

สมบัติทางกายภาพของแกรไฟีนออกไซด์/พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทอเรฟแทเลตคอมพอสิต



นายศุภณัฐ อ่าวจินดา

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2558

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PHYSICAL PROPERTIES OF GRAPHENE OXIDE/POLY(BUTYLENE ADIPATE-CO-
TEREPHTHALATE) COMPOSITES

Mr. Supanut Owjinda



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Petrochemistry and Polymer Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2015

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	สมบัติทางกายภาพของแกรไฟีนออกไซด์/พอลิบิวทิลีนแอดิ
	เพตโคเทรฟแพเลตคอมพอสิต
โดย	นายศุภณัฐ อ่าวจินดา
สาขาวิชา	ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โปธิยะราช

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

.....คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(ศาสตราจารย์ ดร.ภัทรพรธน์ ประศาสน์สารกิจ)
.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โปธิยะราช)

.....กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ภาวี ศรีกุลกิจ)

.....กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุภาภรณ์ นพคุณดิลกรัตน์)

.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร)

ศุภณัฐ อ่าวจินดา : สมบัติทางกายภาพของแกรฟีนออกไซด์/พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟเทอเลตคอมพอสิต (PHYSICAL PROPERTIES OF GRAPHENE OXIDE/POLY(BUTYLENE ADIPATE-CO-TEREPHTHALATE) COMPOSITES) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: รศ. ดร. ประณัฐ โพธิยะราช, 79 หน้า.

จุดประสงค์ของงานวิจัยนี้คือการศึกษาสมบัติของพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟเทอเลตเติมด้วยแกรฟีนออกไซด์ โดยแกรฟีนออกไซด์/พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟเทอเลตคอมพอสิตที่ความเข้มข้นต่างๆเตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมต่อด้วยการผสมแบบหลอมเหลว นำแกรฟีนออกไซด์ซึ่งเตรียมได้จากเทคนิคอิมเมอร์สัดแปลงตรวจสอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีและเทคนิคเอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปีเพื่อยืนยันการมีอยู่ของหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ มาสเตอร์แบตช์ของพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟเทอเลตกับแกรฟีนออกไซด์เตรียมได้จากวิธีตกตะกอนร่วม หลังจากได้ก้อนตะกอนของแกรฟีนออกไซด์/พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟเทอเลตแล้ว นำไปผสมกับพลาสติกพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟเทอเลตเพื่อให้ได้แกรฟีนออกไซด์/พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟเทอเลตคอมพาวนด์ที่ความเข้มข้นของตัวเติมต่างกันตั้งแต่ 0 ถึง 2 โดยน้ำหนักด้วยเครื่องอัดรีดสกรูคู่ จากนั้นนำคอมพาวนด์ที่เตรียมไปขึ้นรูปเป็นฟิล์มคอมพอสิตด้วยเครื่องอัดรีดฟิล์ม แล้วนำฟิล์มคอมพอสิตที่ได้ไปทดสอบสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อนพบว่า ความทนแรงดึง ยังสัมพันธ์ และความทนแรงฉีกขาดเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อปริมาณของแกรฟีนออกไซด์ในคอมพอสิตเพิ่มขึ้น สันฐานวิทยาของภาพตัดขวางฟิล์มคอมพอสิตจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงให้เห็นถึงลักษณะของเนื้อฟิล์มที่เปลี่ยนแปลงไปอย่างมากหลังจากเติมแกรฟีนออกไซด์ลงไป ผลของการศึกษาการสลายตัวทางความร้อนจากเครื่องวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อนของฟิล์มคอมพอสิตพบว่า แม้ปริมาณแกรฟีนออกไซด์เพิ่มขึ้นก็ไม่ส่งผลต่อความเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มคอมพอสิต นอกจากนี้การเพิ่มปริมาณแกรฟีนออกไซด์ส่งผลต่อการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนของฟิล์มคอมพอสิตเพียงเล็กน้อยเช่นเดียวกัน

สาขาวิชา ปีโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต

ปีการศึกษา 2558

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยและวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้อย่างสมบูรณ์ ผู้วิจัยขอขอบพระคุณรองศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โภธิยะราช อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ที่ให้โอกาสผู้วิจัยในการทำวิจัยครั้งนี้ ช่วยให้คำปรึกษา ความรู้ คำแนะนำ และสนับสนุนเงินทุนในการจัดหาวัสดุอุปกรณ์เพื่อใช้ในการทำงานวิจัย ตลอดจนถึงการดูแลเอาใจใส่และเสียสละเวลาในการตรวจสอบ แก้ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้อย่างละเอียดถี่ถ้วนให้ถูกต้องสมบูรณ์

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณศาสตราจารย์ ดร.ภัทรพรรณ ประศาสน์สารกิจ ที่สละเวลามาเป็นประธานสอบวิทยานิพนธ์ ขอขอบพระคุณรองศาสตราจารย์ ดร.ภาวี ศรีกุลกิจ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุภาภรณ์ นพคุณติลภรณ์ และรองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร ที่สละเวลามาเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

ขอขอบพระคุณอาจารย์ทุกท่านในสาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์และภาควิชาวัสดุศาสตร์ที่ช่วยประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้และให้คำแนะนำแก่ผู้วิจัย

ขอขอบคุณภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่เอื้อเฟื้อสถานที่ เครื่องมือ และอุปกรณ์ในการทำงานวิจัย รวมถึงเจ้าหน้าที่ทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือในระหว่างดำเนินงานวิจัย

และขอบคุณพี่ๆ และเพื่อนป.โทร่วมรุ่นที่คอยให้คำปรึกษา ความช่วยเหลือ และกำลังในการทำงานวิจัยครั้งนี้

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ที่สนับสนุนในการศึกษา และให้กำลังใจในการทำงานวิจัยครั้งนี้จนงานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญรูป.....	ฉ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 วารสารปริทรรศน์.....	3
2.1 พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (Biodegradable plastics).....	3
2.1.1 แหล่งวัตถุดิบที่มาจากทรัพยากรที่สามารถหาทดแทนได้.....	3
2.1.2 แหล่งวัตถุดิบที่มาจากปิโตรเลียม.....	3
2.2 ภาพรวมของอุตสาหกรรมพลาสติกในประเทศไทย.....	4
2.3 แนวโน้มอุตสาหกรรมพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ.....	4
2.4 พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแทเลต.....	5
2.4.1 กระบวนการสังเคราะห์พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแทเลต.....	5
2.4.2 สมบัติของพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแทเลต.....	6
2.5 วัสดุคอมพอสิต.....	6
2.5.1 เมทริกซ์.....	7
2.5.1.1 วัสดุคอมพอสิตที่ใช้พอลิเมอร์เป็นเมทริกซ์ (Polymer matrix composite, PMC).....	7

2.5.1.2	วัสดุคอมพอสิตที่ใช้โลหะเป็นเมทริกซ์ (Metal matrix composites, MMC).....	8
2.5.1.3	วัสดุคอมพอสิตที่ใช้เซรามิกเป็นเมทริกซ์ (Ceramic matrix composite, CMC)....	8
2.6	สารตัวเติม.....	9
2.6.1	คอมพอสิตเสริมแรงด้วยตัวเติมเส้นใย	9
2.6.2	คอมพอสิตเสริมแรงด้วยตัวเติมอนุภาค	9
2.7	แกรฟีนออกไซด์	10
2.8	ความสามารถเข้ากันได้	12
2.9	กระบวนการเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตและการขึ้นรูปฟิล์ม	12
2.9.1	กระบวนการอัดรีด	13
2.9.2	มาสเตอร์แบตช์.....	15
2.9.3	กระบวนการขึ้นรูปขึ้นงานด้วยวิธีการอัดรีดฟิล์มพลาสติก	16
2.10	ฟิล์มพลาสติก.....	17
2.10.1	ฟิล์มพลาสติกเดี่ยว (Single Plastic Film).....	18
2.10.2	ฟิล์มพลาสติกประกบ (Laminated Plastic Film).....	18
2.10.3	ฟิล์มพลาสติกรีดร่วม (Coextruded Plastic Film)	18
2.11	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	18
บทที่ 3	วิธีดำเนินงานวิจัย.....	20
3.1	ขั้นตอนการดำเนินงานและแผนการดำเนินการทดลอง.....	20
3.2	วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	20
3.3	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	21
3.4	ขั้นตอนการทดลอง	23
3.4.1	สังเคราะห์แกรฟีนออกไซด์จากแกรไฟต์.....	23

3.4.2	เตรียมมาสเตอร์แบตช์ระหว่างพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตกับแกรฟีน ออกไซด์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วม	25
3.4.3	เตรียมแกรฟีนออกไซด์/พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตคอมพาวนด์โดยผสม มาสเตอร์แบตช์กับพอลิเมอร์ด้วยเครื่องอัดรีดสกรูคู่.....	26
3.4.4	การเตรียมฟิล์มคอมพอสิต	28
3.5	การวิเคราะห์และการทดสอบของพอลิเมอร์คอมพอสิต	30
3.5.1	การวิเคราะห์สมบัติของแกรฟีนออกไซด์	30
3.5.1.1	วิเคราะห์ขนาดอนุภาคแกรฟีนออกไซด์	30
3.5.1.2	วิเคราะห์ลักษณะแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์	31
3.5.2	การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติของฟิล์มคอมพอสิต	33
3.5.2.1	ศึกษาสัณฐานวิทยาของฟิล์มคอมพอสิต	33
3.5.2.2	วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริ เมทรี.....	33
3.5.2.3	วิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนด้วยเครื่องวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ ความร้อน	34
3.5.2.4	การทดสอบสมบัติด้านแรงดึง	35
3.5.2.5	การทดสอบความทนแรงฉีกขาด.....	36
3.5.2.6	การทดสอบอัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจน	36
บทที่ 4	ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	37
4.1	การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีของแกรไฟต์กับแกรฟีนออกไซด์	37
4.2	วิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของแกรฟีนออกไซด์.....	38
4.3	ขนาดอนุภาคแกรฟีนออกไซด์	40
4.4	สัณฐานวิทยาของแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์	40
4.5	วิเคราะห์ลักษณะแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์	41

