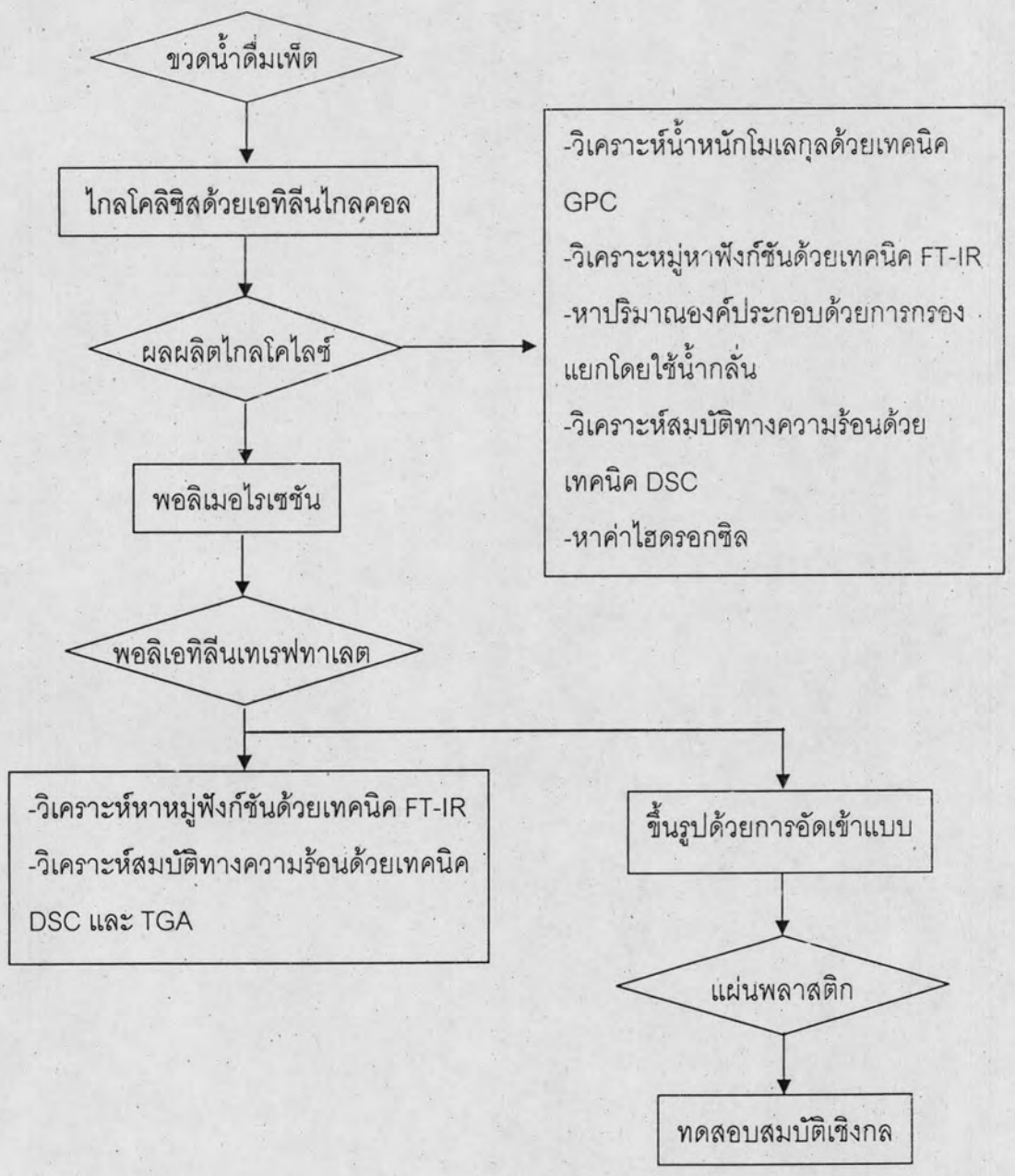
บทที่ 3

การทดลอง

3.1 ขั้นตอนการทดลอง



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการทดลองในการรีไซเคิลขวดน้ำดื่มเพ็ตเป็นแผ่นพลาสติกพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต

3.2 การเตรียมผลผลิตไกลโคไลซ์จากขวดเพ็ตที่ใช้แล้ว

3.2.1 วัตถุดิบและสารเคมี

1. ขวดน้ำดื่มเพ็ต
2. เอทิลีนไกลคอล เกรดสำหรับการทำปฏิกิริยาของบริษัท Ajax Finechem จำกัด
3. ซิงก์แอซีเทต เกรดสำหรับการวิเคราะห์ของบริษัท Ajax Finechem จำกัด
4. เอทานอล เกรดสำหรับการวิเคราะห์ของบริษัท Merck จำกัด
5. โซเดียมไฮดรอกไซด์ เกรดสำหรับการวิเคราะห์ของบริษัท Ajax Finechem จำกัด

