านแรงดึงที่เปลี่ยนไป เพื่อเปรียบเทียบกับสมบัติก่อนฝังดิน

3.5.6 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา

ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของชิ้นงานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรุ่น JEOL JSM-6480LV (รูปที่ 3.11) โดยใช้ศักย์ไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ การทดสอบแบ่งเป็น 2 ชุด โดยชุดที่ 1 ทำการทดสอบดูการกระจายตัว ความเข้ากันได้ โดยศึกษาตรงรอยพื้นผิวตัดขวางที่แตกหลังจากผ่านการทดสอบความต้านแรงกระแทก ชุดที่ 2 ตรวงสอบพื้นผิวของชิ้นทดสอบเพื่อดูการย่อยสลายของชิ้นงานหลังผ่านการทดสอบการย่อยสลายทางชีวภาพแล้ว



รูปที่ 3.11 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JEOL, JSM-6480LV)