4.6 สมบัติของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์.....	42
4.6.1 สันฐานวิทยาของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์.....	42
4.6.2 สมบัติทางความร้อนของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์.....	44
4.6.2.1 อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์.....	44
4.6.2.2 อุณหภูมิหลอมเหลวผลึก อุณหภูมิการเกิดผลึก และปริมาณผลึกของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์.....	46
4.6.3 สมบัติเชิงกลของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์.....	48
4.6.3.1 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์.....	48
4.6.3.2 การยืดตัว ณ จุดขาดของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์.....	50
4.6.3.3 ยังสัมมอดูลัสของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์.....	51
4.6.3.4 ความทนแรงฉีกขาดของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์.....	53
4.6.4 การซึมผ่านของก๊าซออกซิเจน.....	55
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	57
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	57
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	58
รายการอ้างอิง.....	59
ภาคผนวก ก ขนาดอนุภาคของแกรฟีนออกไซด์.....	64
ภาคผนวก ข TGA Thermogram ของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตคอมพอสิต.....	66
ภาคผนวก ค DSC Thermogram (second heat) ของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตคอมพอสิต.....	69

ภาคผนวก ง สมบัติเชิงกลของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแทเลตคอมพอสิต..... 72

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์ 79



สารบัญตาราง

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนโดยน้ำหนักของพอลิเมอร์คอมพาวนด์	28
ตารางที่ 3.2 อุณหภูมิและความเร็วรอบของสกรูที่ใช้ในการผสมพอลิเมอร์คอมพาวนด์	28
ตารางที่ 3.3 อุณหภูมิและความเร็วรอบของสกรูในการขึ้นรูปฟิล์มคอมพอสิตด้วยเครื่องรีดหล่อฟิล์ม.....	29
ตารางที่ 4.1 เลขคลื่นของพิกที่ปรากฏในอินฟราเรดสเปกตรัมจากตัวอย่างแกรฟีนออกไซด์	38
ตารางที่ 4.2 พลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนชั้นในสุดของอะตอมคาร์บอนในแกรฟีนออกไซด์	39
ตารางที่ 4.3 อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของฟิล์มพอลิไบทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตบริสุทธิ์และฟิล์มพอลิไบทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตคอมพอสิต	45
ตารางที่ 4.4 อุณหภูมิการเกิดผลึก อุณหภูมิหลอมเหลวผลึก พลังงานการเกิดผลึกและปริมาณผลึกของฟิล์มพอลิไบทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตบริสุทธิ์และฟิล์มพอลิไบทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตคอมพอสิต.....	47
ตารางที่ 4.5 ความทนแรงดึง การยืดตัว ณ จุดขาดของฟิล์ม และยังสัมมอดูลัสของฟิล์มพอลิไบทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์ในทิศทางตามแนวเครื่องจักรและในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร	52
ตารางที่ 4.6 ความทนแรงฉีกขาดของฟิล์มพอลิไบทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์ในทิศทางตามแนวเครื่องจักรและในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร	54
ตารางที่ 4.7 การซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนของฟิล์มพอลิไบทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์.....	55

สารบัญรูป

รูปที่ 2.1 มูลค่าการผลิตอุตสาหกรรมพลาสติกทรายผลิตภัณฑ์ ปี พ.ศ. 2556	4
รูปที่ 2.2 โครงสร้างทางเคมีของ PBAT.....	5
รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิবিທີลีนแอดิเพตโคเทรฟเทเลต	6
รูปที่ 2.4 ลักษณะต่างๆของอนุภาคที่กระจายตัวอยู่ในเมทริกซ์ ได้แก่ ความเข้มข้น ขนาด รูปร่างการกระจายและการจัดเรียงตัว.....	7
รูปที่ 2.5 การจำแนกประเภทของวัสดุคอมพอสิตตามชนิดของเมทริกซ์และลักษณะของตัวเติม เสริมแรง	8
รูปที่ 2.6 แสดงการขั้นตอนเปลี่ยนแปลงจากแกรไฟต์เป็นแกรไฟีนออกไซด์	10
รูปที่ 2.7 ขั้นตอนการสังเคราะห์แกรไฟีนออกไซด์.....	11
รูปที่ 2.8 โครงสร้างทางเคมีของแกรไฟีนออกไซด์	11
รูปที่ 2.9 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันเป็นแกรไฟีนออกไซด์	12
รูปที่ 2.10 ส่วนประกอบหลักของเครื่องอัดรีด	14
รูปที่ 2.11 ลักษณะการหมุนของสกรูของเครื่องอัดรีดสกรูคู่.....	15
รูปที่ 2.12 การเตรียมมาสเตอร์แบตช์ด้วยวิธีตกตะกอนรวม	16
รูปที่ 2.13 การขึ้นรูปฟิล์มพลาสติก	17
รูปที่ 3.1 การสังเคราะห์แกรไฟีนออกไซด์จากแกรไฟต์ภายใต้่างน้ำแข็ง.....	23
รูปที่ 3.2 การสังเคราะห์แกรไฟีนออกไซด์จากแกรไฟต์ภายใต้่างน้ำมัน	24
รูปที่ 3.3 เครื่องปั่นเหวี่ยงของบริษัท Med inter รุ่น Senova TD5M-WS	24
รูปที่ 3.4 เครื่องอัลตราโซนิกของบริษัท Nisd laboratory instruments รุ่น WUC-D06H	25
รูปที่ 3.5 เครื่องอัดรีดสกรูคู่ของบริษัท Thermo Prism รุ่น DSR-28.....	26
รูปที่ 3.6 เครื่องตัดเม็ดพลาสติกของบริษัท Labtech Engineering รุ่น LZ-80	27
รูปที่ 3.7 เครื่องรีดหล่อฟิล์มของบริษัท Labtech Engineering รุ่น LCR-300HDCO-EX/VS.....	29
รูปที่ 3.8 เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของ Malvern รุ่น Mastersizer 2000.....	30

รูปที่ 3.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของบริษัท JEOL รุ่น JSM-6400LV.....	31
รูปที่ 3.10 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ Bruker รุ่น D8 Advance.....	31
รูปที่ 3.11 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ของ Thermo scientific รุ่น Nicolet 6700.....	32
รูปที่ 3.12 เครื่องเอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนของ Kratos analytical รุ่น Axis Ultra DLD.....	32
รูปที่ 3.13 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรีของบริษัท Mettler Toledo รุ่น DSC1/STARe	34
รูปที่ 3.14 เครื่องวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อนของ Netzsch รุ่น TG 209 F3 Tarsus.....	34
รูปที่ 3.15 เครื่องทดสอบเนกประสงค์ของ LLOYD รุ่น LR100K.....	35
รูปที่ 3.16 ชิ้นงานสำหรับการทดสอบสมบัติด้านแรงดึง.....	35
รูปที่ 3.17 ชิ้นงานสำหรับการทดสอบความทนแรงฉีกขาด	36
รูปที่ 3.18 เครื่องทดสอบการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนของ SYSTECH Illinois รุ่น 8000.....	36
รูปที่ 4.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์.....	37
รูปที่ 4.2 โครงสร้างทางเคมีของแกรฟีนออกไซด์	37
รูปที่ 4.3 กราฟ XPS spectra แสดงพลังงานยึดเหนี่ยวของอะตอมคาร์บอนในแกรฟีนออกไซด์	39
รูปที่ 4.4 กราฟการกระจายตัวของขนาดแกรฟีนออกไซด์.....	40
รูปที่ 4.5 สันฐานวิทยาของแกรไฟต์ (a) แกรฟีนออกไซด์ (b) ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า.....	40
รูปที่ 4.6 กราฟ XRD parttern ของแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์	41
รูปที่ 4.7 ความแตกต่างของโครงสร้างระหว่างชั้นของแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์ [33].....	42
รูปที่ 4.8 สันฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวภาคตัดขวางของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต บริสุทธิ์และฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตคอมพอสิต.....	43
รูปที่ 4.9 TGA เทอร์โมแกรมของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตบริสุทธิ์และฟิล์มพอลิ บิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตคอมพอสิต.....	45
รูปที่ 4.10 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์ใน ทิศทางตามแนวเครื่องจักรและทิศทางขวางแนวเครื่องจักร	49

รูปที่ 4.11 การยืดตัว ณ จุดขาดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์
 ในทิศทางตามแนวเครื่องจักรและทิศทางขวางแนวเครื่องจักร 50

รูปที่ 4.12 ยังสัมมอดูลัสของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์ในทิศทาง
 ตามแนวเครื่องจักรและทิศทางขวางแนวเครื่องจักร..... 51

รูปที่ 4.13 ความทนแรงฉีกขาดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต/แกรฟีนออกไซด์ใน
 ทิศทางตามแนวเครื่องจักรและทิศทางขวางแนวเครื่องจักร 53