3.2.2 อุปกรณ์

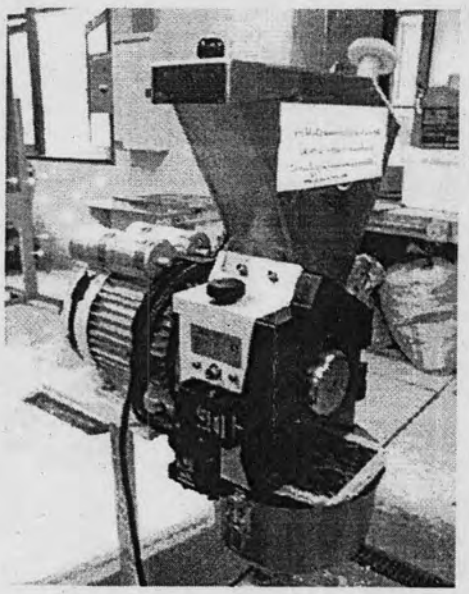
1. เครื่องบดละเอียด (pulverizer) รุ่น T15
2. เครื่องกวนชนิดปรับรอบได้พร้อมแท่งเหล็กกวนแบบห่วงโซ่
3. ฮีตทิงแมนเทิล (Heating mantle) ขนาด 500 มิลลิลิตร
4. ขวดก้นกลม 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร
5. ข้อต่อรูปตัววาย
6. เทอร์โมมิเตอร์ (0-300 องศาเซลเซียส)
7. เครื่องควบแน่นแบบกลั่นไหลกลับ (reflux condenser)
8. ท่อนำแก๊สไนโตรเจนและข้อต่อกับท่อนำแก๊ส

3.2.3 วิธีการทดลอง

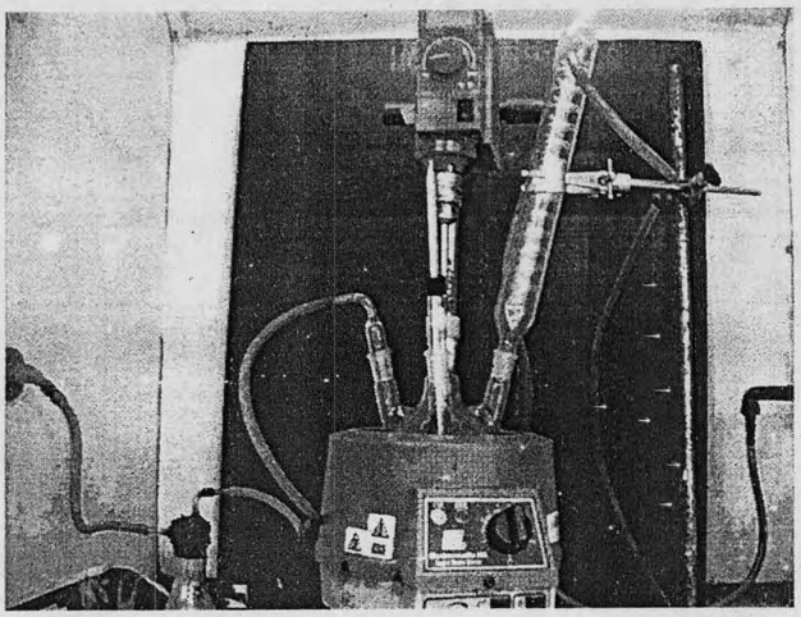
1. ตัดและบดขวดน้ำดื่มเพ็ตให้เป็นชิ้นเล็กๆ ด้วยเครื่องบดละเอียด (pulverizer) รุ่น T15 ดังแสดงในรูปที่ 3.2
2. นำขวดเพ็ตที่บดละเอียดและเอทิลีนไกลคอลในอัตราส่วนโดยน้ำหนักของขวดเพ็ต ต่อเอทิลีนไกลคอล เท่ากับ 1 ต่อ 5 และซิงก์แอซีเทต ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักขวดเพ็ต ใส่ในขวดก้นกลม 4 คอ ซึ่งต่อเข้ากับเครื่องกวน เทอร์โมมิเตอร์ เครื่องควบแน่น และท่อนำแก๊สไนโตรเจน ดังแสดงในรูปที่ 3.3
3. ให้ความร้อนกับของผสมจนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 196±2 องศาเซลเซียส ภายในเวลา 30 นาที โดยใช้ฮีตทิงแมนเทิล พร้อมทั้งกวนของผสมตลอดเวลาด้วยอัตราเร็ว 600 รอบ/นาที ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน จากนั้นให้ปฏิกิริยาการย่อยสลายดำเนินไปภายใต้ภาวะดังกล่าว ตามระยะเวลาที่กำหนดเมื่อครบเวลาที่กำหนดหยุดให้ความร้อน และปล่อยให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้องภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

4. นำผลผลิตไกลโคไลซ์ที่ได้นำมาละลายในน้ำกลั่นเย็นอุณหภูมิห้องประมาณ 500 มิลลิลิตร จากนั้นนำมากรอง นำส่วนที่ไม่ละลายมาละลายซ้ำในน้ำกลั่นเย็นและนำมากรอง ทำเช่นนี้สามครั้ง นำส่วนที่ละลายน้ำกลั่นเย็น แช่เย็นในตู้เย็นเป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อให้ส่วนที่ละลายน้ำตกตะกอน จากนั้นนำไปกรองเพื่อแยกส่วนที่ตกตะกอนออก แล้วนำไปอบไล่ความชื้นในตู้อบอุณหภูมิประมาณ 60 องศาเซลเซียสจนแห้ง
5. นำส่วนที่ไม่ละลายน้ำกลั่นเย็นมาละลายในน้ำกลั่นร้อนอุณหภูมิ 80* องศาเซลเซียส จากนั้นนำมากรอง นำส่วนที่ละลายในน้ำกลั่นร้อนแช่ตู้เย็นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้ส่วนที่ละลายในน้ำกลั่นร้อนตกตะกอน จากนั้นนำไปกรองเพื่อแยกส่วนที่ตกตะกอนออก แล้วนำไปอบไล่ความชื้นในตู้อบอุณหภูมิประมาณ 60 องศาเซลเซียสจนแห้ง
6. นำส่วนที่ไม่ละลายในน้ำกลั่นร้อนไปอบ เพื่อไล่ความชื้นในตู้อบอุณหภูมิประมาณ 60 องศาเซลเซียสจนแห้ง
7. นำแต่ละส่วนที่แยกได้และ อบไล่ความชื้นจนแห้งมาชั่งน้ำหนักเพื่อหาสัดส่วนของแต่ละส่วน

หมายเหตุ : * เป็นอุณหภูมิสูงสุดที่ไม่ทำให้ส่วนผสมที่มีสีของขวดละลายออกมาเจือปนกับผลผลิตไกลโคไลซ์



รูปที่ 3.2 เครื่องบดละเอียด (pulverizer) รุ่น T15



รูปที่ 3.3 อุปกรณ์การย่อยสลายขวดเพ็ต

3.3 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตจากผลผลิตไกลโคไลซ์

3.3.1 สารเคมี

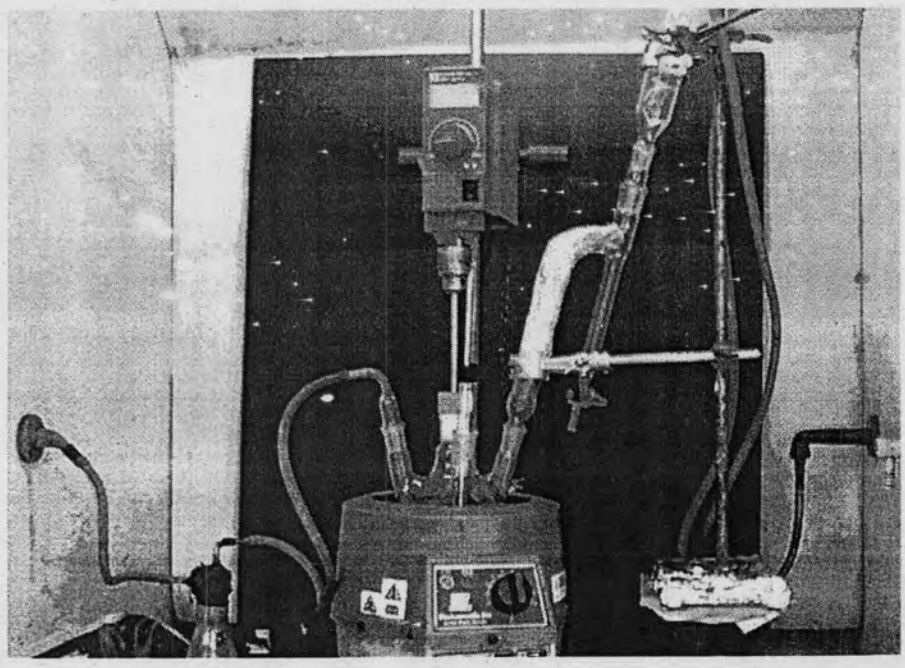
1. ผลผลิตไกลโคไลซ์
2. ซิงก์แอซีเทต เกรดสำหรับการวิเคราะห์ของ บริษัท Ajax Finechem จำกัด
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ เกรดสำหรับการวิเคราะห์ของ บริษัท Ajax Finechem จำกัด

3.3.2 อุปกรณ์

1. เครื่องกวนชนิดปรับรอบได้พร้อมแท่งเหล็กกวนแบบห่วงโซ่
2. ฮีตทิงแมนเทิล (Heating mantle) ขนาด 500 มิลลิลิตร
3. ขวดก้นกลม 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร
4. เทอร์โมมิเตอร์ (0-360 องศาเซลเซียส)
5. เครื่องควบแน่นแบบกลั่นไหลกลับ (reflux condenser)
6. ท่อนำแก๊สไนโตรเจน
7. ชุดต่อดักน้ำ
8. ปั๊มดูดอากาศพร้อมชุดปรับ