รูปที่ 4.14 ตัวอย่างฟิล์มพลาสติกที่ปริมาณแกรฟีนออกไซด์ร้อยละต่างๆ..... 55



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

วัสดุหรือผลิตภัณฑ์ที่ใช้กันในปัจจุบันนี้ส่วนใหญ่ล้วนมีพลาสติกเป็นส่วนประกอบด้วยทั้งสิ้น เพราะพลาสติกสามารถขึ้นรูปเป็นรูปทรงต่างๆ ได้ง่าย น้ำหนักเบา มีความคงทนระดับหนึ่ง สามารถตอบสนองการใช้งานและอำนวยความสะดวกในชีวิตประจำวันของมนุษย์ในสภาพสังคมปัจจุบันได้เป็นอย่างดี ส่งผลให้ความต้องการในการใช้พลาสติกมีเพิ่มมากขึ้น ก่อให้เกิดการสะสมของขยะพลาสติกเป็นจำนวนมาก เกิดปัญหาในการกำจัดขยะเพราะพลาสติกที่ใช้ในชีวิตประจำวันนั้นมักมีพื้นฐานมาจากปิโตรเลียม (petroleum-based) ใช้เวลาในการย่อยสลายนานนับร้อยปี จึงไม่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม หากกำจัดด้วยการเผาทิ้งก็ทำให้เกิดมลพิษในอากาศ ดังนั้นพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (biodegradable plastic) จึงเป็นที่สนใจและเริ่มมีการนำมาใช้ในงานแพร่หลายมากขึ้น เนื่องจากเป็นพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้เองโดยกระบวนการทางธรรมชาติ เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม อย่างไรก็ตามพลาสติกประเภทนี้มีข้อจำกัดในการใช้เนื่องจากสมบัติเชิงกลต่ำ ดังนั้นการพัฒนาพลาสติกชีวภาพจึงเป็นอีกหนึ่งหนทางที่จะปรับปรุงสมบัติเพื่อสามารถนำพลาสติกไปประยุกต์กับงานได้หลากหลายมากขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งพลาสติกที่ใช้เป็นบรรจุภัณฑ์หรือพลาสติกที่ใช้แล้วทิ้ง เมื่อไม่นานมานี้พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ เช่น พอลิแล็กติกแอซิด (poly(lactic acid), PLA) พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (poly(butylene succinate), PBS) พอลิบิวทิลีนแอดิเพตเทเรฟทาเลต (poly(butylene adipate-co-terephthalate), PBAT) ได้รับความสนใจในการนำมาประยุกต์เนื่องจากเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ขึ้นรูปได้ดีและมีสมบัติเชิงกลที่ยอมรับได้

งานวิจัยนี้ได้สนใจที่จะนำพอลิบิวทิลีนแอดิเพตเทเรฟทาเลตซึ่งเป็นพลาสติกที่มีความเหนียว ความยืดหยุ่น การยืดตัว ณ จุดขาด (elongation at break) ที่สูงกว่าพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพชนิดอื่น มีอัตราการซึมผ่านของน้ำที่ต่ำ อีกทั้งยังขึ้นรูปได้ง่าย นำมาปรับปรุงสมบัติโดยการผสมกับสารตัวเติมที่เลือกใช้ คือ แกรฟีนออกไซด์ (graphene oxide) ซึ่งเป็นวัสดุที่มีขนาดอนุภาคเล็ก ช่วยเสริมความแข็งแรงให้กับพอลิเมอร์ เนื่องจากแกรฟีนออกไซด์ประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจน เช่น ไฮดรอกซิล หมู่อีพอกซี และหมู่คาร์บอกซิล ทำให้กระจายตัวในตัวทำละลายที่มีขั้ว

เช่น น้ำและไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (dimethylformamide) ได้ดี นับว่าเป็นสมบัติที่สำคัญเมื่อต้องการจะผสมตัวเติมเข้ากับเนื้อพลาสติกที่ต้องการจะปรับปรุงสมบัติ

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.2.1 ศึกษาเทคนิคที่เหมาะสมในการเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตระหว่างแกรไฟีนออกไซด์กับพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต

1.2.2 ศึกษาผลของปริมาณแกรไฟีนออกไซด์ต่อสัณฐานวิทยา สมบัติเชิงกล และสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เตรียมขึ้น

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ฟิล์มคอมพอสิตระหว่างพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรไฟีนออกไซด์ที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี



บทที่ 2 วารสารปริทรรศน์

2.1 พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (Biodegradable plastics)

โดยนิยามตาม ISO 472:1988 พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ คือ พลาสติกที่ได้รับการออกแบบให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีได้สภาวะอันเหมาะสม ทำให้สมบัติบางประการสูญเสียไป ซึ่งอาจแตกต่างกันด้วยวิธีการประเมินและทดสอบตามมาตรฐานที่เหมาะสมสำหรับพลาสติกและการใช้งานภายใต้ช่วงเวลาที่กำหนด เพื่อบ่งชี้ว่าเป็นพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพหรือไม่ ทั้งนี้ การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีจะต้องมาจากการกระทำของจุลินทรีย์ที่มีอยู่ในธรรมชาติ[1]ซึ่งสามารถแบ่งพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพจากแหล่งที่มาได้ 2 แหล่งคือ

2.1.1 แหล่งวัตถุดิบที่มาจากทรัพยากรที่สามารถหาทดแทนได้

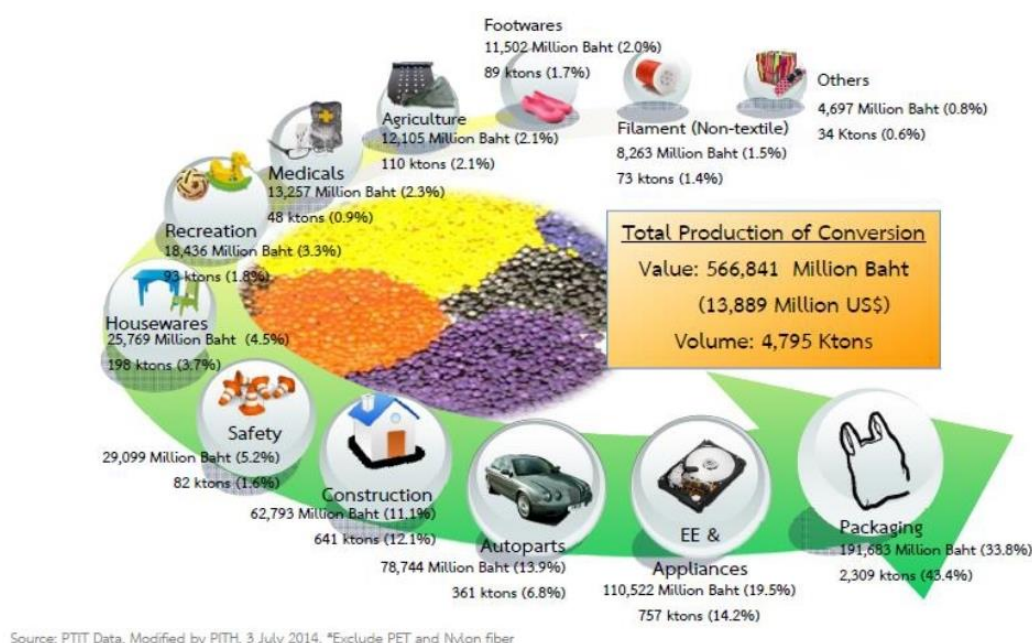
พลาสติกชนิดนี้ผลิตขึ้นจากแหล่งวัตถุดิบธรรมชาติซึ่งส่วนใหญ่มาจากพืช จัดเป็นทรัพยากรที่สามารถหาทดแทนได้ ได้แก่ พืชทางการเกษตรประเภทแป้งและน้ำตาล เช่น มันสำปะหลัง ข้าวโพด มันฝรั่ง เป็นต้น ตัวอย่างพลาสติกจำพวกนี้ได้แก่ พอลิแล็กติกแอซิด (poly(lactic acid), PLA) ที่สังเคราะห์ได้จากกรดแล็กติก ซึ่งมาจากการหมักแป้งหรือน้ำตาล พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (poly(butylene succinate), PBS) ที่ผลิตจากกรดซัคซินิก (succinic acid) ซึ่งมาจากพืช เป็นต้น

2.1.2 แหล่งวัตถุดิบที่มาจากปิโตรเลียม

ปิโตรเลียมเป็นแหล่งวัตถุดิบที่สำคัญสำหรับอุตสาหกรรมพลาสติกแทบทุกชนิด ซึ่งเป็นแหล่งวัตถุดิบที่ไม่สามารถหาทดแทนได้ ทำให้เป็นแหล่งวัตถุดิบใช้แล้วหมดไป นอกจากนี้กระบวนการผลิตและผลิตภัณฑ์พลาสติกที่ได้ไม่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม พลาสติกจำพวกนี้ได้แก่ พอลิเอทิลีน พอลิโพรพิลีน พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ เป็นต้น แต่ยังมีพลาสติกบางชนิดที่มาจากปิโตรเลียมแต่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ ได้แก่ พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต หรือ PBAT

2.2 ภาพรวมของอุตสาหกรรมพลาสติกในประเทศไทย

อุตสาหกรรมพลาสติกมีทิศทางเติบโตอย่างต่อเนื่องและนับว่าเป็นบทบาทสำคัญต่อการพัฒนาอุตสาหกรรมอื่นและเศรษฐกิจไทยซึ่งอุตสาหกรรมการผลิตพลาสติกจัดเป็นอุตสาหกรรมกลางน้ำ (intermediate) โดยมีอุตสาหกรรมต้นน้ำ (upstream) คือ อุตสาหกรรมปิโตรเคมีที่แปรรูปวัตถุดิบตั้งต้นจากอุตสาหกรรมปิโตรเลียมมาผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ปิโตรเคมีขั้นต้นและมีอุตสาหกรรมปลายน้ำ (downstream) ที่ต้องใช้ผลิตภัณฑ์พลาสติกเป็นองค์ประกอบในการผลิตสินค้า เช่น อุตสาหกรรมยานยนต์และชิ้นส่วน อุตสาหกรรมเครื่องใช้ไฟฟ้าและอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ และที่สำคัญคือ อุตสาหกรรมบรรจุภัณฑ์



รูปที่ 2.1 มูลค่าการผลิตอุตสาหกรรมพลาสติกรายผลิตภัณฑ์ ปี พ.ศ. 2556 [2]

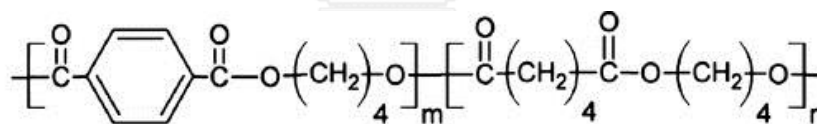
2.3 แนวโน้มอุตสาหกรรมพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ

ปัจจุบันทั่วทั้งโลกเริ่มหันมาสนใจปัญหาโลกร้อนและสิ่งแวดล้อมมากขึ้น ส่งผลให้ผู้ประกอบการและผู้บริโภคเริ่มปรับตัวและคำนึงถึงการรักษาธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม เช่นเดียวกับอุตสาหกรรมพลาสติกที่พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพเริ่มเป็นที่สนใจและนำมาใช้มากขึ้นเรื่อยๆ เนื่องจากสามารถย่อยสลายได้ ทำให้พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพกลายเป็นนวัตกรรมทางด้านพลาสติกที่ตอบโจทย์การผลิตสีเขียว (green manufacturing) ถึงแม้ว่าพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพมีลักษณะพิเศษในด้านการย่อยสลายที่พลาสติกทั่วไปไม่มี แต่ในด้านการผลิตไม่ว่าจะเป็น

กระบวนการขึ้นรูปผลิตภัณฑ์ สมบัติของผลิตภัณฑ์ ราคาต้นทุน หรือแม้แต่ความพร้อมในการยอมรับของผู้บริโภค ยังเป็นอุปสรรคในการเติบโตของตลาดพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพในปัจจุบัน คาดว่าในอนาคตจะมีแนวโน้มการใช้งานพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพเพิ่มขึ้นกว่าปัจจุบัน เนื่องจากมีการปรับปรุงและพัฒนากระบวนการผลิตใหม่ๆ ทำให้พลาสติกชนิดนี้มีราคาต่ำลงและมีสมบัติต่างๆที่ดีขึ้น ตอบสนองต่อการใช้งานและทดแทนพลาสติกทั่วไปที่ย่อยสลายได้ยาก เช่น พลาสติกบรรจุภัณฑ์ใช้ครั้งเดียวทิ้งที่มีอายุการใช้งานสั้นและไม่ต้องการสมบัติพิเศษ ฟิล์มคลุมดินทางการเกษตรซึ่งจะช่วยลดต้นทุนด้านแรงงานในการรื้อถอนพลาสติกออกจากแปลง วัสดุทางการแพทย์ที่ใช้ในร่างกายที่สามารถย่อยสลายหายไปโดยไม่ต้องผ่าตัดเอาออกอีกครั้ง เป็นต้น [3]

2.4 พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพทาเลต

พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพทาเลต (poly(butylene adipate-co-terephthalate) หรือ PBAT เป็นแอลิฟาติก-แอโรมาติกโคพอลิเอสเทอร์ (aliphatic-aromatic copolyester) ที่มีพื้นฐานมาจากปิโตรเลียม และมีโครงสร้างเป็นกึ่งอสังฐาน (semicrystalline) แต่จัดเป็นพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.2

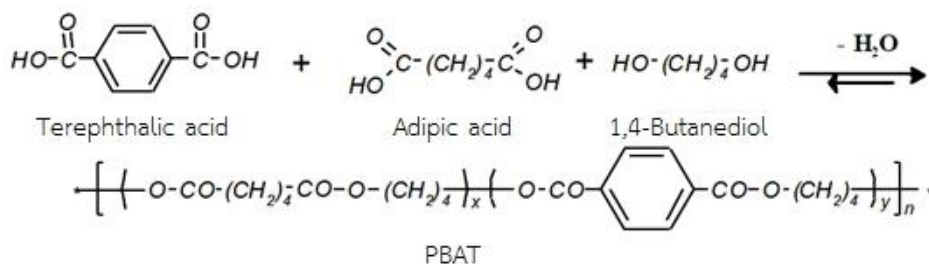


จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 2.2 โครงสร้างทางเคมีของ PBAT [4]

2.4.1 กระบวนการสังเคราะห์พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพทาเลต

พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพทาเลตสังเคราะห์ได้จากกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบควบแน่น (polycondensation) ของ 1,4-บิวเทนไดออล (1,4-butanediol) กรดอะดิพิค (adipic acid) และกรดเทเรพทาติก (terephthalic acid) ต่อกันเป็นสายโซ่โคพอลิเอสเทอร์แบบสุ่ม (random copolyester) ดังแสดงในรูปที่ 2.3 ทำให้พอลิเมอร์มีสมบัติที่ดีในเรื่องสมบัติทางความร้อน (thermal property) แต่การย่อยสลายของพลาสติกชีวภาพจะลดลงเมื่อปริมาณสัดส่วนเทเรพทาเลตเพิ่มขึ้น [5]



รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต [6]

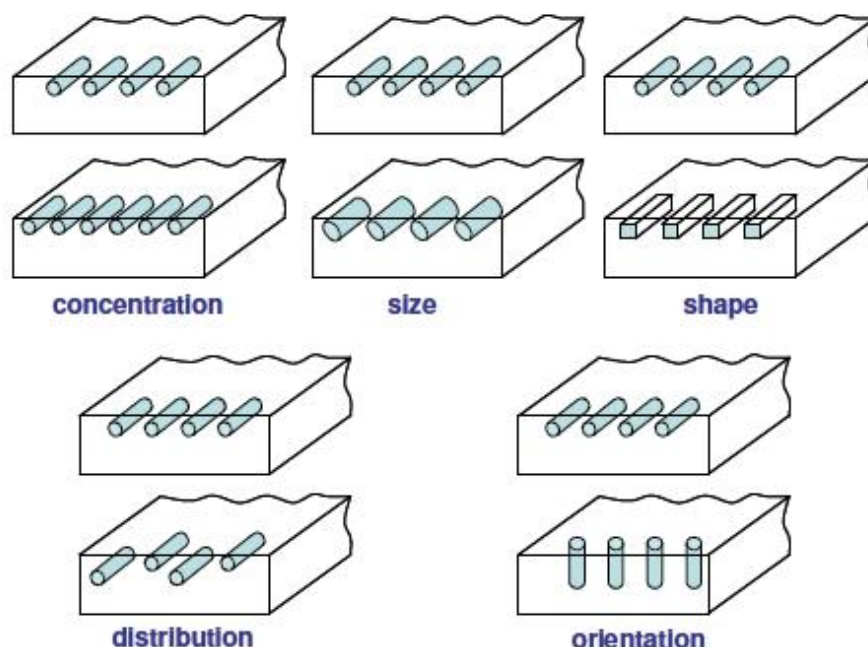
2.4.2 สมบัติของพอลิเอทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต

พอลิเอทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตมีชื่อทางการค้าว่า Ecoflex® F Blend C1200 ผลิตโดยบริษัท BASF มีความหนาแน่น 0.925 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร มีอุณหภูมิการหลอมเหลวผลึกประมาณ 120 องศาเซลเซียส และมีอุณหภูมิการเปลี่ยนสภาพแก้วต่ำ โดยทั่วไปพอลิเอทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตสามารถทนความร้อนได้สูงถึง 230 องศาเซลเซียสโดยไม่เสียสภาพ อีกทั้งยังมีความเหนียว ความยืดหยุ่น มีการยึดตัว ณ จุดขาด (elongation at break) ที่สูงกว่าพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพชนิดอื่น ทนทานต่อแรงฉีกที่ดี (tear resistance) ทนต่อน้ำ การเปลี่ยนแปลงความชื้น และขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์ได้ง่าย ซึ่งกระบวนการแปรรูปสามารถเตรียมได้จากหลายวิธีเช่น extrusion-casting, extrusion blowing, thermo-compression และ solvent casting แต่โดยมากนิยมขึ้นรูปเป็นฟิล์มหรืออัดขึ้นรูปเนื่องจากเป็นวิธีที่ง่ายและสะดวกในการผลิต [7]

2.5 วัสดุคอมพอสิต

วัสดุเชิงประกอบหรือวัสดุคอมพอสิต (composite materials) หมายถึงวัสดุอันประกอบขึ้นจากวัสดุที่มีองค์ประกอบทางเคมีหรือโครงสร้างแตกต่างกันตั้งแต่สองชนิดขึ้นไปโดยไม่รวมตัวเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งวัสดุที่ได้จะมีสมบัติร่วมกันของวัสดุที่เป็นองค์ประกอบ โดยทั่วไปแล้ววัสดุคอมพอสิตประกอบด้วยวัสดุที่เป็นเนื้อหลักหรือเมทริกซ์ (matrix) และวัสดุส่วนเหลือที่กระจายตัวอยู่ในวัสดุเนื้อหลักนั้นเรียกว่า ตัวเติมเสริมแรง (reinforcement) โดยสมบัติของคอมพอสิตที่เตรียมขึ้นขึ้นอยู่กับสมบัติของวัสดุเริ่มต้น อัตราส่วนของวัสดุ และลักษณะของสารตัวเติมที่กระจายตัวอยู่ ดังแสดงในรูปที่ 2.4 ซึ่งเป็นรูปแบบต่างๆ ของสารตัวเติมที่กระจายตัวอยู่ในเมทริกซ์ จะส่งผลต่อสมบัติของวัสดุคอมพอสิต แม้ว่าเป็นวัสดุคอมพอสิตที่เกิดจากเมทริกซ์และสารตัวเติมที่กระจายตัวอยู่ชนิดเดียวกัน แต่ถ้ามี

ปริมาณ ขนาด รูปร่าง การกระจายตัวหรือการจัดเรียงตัวของอนุภาคที่ต่างกัน วัสดุคอมพอสิตที่ได้ก็อาจมีสมบัติที่แตกต่างกันได้



รูปที่ 2.4 ลักษณะต่างๆ ของอนุภาคที่กระจายตัวอยู่ในเมทริกซ์ ได้แก่ ความเข้มข้น ขนาด รูปร่าง การกระจายและการจัดเรียงตัว [8]