3.3.3 **วิธีการทดลอง**

1. นำผลผลิตไกลโคไลซ์ที่ได้จากการย่อยสลายขวดเพ็ต อัตราส่วน 1 โมลต่อ 0.0002 โมลของซิงก์แอซีเทตใส่ลงในขวดก้นกลม 4 คอ ซึ่งต่อกับเครื่องกวน เทอร์โมมิเตอร์ ชุดดักน้ำ เครื่องควบแน่น ท่อนำแก๊สไนโตรเจน และ ปั๊มดูดอากาศ ดังแสดงในรูปที่ 3.4
2. ให้ความร้อนแก่สารผสมเพื่อให้ผลผลิตไกลโคไลซ์หลอมเหลว โดยทำให้หลอมเหลวภายในเวลา 5 นาที จากนั้นเพิ่มความร้อนจนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 280±5 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งกวนของผสมตลอดเวลาด้วยอัตราการกวน 120 รอบ ต่อนาที ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน และให้อุณหภูมิของสารผสมคงที่ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที หลังจากนั้นทำปฏิกิริยาภายใต้การลดความดันบรรยากาศ ต่ออีก 30 นาที
3. นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ออกจากขวดและทิ้งไว้ให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง

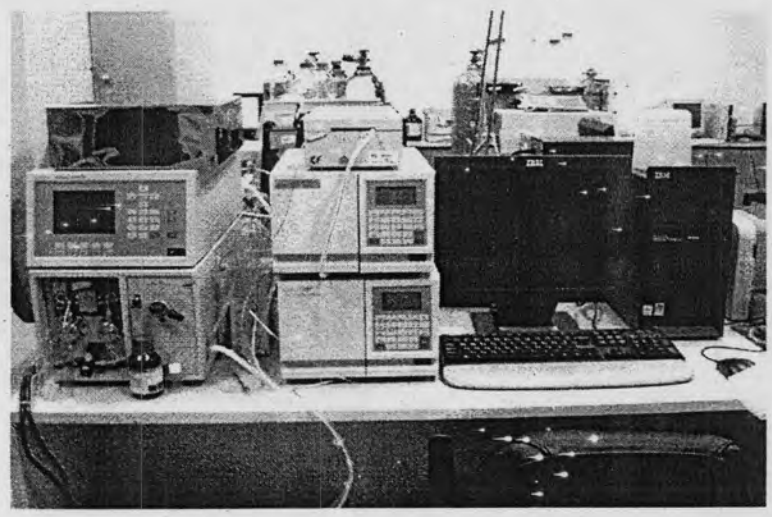


รูปที่ 3.4 อุปกรณ์การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต

3.4 การหาลักษณะเฉพาะและสมบัติทางความร้อนของผลผลิตไกลโคไลซ์และพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตที่สังเคราะห์ได้

3.4.1 การหาน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลด้วยเทคนิคเจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (GPC)

เป็นการหาน้ำหนักโมเลกุลของผลผลิตไกลโคไลซ์ โดยใช้เครื่อง GPC ของ Waters รุ่น Waters 600 ดังแสดงในรูปที่ 3.5 ด้วยวิธีการวัดค่าดัชนีหักเห (refractive index) ซึ่งตัววัด (detector) จะพลอตผลการวิเคราะห์ที่ได้ออกมาในรูปของกราฟที่เรียกว่า โครมาโทแกรม (chromatogram) และคำนวณหาน้ำหนักโมเลกุลพร้อมทั้งการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเปรียบเทียบกับ โครมาโทแกรมอ้างอิง (reference chromatogram) ที่ได้จากพอลิสไตรีนมาตรฐาน ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย 745-395,980 โดยชั่งน้ำหนักสารตัวอย่างประมาณ 15 มิลลิกรัม แล้วนำไปละลายในเตตระไฮโดรฟิวแรน (tetrahydrofuran; THF) ปริมาณ 25 มิลลิลิตร จากนั้นจึงนำสารละลายตัวอย่างกรองเอาฝุ่นละอองออก โดยใช้กระดาษกรองที่มีความละเอียด 45 ไมครอน จากนั้นจึงนำสารตัวอย่างปริมาตร 50 ไมโครลิตร ฉีดเข้าเครื่อง GPC และใช้เตตระไฮโดรฟิวแรน เป็นเฟสเคลื่อนที่ ประมวลผลด้วยโปรแกรม Empower ใช้เวลาทดสอบ 40 นาที

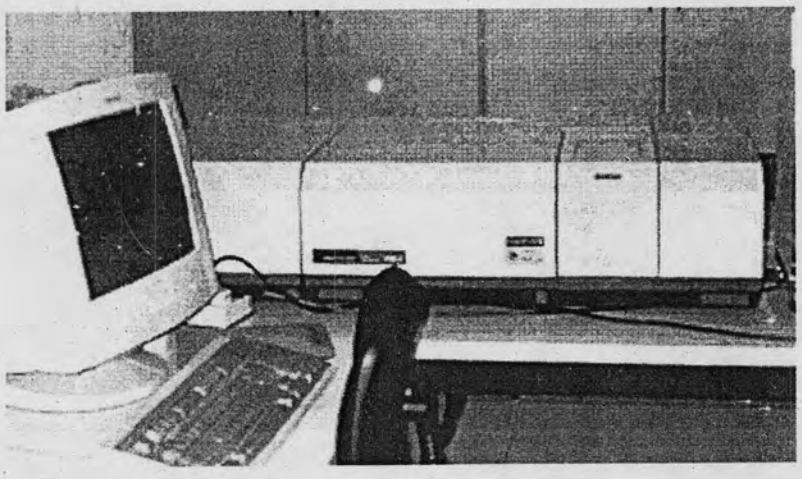


รูปที่ 3.5 เจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟ ของ Waters รุ่น Waters 600