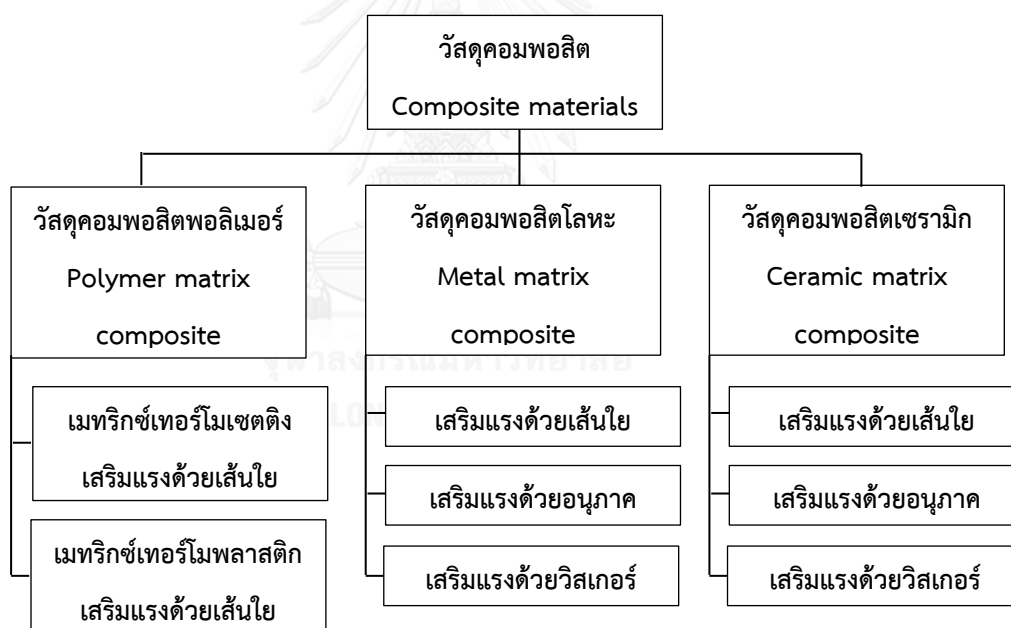
2.5.1 เมทริกซ์

เมทริกซ์เป็นองค์ประกอบหลักทำหน้าที่ห่อหุ้มสารตัวเติมเสริมแรงและทำให้วัสดุเชิงประกอบเป็นรูปร่างขึ้น อีกทั้งเป็นตัวกลางส่งผ่านแรงที่มากกระทำไปยังสารตัวเติมเสริมแรง นอกจากนี้ยังสามารถจำแนกวัสดุคอมพอสิตตามชนิดของวัสดุที่เป็นเมทริกซ์ได้ 3 ประเภท ดังแสดงในรูปที่ 2.5 ได้แก่

2.5.1.1 วัสดุคอมพอสิตที่ใช้พอลิเมอร์เป็นเมทริกซ์ (Polymer matrix composite, PMC) พอลิเมอร์เป็นสารประกอบอินทรีย์ขนาดใหญ่ที่ประกอบด้วยหน่วยซ้ำๆ ของมอนอเมอร์เชื่อมต่อกันเป็นสายยาว ทำให้พอลิเมอร์มีความแข็งแรงไม่สูง มีความหนาแน่นต่ำ ขึ้นรูปได้ง่าย และมีความทนทานต่อการกัดกร่อน ซึ่งการเติมสารตัวเติมเสริมแรงจะช่วยให้พอลิเมอร์เกิดเป็นวัสดุเชิงประกอบที่มีความแข็งแรงมากขึ้น โดยมีสมบัติร่วมที่เกิดจากสมบัติของเมทริกซ์พอลิเมอร์และสมบัติของสารตัวเติมเสริมแรง

2.5.1.2 วัสดุคอมพอสิตที่ใช้โลหะเป็นเมทริกซ์ (Metal matrix composites, MMC) เป็นวัสดุคอมพอสิตที่มีโลหะหรือโลหะผสมเป็นเมทริกซ์ ข้อดีของวัสดุคอมพอสิตชนิดนี้ที่เหนือกว่าพอลิเมอร์คือสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูง ไม่ติดไฟ แต่มีราคาแพงกว่าและน้ำหนักมาก ดังนั้นมักถูกนำไปใช้ในงานเฉพาะด้าน

2.5.1.3 วัสดุคอมพอสิตที่ใช้เซรามิกเป็นเมทริกซ์ (Ceramic matrix composite, CMC) โดยทั่วไปวัสดุเซรามิกสามารถทนต่อปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ดี ไม่นำความร้อน ทนทานต่อการกัดกร่อน แต่ข้อด้อยของเซรามิกคือมีค่าความทนทานต่อการแตกหักต่ำเมื่อเทียบกับโลหะ จึงต้องมีการปรับปรุงเมทริกซ์เซรามิกให้มีความเหนียวและทนทานมากยิ่งขึ้น สารตัวเติมเสริมแรงจะเข้าไปขวางการแพร่ของรอยแตกที่อาจเกิดขึ้นระหว่างการใช้งานถึงอย่างไรก็ตามการใช้งานยังคงจำกัดเนื่องจากต้นทุนในกระบวนการผลิตที่สูง [8]



รูปที่ 2.5 การจำแนกประเภทของวัสดุคอมพอสิตตามชนิดของเมทริกซ์และลักษณะของตัวเติมเสริมแรง [9]

2.6 สารตัวเติม

สารตัวเติมมักมีลักษณะเป็นของแข็งใช้ใส่ในพอลิเมอร์เพื่อลดต้นทุนการผลิตหรือปรับปรุงสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ สารตัวเติมมีองค์ประกอบและโครงสร้างแตกต่างจากพอลิเมอร์ โดยทั่วไปมีทั้งสารอนินทรีย์และสารอินทรีย์ ประเภทสารอนินทรีย์ ได้แก่ ผงเขม่าดำ (carbon black) แคลเซียมคาร์บอเนต (calcium carbonate) ทัลก์ (talc) ซึ่งส่วนใหญ่ใช้กับเทอร์โมพลาสติก และประเภทสารอินทรีย์ ได้แก่ ผงไม้ (wood flour) แป้ง (starch) เป็นต้น

สารตัวเติมที่ใช้เพื่อเพิ่มเนื้อผลิตภัณฑ์และลดต้นทุนในการผลิตนั้น เรียกว่า เอกเทนเดอร์ (extenders หรือ inert filler) อย่างไรก็ตามการใช้สารตัวเติมบางประเภทจะช่วยปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ให้ดีขึ้นได้ เช่น สมบัติเชิงกล สมบัตินำไฟฟ้าและการนำความร้อน มักเรียกสารตัวเติมประเภทนี้ว่า สารตัวเติมเสริมแรง (reinforcement filler)

สารตัวเติมเสริมแรงทำหน้าที่รับแรงหรือเพิ่มความแข็งแรงโดยเฉพาะอย่างยิ่งความทนแรงดึงให้กับวัสดุคอมพอสิต ทำให้วัสดุสามารถทนและรับแรงได้ดีกว่าตอนที่ไม่ได้ใส่สารตัวเติมเสริมแรง รูปร่างของสารตัวเติมเสริมแรงมีด้วยกันหลายรูปแบบ ได้แก่ กลม (spherical) สี่เหลี่ยมลูกบาศก์ (cube) แผ่นบาง (flake) ชั้น (laminar) เส้นใย (fiber) เป็นต้น สารตัวเติมเสริมแรงที่มีค่าความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลาง (aspect ratio) สูงจะช่วยเสริมความแข็งแรงให้กับพอลิเมอร์ ถ้าอัตราส่วนดังกล่าวมากกว่า 100 ขึ้นไปเรียกสารนั้นเป็นเส้นใย อาจแบ่งวัสดุคอมพอสิตเสริมแรงด้วยอนุภาคเป็น 2 ประเภท คือ

2.6.1 คอมพอสิตเสริมแรงด้วยตัวเติมเส้นใย

เส้นใยเสริมแรงเป็นสารตัวเติมที่ใส่ไปเพื่อเพิ่มความแข็งแรงให้แก่พอลิเมอร์ วัสดุคอมพอสิตที่ได้มีความแข็งแรง (strength) และความแข็งตึง (stiffness) ที่สูงขึ้น เส้นใยมีทั้งเป็นเส้นใยอินทรีย์ เช่น ไยอะรามิด (aramid fiber) และเส้นใยอนินทรีย์ ได้แก่ ไยแก้ว (glass fiber) ไยคาร์บอน (carbon fiber) ซึ่งเส้นใยทั้ง 3 ชนิดนี้เป็นเส้นใยเสริมแรงที่สำคัญและใช้กันมากกับพอลิเมอร์

2.6.2 คอมพอสิตเสริมแรงด้วยตัวเติมอนุภาค

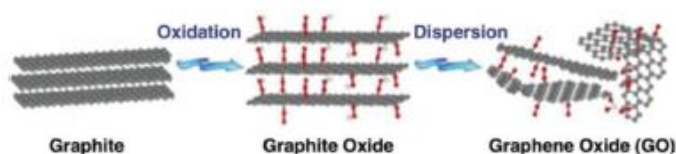
ตัวเติมแต่ละชนิดมีขนาดของอนุภาคที่ไม่เท่ากันขึ้นอยู่กับแหล่งที่มา คำว่าอนุภาคในที่นี้คือภาพรวมของอนุภาค อย่างไรก็ตามเพื่อการเสริมแรงที่มีประสิทธิภาพ ขนาดของอนุภาคไม่ควรจะมีขนาดใหญ่จนเกินไปและอนุภาคควรมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในเมทริกซ์ โดยอันตรกิริยาระหว่าง

อนุภาคกับเมทริกซ์ (particle-matrix interaction) จะเป็นส่วนช่วยเพิ่มความแข็งแรงในระดับโมเลกุล สารตัวเติมที่นำมาใช้งานควรมีขนาดของอนุภาคเล็กกว่า 40 ไมโครเมตร โดยปกติแล้วสารตัวเติมยังมีขนาดเล็กละเอียดยิ่งทำให้พอลิเมอร์มีความแข็งแรงสูงขึ้น แต่อย่างไรก็ตามอนุภาคที่มีขนาดละเอียดจะทำให้ขึ้นรูปได้ยากขึ้น นอกจากปริมาณของสารตัวเติมที่ใส่ลงไปแล้ว การกระจายขนาดของอนุภาคสารตัวเติม ค่าความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลาง รูปร่างของอนุภาคและความพรุนก็ส่งผลต่อสมบัติเชิงกลเช่นกัน [10]

โดยงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้แกรฟีนออกไซด์ (graphene oxide) เป็นสารตัวเติมในการเสริมแรงให้กับพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต

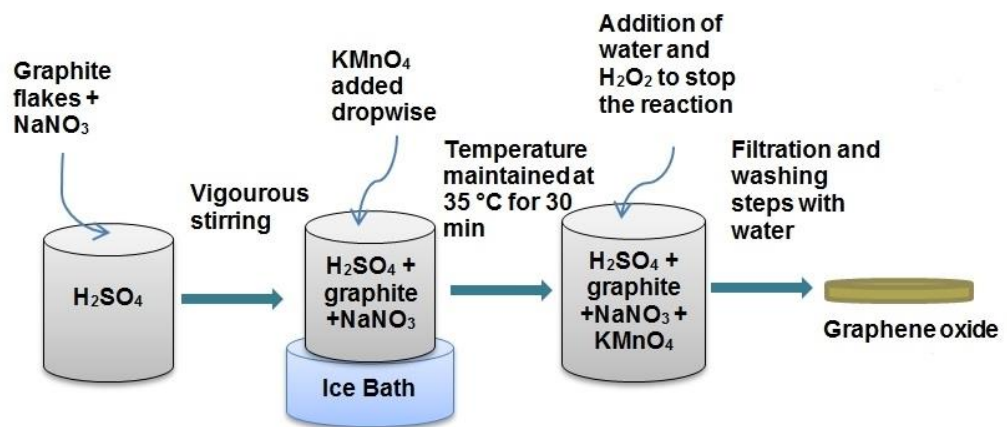
2.7 แกรฟีนออกไซด์

แกรไฟต์ (graphite) เป็นอีกรูปหนึ่งของคาร์บอน มีลักษณะเป็นของแข็งสีดำ นำความร้อนและไฟฟ้าได้ดี หากพิจารณาเพียงชั้นเดียวของแกรไฟต์ จะได้วัสดุที่เรียกว่าแกรฟีน (graphene) ซึ่งเป็นแผ่นชั้นเดียวของอะตอมคาร์บอน sp^2 แพ็คตัวเรียงตัวกันเป็นวงหกเหลี่ยม (hexagonal structure) คล้ายรังผึ้ง [11] ด้วยสมบัติหลายประการที่เป็นเอกลักษณ์ของแกรฟีน ทำให้ปัจจุบันมีงานวิจัยจำนวนมากที่ศึกษาแกรฟีนและใช้เป็นสารตัวเติมสำหรับพลาสติกหรือพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ เพื่อปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ เช่น สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และสมบัติการนำไฟฟ้า เป็นต้น [12] แม้ว่าแกรฟีนจะมีสมบัติที่น่าสนใจ แต่พบว่าการผสมแกรฟีนเข้ากับพลาสติกทำได้ค่อนข้างยาก เนื่องจากแกรฟีนมีลักษณะเป็นผืน ขนาดอนุภาคเล็ก มีแนวโน้มที่จะเกิดการเกาะกลุ่มกัน จึงทำการดัดแปรหรือเติมแต่งแกรฟีนให้เหมาะกับการนำมาผสมกับพอลิเมอร์ หนึ่งในกรเติมแต่งหมู่ฟังก์ชันของแกรฟีนคือแกรฟีนออกไซด์

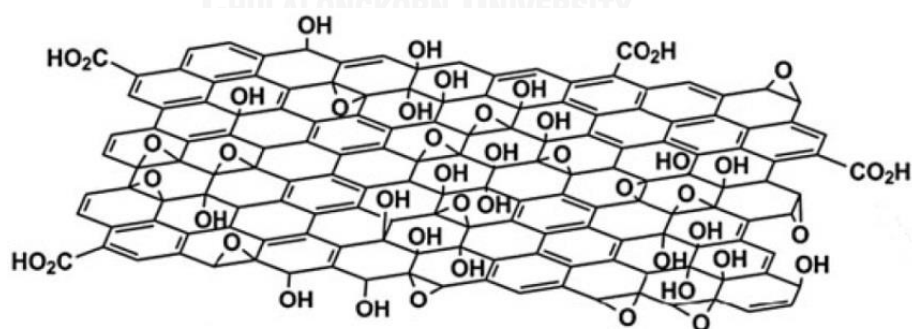


รูปที่ 2.6 ขั้นตอนการเปลี่ยนแปลงจากแกรไฟต์เป็นแกรฟีนออกไซด์ [13]

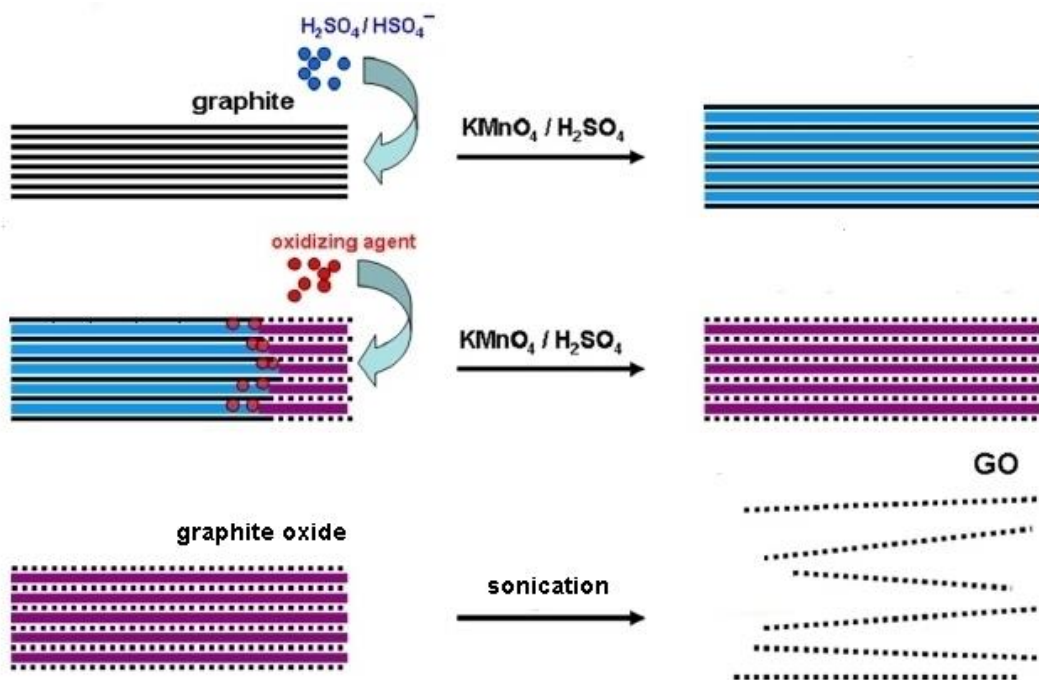
วิธีสังเคราะห์แกรไฟีนออกไซด์มีอยู่ด้วยกันหลายวิธี แต่วิธีที่นิยมนำมาปรับปรุงเพื่อสังเคราะห์คือเทคนิคของฮัมเมอร์ (Hummers' method) ซึ่งเป็นวิธีสังเคราะห์จากกระบวนการทางเคมีโดยการผสมกันของแกรไฟต์ที่กระจายตัวในกรดซัลฟิวริก โซเดียมไนเตรต และโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต โดยจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของแกรไฟต์จากตัวออกซิไดส์ (oxidizing agent) ในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น ทำให้ระหว่างชั้นของแกรไฟต์ห่างขึ้นและลดแรงแวนเดอร์วาลส์ระหว่างชั้น หมู่ฟังก์ชันของออกซิเจนสามารถแทรกเข้าไประหว่างชั้นแกรไฟต์เกิดเป็นแกรไฟต์ออกไซด์ หากแกรไฟต์ออกไซด์ถูกทำให้สั้นด้วยแรง เช่น การใช้คลื่นความถี่สูง (sonication) จะทำให้ชั้นของแกรไฟต์ออกไซด์หลุดออกเป็นแกรไฟีนออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.7 ขั้นตอนการสังเคราะห์แกรไฟีนออกไซด์ [14]



รูปที่ 2.8 โครงสร้างทางเคมีของแกรไฟีนออกไซด์ [15]



รูปที่ 2.9 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันเป็นแกรฟีนออกไซด์ [16]

โดยทั่วไปแล้วแกรฟีนออกไซด์จะมีโครงสร้างที่บาง ประกอบด้วยคาร์บอน sp^2/sp^3 ติดด้วยหมู่ฟังก์ชันออกซิเจน คือ หมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl) หมู่อีพอกซี (epoxy) และหมู่คาร์บอกซิล (carboxyl) เกาะอยู่ที่ฐาน (basal plane) และมุม (edge) ของแกรฟีน ดังแสดงในรูปที่ 2.8 ทำให้แกรฟีนออกไซด์กระจายตัวในน้ำหรือสารละลายอินทรีย์บางชนิดได้ดีกว่าแกรไฟต์ [17]

2.8 ความสามารถเข้ากันได้

แกรฟีนออกไซด์ที่มีหมู่ฟังก์ชันออกซิเจนอยู่มาก เช่น หมู่ไฮดรอกซิล คาดว่าหมู่ฟังก์ชันนี้จะเกิดอันตรกิริยากับพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตที่มีหมู่ออกซิเจนเหมือนกัน เกิดเป็นพันธะไฮโดรเจน ซึ่งอาจนำไปสู่การกระจายตัวที่ดี ความเป็นเนื้อเดียวกัน ส่งผลให้ประสิทธิภาพการเสริมแรงดีขึ้น [18] นับว่าเป็นสมบัติที่สำคัญเมื่อต้องการผสมตัวเติมเข้ากับเนื้อพลาสติกที่ต้องการปรับปรุงสมบัติ