3.4.2 การตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR)

นำผลผลิตไกลโคไลซ์ที่ได้จากปฏิกิริยาไกลโคลิซิสที่เวลาต่างๆกัน และพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตที่สังเคราะห์ได้ ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR สเปกโทรมิเตอร์ ของ Perkin Elmer รุ่น 1760X ดังแสดงในรูปที่ 3.6 โดยนำสารตัวอย่างมาบดกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) แล้วนำไปอัด

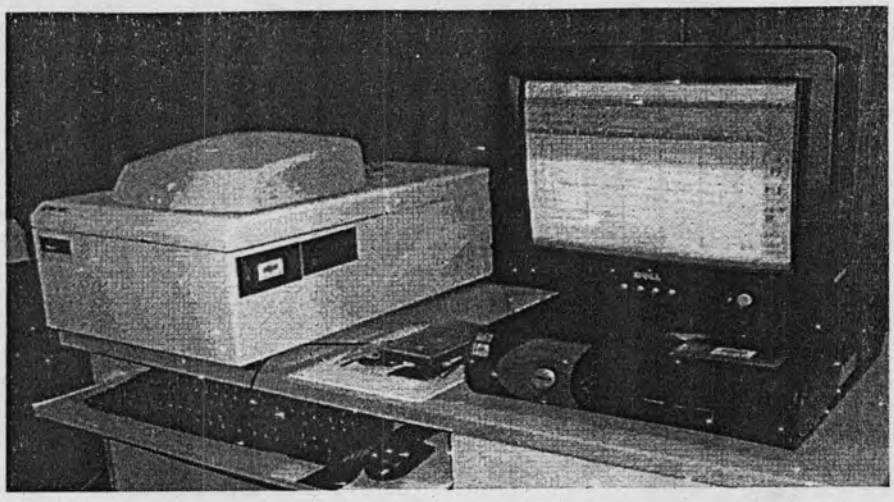
ให้เป็นชิ้นทดสอบ จากนั้นนำมาหาแถบการดูดกลืนที่เกิดจากหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ซึ่งสามารถบอกถึงโครงสร้างทางเคมีของสารได้



รูปที่ 3.6 ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ของ Perkin Elmer รุ่น 1760X

3.4.3 การหาอุณหภูมิหลอมเหลวด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงคาลอริเมทรี (DSC)

เป็นการหาอุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) ของผลผลิตไกลโคไลซ์และพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตที่สังเคราะห์ได้ ด้วยดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงคาลอริมิเตอร์ของ Perkin Elmer รุ่น Diamond DSC ดังแสดงในรูปที่ 3.7 โดยนำสารตัวอย่างน้ำหนักประมาณ 3-10 มิลลิกรัม ใส่ในถาดอะลูมิเนียม ชั่งน้ำหนักสารที่แน่นอนแล้วปิดผนึก นำไปทดสอบเทียบกับถาดอะลูมิเนียมเปล่าที่เป็นอากาศเป็นสารอ้างอิง สำหรับผลผลิตไกลโคไลซ์ ใช้ภาวะในการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ 50 ถึง 150 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มความร้อน 10 องศาเซลเซียส/นาที และพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตที่สังเคราะห์ได้ใช้ภาวะในการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ 50 ถึง 300 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มความร้อน 20 องศาเซลเซียส/นาที โดยทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.7 ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงแคลอริมิเตอร์ ของ Perkin Elmer รุ่น Diamond DSC

3.4.4 **การหาค่าไฮดรอกซิล** (hydroxyl value)

เป็นการหาค่าของหมู่ไฮดรอกซิลซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันที่อยู่ตรงปลายทั้งสองด้านของ BHET และ โอลิโกเมอร์ขนาดต่างๆ เพื่อเป็นการตรวจสอบปริมาณไฮดรอกซิลของผลผลิตไกลโคไลซ์ ตามมาตรฐาน ASTM D4274-05 TEST METHOD C [29] คือ ใช้สารตัวอย่างน้ำหนักโดยประมาณ 2.7 กรัม ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ นำมาละลายกับสารละลายฟทาลิกแอนไฮไดรด์ในไพริดีน ปริมาณ 25 มิลลิลิตร ต่อขวดรูปชมพู่เข้ากับเครื่องควบแน่น จากนั้นให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 115±2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้สารตัวอย่างละลายได้สมบูรณ์ แล้วนำมาไทเทรตกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.5 โมล/ลิตร นำปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มาคำนวณหาค่าไฮดรอกซิลตามสมการ 3.1

$$\text{ค่าไฮดรอกซิล} = [(B - A)\, N \times 56.1]/\, W \qquad (3.1)$$

โดยที่ A คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรตกับสารตัวอย่าง, มิลลิลิตร (mL)