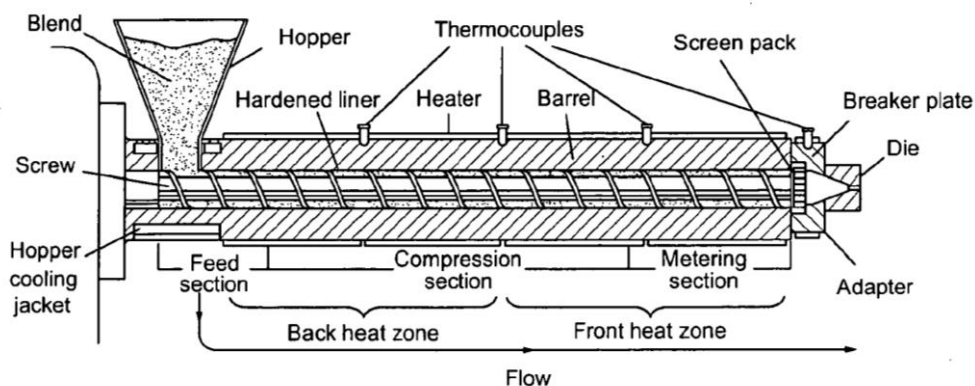
2.9 กระบวนการเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตและการขึ้นรูปฟิล์ม

การเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตที่นิยมใช้กันในปัจจุบันสามารถทำได้หลายวิธี เช่น พอลิเมอร์เซชันแบบอินซิทู (in-situ polymerization) เป็นวิธีแรกๆ ในการสังเคราะห์พอลิเมอร์/เคลย์ วิธีการใช้สารละลาย (solution method) และวิธีการหลอมเหลว (melt method) ซึ่งเป็นวิธีที่ได้รับความนิยม

นิยม เพราะสามารถนำไปใช้ได้กับโรงงานอุตสาหกรรม เทคนิคนี้เป็นการผสมเทอร์โมพลาสติกที่ผ่านการหลอมเหลวกับสารตัวเติมที่ต้องการ จากนั้นสารตัวเติมและพอลิเมอร์จะถูกนำผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน การทำพอลิเมอร์คอมพอสิตแบ่งได้เป็น แบบแบตช์ (batch compounding) เช่น เครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง (two-roll mill mixer) เครื่องผสมแบบปิดหรือเครื่องผสมภายใน (internal mixer) และแบบต่อเนื่อง (continuous compounding) ซึ่งการเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตแบบต่อเนื่องส่วนมากจะใช้เครื่องอัดรีด (extruder) ที่ประกอบด้วยสกรูหมุนอยู่ภายใน ทำให้เกิดแรงเฉือนและเคลื่อนที่ของสารไปทุกส่วนของเนื้อพอลิเมอร์ การผสมจะเกิดขึ้นในระดับที่ละเอียดกว่าแบบแบตช์ เครื่องอัดรีดแบ่งได้ 2 ประเภท คือ เครื่องอัดรีดสกรูเดี่ยว (single screw extruder) และเครื่องอัดรีดสกรูคู่ (twin screw extruder) งานวิจัยนี้เลือกใช้เครื่องอัดรีดสกรูคู่ในการผสม เนื่องจากสะดวก รวดเร็ว และสามารถนำไปประยุกต์ในโรงงานอุตสาหกรรม [19]

2.9.1 กระบวนการอัดรีด

กระบวนการขึ้นรูปพอลิเมอร์มีด้วยกันหลากหลายเทคนิคขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายประการ เช่น ประเภทของพอลิเมอร์ว่าเป็นเทอร์โมพลาสติกหรือเทอร์โมเซต อุณหภูมิที่ใช้ในการหลอมซึ่งส่วนใหญ่มักใช้อุณหภูมิสูง และที่สำคัญคือขนาดและรูปร่างของผลิตภัณฑ์สุดท้ายที่ต้องการ กระบวนการอัดรีดเป็นอีกหนึ่งเทคนิคที่สำคัญในอุตสาหกรรมพลาสติกเหมาะสำหรับเทอร์โมพลาสติก นอกจากการขึ้นรูปพลาสติกออกมาเป็นเส้นหรือแท่งแล้ว เทคนิคนี้ยังสามารถนำไปใช้ผสมพลาสติกกับสารตัวเติมต่างๆ ได้เป็นพลาสติกคอมพาวนด์ (compounding) โดยผสมพอลิเมอร์กับมาสเตอร์แบตช์แบบต่อเนื่อง พลาสติกจะถูกส่งเข้าไปให้ความร้อนเพื่อเริ่มหลอมและถูกอัดโดยการหมุนสกรู จากนั้นพลาสติกถูกดันออกมาทางหัวตายที่มีรูปร่างตามที่ต้องการ และทำให้เย็นด้วยการเป่าลมหรือลงน้ำเพื่อให้พลาสติกมีรูปร่างคงที่เพื่อได้ชิ้นงานสุดท้าย หรืออาจนำเข้าสู่การผลิตแบบกระบวนการอื่นต่อเช่นการรีดหล่อฟิล์ม ส่วนประกอบหลักของเครื่องอัดรีด แสดงดังรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 ส่วนประกอบหลักของเครื่องอัดรีด [20]

เครื่องอัดรีดมีทั้งชนิดที่ทำงานแบบต่อเนื่องและไม่ต่อเนื่อง โดยส่วนใหญ่แล้วการแปรรูปพลาสติกโดยกระบวนการอัดรีด นิยมใช้เครื่องที่มีลักษณะการทำงานแบบต่อเนื่อง โดยจะประกอบด้วย กรวยเติม (hopper) รับเม็ดพลาสติก เม็ดพลาสติกจะถูกลำเลียงจากกรวยเติมผ่านรูลำเลียงเพื่อไหลผ่านไปยังบาร์เรล (barrel) ทำหน้าที่ให้ความร้อนเพื่อใช้ในการหลอมเหลวเม็ดพลาสติก และแยกการควบคุมอุณหภูมิออกเป็น ส่วน ๆ ภายในบาร์เรลบรรจุสกรู (screw) ที่มีการออกแบบที่แตกต่างกันเพื่อความเหมาะสมแก่การใช้งาน หน้าที่สำคัญของสกรูคือผสมเม็ดพลาสติกและสารต่างๆ เช่น สารเติมแต่ง สารตัวเติม ให้เป็นเนื้อเดียวกัน ปกติจะแบ่งออกได้เป็น 3 ส่วนหลักคือ

- ส่วนป้อน (feed zone) เป็นส่วนที่มีความลึกของร่องสกรูมากที่สุด ทำหน้าที่ลำเลียงเม็ดพลาสติกและสารที่มาจากกรวยเติม เริ่มให้ความร้อน แล้วส่งพลาสติกต่อไปยังส่วนหลอมอัด (compression zone) โดยความลึกของร่องเกลียวช่วงนี้คงที่และอุณหภูมิต่ำไม่สูงมากเพราะอาจทำให้พลาสติกหลอมเหลวก่อนทำให้การลำเลียงเม็ดพลาสติกไม่ต่อเนื่อง

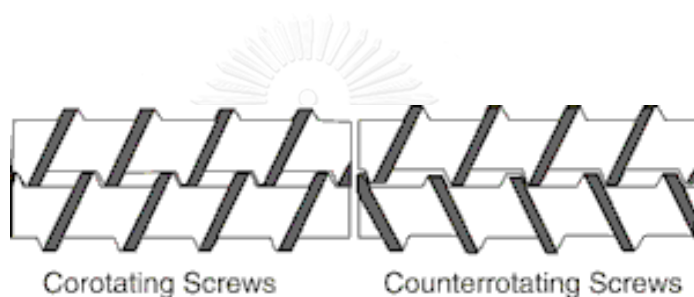
- ส่วนหลอมอัด (compression zone) เป็นโซนที่พลาสติกเกิดการหลอมเหลวและผสมเข้ากันกับสารต่าง ๆ โดยความลึกของเกลียวลดลงเพื่อให้เกิดการอัดตัวของพลาสติก ความร้อนที่เกิดจากส่วนนี้มีอุณหภูมิสูงมาก พลาสติกที่ไหลออกจากส่วนนี้มีอุณหภูมิใกล้เคียงอุณหภูมิการแปรรูป

- ส่วนส่ง (metering zone) เป็นโซนสุดท้ายที่มีการเขี่ยกันของพลาสติกเยอะที่สุด โซนนี้เริ่มสะสมแรงดันเพิ่มขึ้นที่ด้านปลาย เพื่อดันเนื้อพลาสติกที่หลอมเหลวออกมาผ่านหัวตายส่วนสุดท้ายคือหัวตาย อยู่ติดกับส่วนปลายบาร์เรล ทำหน้าที่เป็นทางผ่านของพลาสติกหลอมให้มีรูปร่างตามลักษณะหัวตายที่ใช้หรือต่อเข้ากับแม่พิมพ์ที่ต้องการ [21]

เครื่องอัดรีดสกรูแบ่งได้ 2 แบบ คือ เครื่องอัดรีดสกรูเดี่ยว และเครื่องอัดรีดสกรูคู่

- เครื่องอัดรีดสกรูเดี่ยว โดยปกติเครื่องอัดรีดสกรูเดี่ยวที่ใช้สำหรับแปรรูป จะใช้สกรูแบบธรรมดาที่ไม่สามารถผสมสารเติมแต่งต่างๆให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกันกับพลาสติกได้ เพราะการหมุนของสกรูไม่สามารถทำให้เกิดแรงเฉือนที่มากพอให้สารการกระจายตัวได้ดี จึงต้องปรับปรุงลักษณะสกรูให้มีแรงเฉือนมากขึ้น

- เครื่องอัดรีดสกรูคู่ โดยส่วนใหญ่จะมีประสิทธิภาพในการผสมที่ดีกว่าเนื่องจากมีแรงเฉือนที่สูงจากสกรูสองตัวที่อยู่ในบาร์เรลเดียวกัน ลักษณะของการหมุนของสกรูคู่มีอยู่ 2 แบบ คือ แบบหมุนไปทิศทางเดียวกัน (co-rotating) และแบบหมุนสวนทางกัน (counter-rotating) [22] ดังแสดงในรูปที่ 2.11