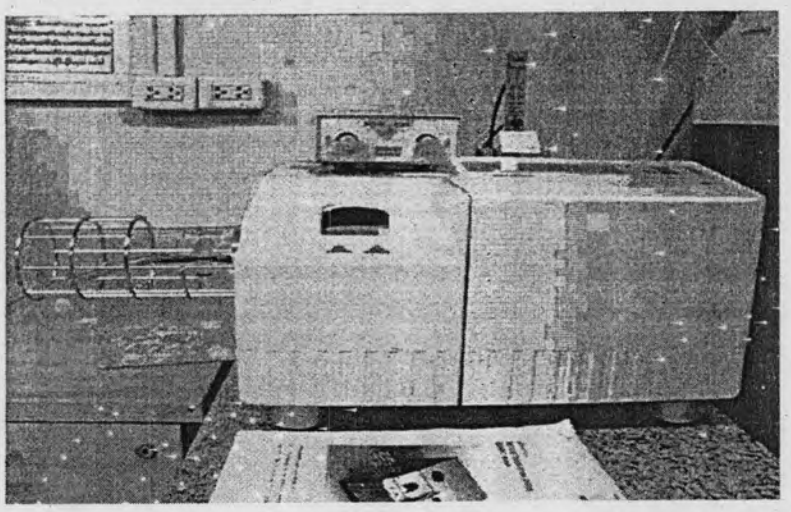
B คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรตกับตัวทำละลายที่ไม่มีสารตัวอย่าง, มิลลิลิตร (mL)

N คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรต, โมล/ลิตร (mol/L)

W คือ น้ำหนักของสารตัวอย่าง, กรัม (g)

3.4.5 **การหาอุณหภูมิการสลายตัวด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมทริกแอนาลิซิส** (TGA)

เป็นการหาอุณหภูมิการสลายตัว (T_d) ของพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทอร์โมกราวิเมทริกแอนาไลเซอร์ของ METTLER TOLEDO รุ่น TGA/SDTA 851^e ดังแสดงในรูปที่ 3.8 โดยนำสารตัวอย่างที่มีน้ำหนักประมาณ 3-10 มิลลิกรัม ใส่ในถาดอะลูมินา ใช้ภาวะในการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ 50 ถึง 650 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มความร้อน 20 องศาเซลเซียส/นาที ทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.8 เทอร์โมกราวิเมทริกแอนาไลเซอร์ ของ METTLER TOLEDO รุ่น TGA/SDTA 851^e

3.5 การขึ้นรูปแผ่นพลาสติกพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต

3.5.1 สารเคมี

1. พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตที่ได้จากการสังเคราะห์

3.5.2 อุปกรณ์

1. เครื่องอัดเข้าแบบ (Compression molding) ของ Lab tech engineering รุ่น LP-S-50
2. เครื่องตัดชิ้นงานทดสอบ
3. เครื่องบากชิ้นงาน

3.5.3 วิธีการทดลอง

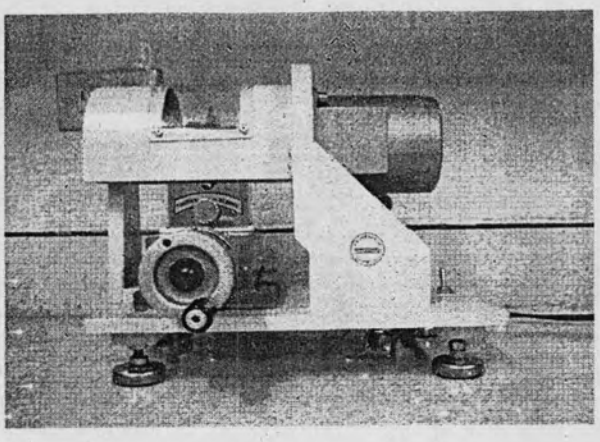
1. นำพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตที่สังเคราะห์ได้ขึ้นรูปเป็นแผ่นโดยใช้เครื่องอัดเข้าแบบของ Lab tech engineering รุ่น LP-S-50 ดังแสดงในรูปที่ 3.9 ที่อุณหภูมิ 256 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที (ช่วงเตรียมการให้ความร้อนเพื่อหลอม

พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต 3 นาที ช่วงอัดความดันเพื่อเข้ารูป 2 นาที และช่วงลดอุณหภูมิลง 15 นาที)

2. ตัดแผ่นพอลิเมอร์เป็นชิ้นงานขนาดต่างๆ ด้วยเครื่องตัดชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 3.10 และ บากชิ้นงานด้วยเครื่องบากชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 3.11 เพื่อนำไปใช้ในการทดสอบสมบัติเชิงกล

รูปที่ 3.9 เครื่องอัดเข้าแบบ (Compression molding) ของ Lab tech engineering รุ่น LP-S-50

รูปที่ 3.10 เครื่องตัดชิ้นงาน



รูปที่ 3.11 เครื่องบากชิ้นงาน

3.6 การทดสอบสมบัติเชิงกลของแผ่นพลาสติกพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต

3.6.1 การทดสอบความทนแรงดัดโค้ง (flexural testing)

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D790 [30] ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine ดังแสดงในรูปที่ 3.12 โดยตัดชิ้นทดสอบให้มีขนาดความกว้าง 25 มิลลิเมตร ความยาว 80 มิลลิเมตร และความหนา 3.2 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.13 นำชิ้นทดสอบไปวางบนคานรองรับของเครื่อง Universal Testing Machine ให้แรงกดกับชิ้นทดสอบที่ตำแหน่งกึ่งกลางระหว่างคานทั้งสองซึ่งรองอยู่ด้านล่างด้วยอัตราเร็วเฉพาะค่าหนึ่ง ชิ้นทดสอบจะได้รับทั้งแรงเค้นดึง (tensile stress) และแรงเค้นกด (compressive stress) ดังแสดงในรูปที่ 3.14

ค่าแรงกดที่ทำให้ชิ้นทดสอบแตกหักสามารถนำมาใช้คำนวณหาค่าความทนแรงดัดโค้ง (flexural strength) จาก สมการที่ 3.2

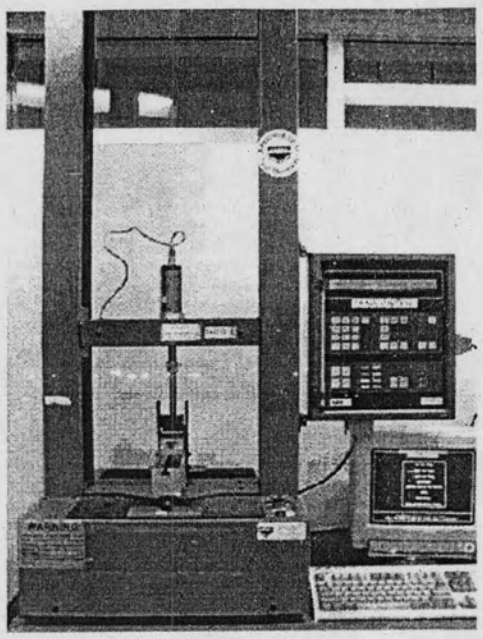
$$\text{Flexural Strength} = \frac{3PL}{2bd^2} \qquad (3.2)$$

โดยที่ P คือ แรงที่ชิ้นทดสอบเกิดการแตกหัก, นิวตัน (N)

L คือ ความยาว (span length), มิลลิเมตร (mm)

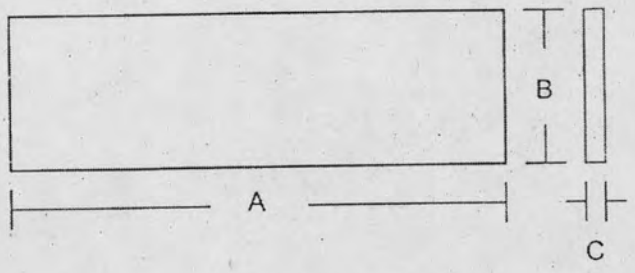
b คือ ความกว้างของชิ้นทดสอบโดยเฉลี่ย, มิลลิเมตร (mm)

d คือ ความหนาของชิ้นทดสอบโดยเฉลี่ย, มิลลิเมตร (mm)



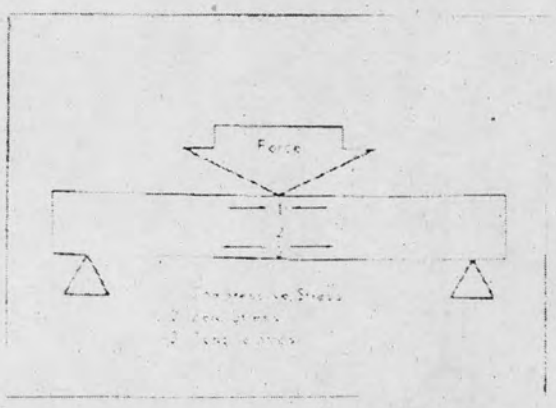
รูปที่ 3.12 เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD500

การทดสอบใช้ Load Cell ขนาด 2500 นิวตัน ดึงด้วยอัตราเร็ว 1.30 มิลลิเมตร/นาที และมี gauge length 50 มิลลิเมตร



A: 80 มม. B: 25 มม. C: 3.2 มม.

รูปที่ 3.13 ขนาดชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D790



รูปที่ 3.14 แรงกระทำต่อชิ้นทดสอบของเครื่องทดสอบความทนแรงดัดโค้งแบบสามจุด

3.6.2 **การทดสอบความทนแรงกระแทก** (impact strength)

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D256 [31] ด้วยเครื่อง Impact Testing Machine ดังแสดงในรูปที่ 3.15 เลือกวิธีการทดสอบแบบ Izod test โดยตัดชิ้นทดสอบให้มีขนาดความกว้าง 10.0 มิลลิเมตร และความหนา 3.2 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.16 วางชิ้นทดสอบในแนวตั้งฉากและยึดที่ปลายเพียงด้านเดียว โดยตำแหน่งของรอยบากจะถูกหันเข้าหาด้านที่ตุ้มน้ำหนักตกกระทบ ปล่อยตุ้มน้ำหนักลงมาตามแรงโน้มถ่วงโดยตุ้มน้ำหนักจะตกกระทบตรงกึ่งกลางของชิ้นทดสอบ อ่านค่าพลังงานที่ได้และบันทึกข้อมูลเพื่อนำไปใช้ในการคำนวณค่าความทนแรงกระแทกตามสมการที่ 3.3

$$\text{Impact Strength} = \frac{W}{bd} \tag{3.3}$$

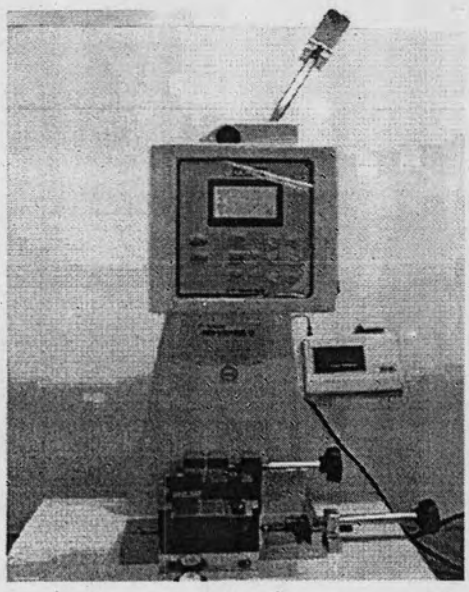
โดยที่ W คือ พลังงาน, จูล (J)

b คือ ความกว้างของชิ้นทดสอบตรงบริเวณรอยบาก, มิลลิเมตร (mm)

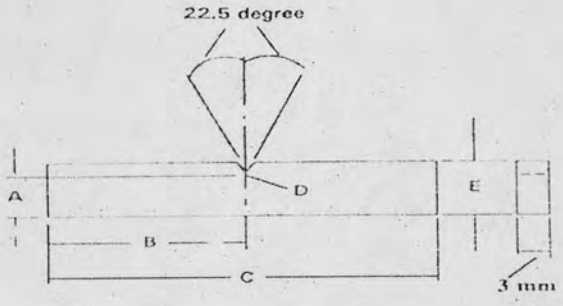
d คือ ความหนาของชิ้นทดสอบ, มิลลิเมตร (mm)

โดยใช้ภาวะในการทดสอบดังนี้

อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความชื้นสัมพัทธ์	50	เปอร์เซ็นต์



รูปที่ 3.15 เครื่องทดสอบความทนแรงกระแทก รุ่น GT-7045-MDH



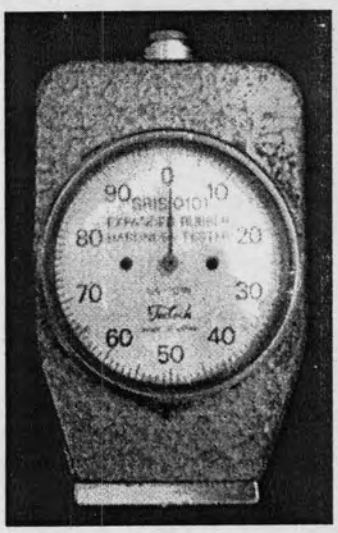
A: 10.16 ± 0.05 มม. B: ค่าสูงสุด 32.00, ค่าต่ำสุด 31.50

C: ค่าสูงสุด 63.50, ค่าต่ำสุด 53.50 D: 0.25 ± 0.05 มม. E: 12.70 ± 0.15 มม.

รูปที่ 3.16 ขนาดชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D256 (type Izod)

3.6.3 การทดสอบความแข็ง (hardness)

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D2240 [32] ด้วยเครื่องดูโรมิเตอร์ (Durometer) ชนิด shore C รุ่น GS-701N Teclock มีลักษณะหัวกดบอล ดังแสดงในรูปที่ 3.17 ซึ่งเป็นเครื่องวัดความแข็งของแผ่นพลาสติกที่มีความหนามากกว่า 3 มิลลิเมตร ชิ้นทดสอบควรมีพื้นที่มากพอที่จะทำให้หัวกด (indentor) กดห่างจากขอบอย่างน้อย 12 มิลลิเมตร และต้องวัดความแข็งอย่างน้อย 6 ตำแหน่ง โดยแต่ละตำแหน่งควรห่างกันอย่างน้อย 6 มิลลิเมตร โดยกดเครื่องดูโรมิเตอร์ลงบนชิ้นทดสอบให้ด้านล่างของ ดูโรมิเตอร์แนบชิดกับผิวของชิ้นทดสอบให้มากที่สุด แล้วนำค่าที่ได้มาหาค่าเฉลี่ย



รูปที่ 3.17 เครื่องดูโรมิเตอร์ (Durometer) ชนิด Shore C รุ่น GS-701N Teclock