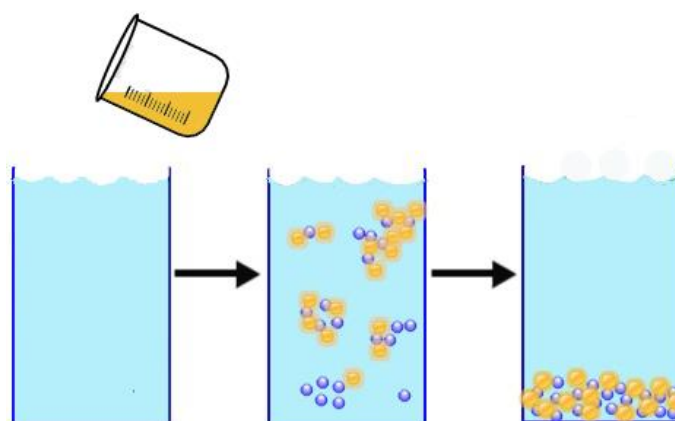
รูปที่ 2.11 ลักษณะการหมุนของสกรูของเครื่องอัดรีดสกรูคู่ [23]

งานวิจัยนี้เลือกใช้เครื่องอัดรีดสกรูคู่ ซึ่งมีข้อดีกว่าเครื่องอัดรีดสกรูเดี่ยว เนื่องจากสกรูมีแรงเฉือนสูงทำให้หลอมพลาสติกได้อย่างสมบูรณ์และผสมเข้ากับสารอื่นๆได้อย่างดีและทั่วถึง สามารถขับเคลื่อนพลาสติกหลอมได้ดีกว่า ทำให้ควบคุมพลาสติกให้หลอมอยู่ภายในเครื่องได้ตามระยะเวลาที่ต้องการ อีกทั้งมีพื้นที่ในการถ่ายเทความร้อนมากกว่าจึงสามารถควบคุมอุณหภูมิได้ ส่วนใหญ่การทำพอลิเมอร์คอมพาวนด์จะใช้เครื่องอัดรีดสกรูคู่ที่มีลักษณะการหมุนของสกรูคู่แบบหมุนไปทิศทางเดียวกัน

2.9.2 มาสเตอร์แบตซ์

มาสเตอร์แบตซ์เป็นของผสมระหว่างพอลิเมอร์กับสารตัวเติมต่างๆ ที่รู้ปริมาณแน่นอนและเป็นเนื้อเดียวกัน เพื่อใช้เป็นวัตถุดิบในการเตรียมความเข้มข้นในการผลิตเป็นพอลิเมอร์คอมพาวนด์ ซึ่งการเตรียมมาสเตอร์แบตซ์ใช้เทคนิคการตกตะกอนร่วมในสารละลาย (solution coagulation) โดยผสมพอลิเมอร์กับแกรฟีนออกไซด์ในรูปแบบสารละลาย แล้วใส่ลงในสารละลายอีกชนิด เช่น เมทานอล จะได้เป็นสารแขวนลอยจับตัวกันเป็นกลุ่ม ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้นและสารตกตะกอน จึงแยกไปอบให้แห้ง

ดังรูปที่ 2.12 แสดงการเตรียมมาสเตอร์แบตช์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม โดยวิธีนี้จะทำให้ได้พอลิเมอร์คอมพาวนด์ที่มีความเข้มข้นสูง สามารถแบ่งไปผสมลงในเครื่องอัดรีดสกรูคู่ได้อย่างสะดวกและเข้ากันได้ดีกว่าการเติมแกรฟีนออกไซด์แบบเป็นผง โดยต้องลดขนาดของมาสเตอร์แบตช์ให้มีขนาดเล็กเพื่อเพิ่มพื้นที่สัมผัสในการผสม ป้อนเข้าเครื่องได้สม่ำเสมอ และหลอมเหลวได้เร็ว เนื่องจากขนาดมีผลต่อการหลอมเหลวให้เป็นเนื้อเดียวกัน หากขนาดพลาสติกกับมาสเตอร์แบตช์แตกต่างกันมาก การหลอมเหลวให้เป็นเนื้อเดียวกันจะทำได้ยากกว่ากรณีที่มีขนาดใกล้เคียงกัน



รูปที่ 2.12 การเตรียมมาสเตอร์แบตช์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม [24]

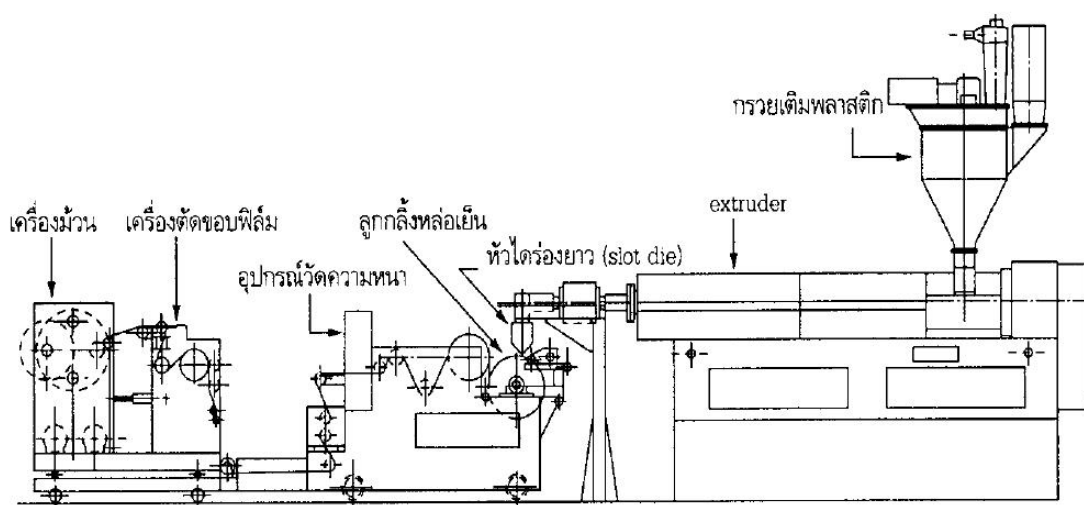
2.9.3 กระบวนการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยวิธีการอัดรีดฟิล์มพลาสติก

กระบวนการขึ้นรูปฟิล์มพลาสติกแบ่งได้ 2 เทคนิคหลัก คือ กระบวนการเป่าฟิล์ม (blown film) และ กระบวนการรีดหล่อฟิล์ม (cast film) โดยงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้กระบวนการรีดหล่อฟิล์ม เนื่องจากมีสมบัติเด่นกว่าคือ ความหนาของฟิล์มที่สม่ำเสมอ ผิวเรียบ และกระบวนการผลิตไม่ยุ่งยาก จึงเหมาะกับการใช้ขึ้นรูปพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรพเทเลต

เริ่มต้นจากนำเม็ดพลาสติกคอมพาวนด์ใส่ในเครื่องอัดรีดโดยมีสกรูช่วยบดและดันพลาสติกหลอมไหลผ่านหัวตาย ซึ่งหัวตายที่นิยมใช้มีสองแบบ คือ ตายไม้แขวนเสื้อ (coat hanger sheet extrusion die) และตายรูปตัวที (center-fed T die) พลาสติกช่วงแรกที่ออกมาจากเครื่องอัดรีดมีลักษณะเป็นแท่ง ดังนั้นจึงต้องออกแบบตายให้มีร่องจำนวนมาก (manifolds) และมีความยาวและรูปทรงที่เหมาะสม หัวตายสองชนิดนี้มีพื้นที่หน้าตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าซึ่งเป็นส่วนที่ช่วยให้พลาสติกที่หลอมออกมาจากบาร์เรลของเครื่องอัดรีดเกิดการกระจายตัว (distribution zone) และหลอม

กระจายเป็นแผ่นบาง นอกจากนี้ยังช่วยให้ความเร็วการไหลของพลาสติกที่หลอมจากทางปากหัวตายคองที่ตลอดหน้ากว้าง ส่งผลให้ได้ฟิล์มพลาสติกที่มีสมบัติเชิงกลดีทั่วแผ่น

หลังจากแผ่นพลาสติกออกมาจากหัวตาย จะถูกส่งต่อไปยังลูกกลิ้งผิวมันที่เคลือบหรือชุบด้วยโครเมียม ซึ่งทำหน้าที่หล่อเย็นและควบคุมความหนาของฟิล์มพลาสติกให้เหมาะสมและมีผิวเรียบ ฟิล์มพลาสติกจะถูกดึงด้วยลูกกลิ้งอีกหลายชุด ทั้งที่เคลือบผิวด้วยยางและเคลือบผิวด้วยโลหะ หลังจากนั้นจึงม้วนเก็บเพื่อนำไปใช้ในขั้นตอนอื่นๆต่อไป [25]



รูปที่ 2.13 การขึ้นรูปฟิล์มพลาสติก [26]

2.10 ฟิล์มพลาสติก

ปัจจุบันความต้องการใช้พลาสติกเพิ่มขึ้นอย่างมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งในด้านบรรจุภัณฑ์พลาสติก ซึ่งพื้นฐานของฟิล์มพลาสติกที่ใช้เป็นบรรจุภัณฑ์คือ สะดวกในการเคลื่อนย้าย ถือ เปิด เก็บ ต้นทุนราคาที่เหมาะสมและสามารถรักษาคุณภาพของสินค้าได้ จึงต้องมีการพัฒนาฟิล์มพลาสติกเพื่อตอบสนองความต้องการของตลาด นอกจากนี้ยังต้องคำนึงถึงปัญหาขยะที่เกิดขึ้นตามมาอีกด้วย

ข้อแตกต่างระหว่างฟิล์มพลาสติกและแผ่นพลาสติกคือ ความหนาและการม้วนพับพลาสติก ฟิล์มพลาสติกมีผิวหน้าที่เรียบและกว้าง มีความหนาได้ถึง 0.25 มิลลิเมตร (0.01 นิ้ว) และสามารถม้วนเก็บได้โดยไม่มีการผิดรูป (deformation) อย่างถาวร ส่วนซีทพลาสติกมีความหนามากกว่า 0.25 มิลลิเมตร และเมื่อม้วนพับแล้วจะทำให้เกิดการผิดรูปอย่างถาวร [27] ฟิล์มพลาสติกบรรจุภัณฑ์สามารถตามวัสดุที่ใช้และจุดประสงค์ของการใช้งานดังนี้

2.10.1 พลาสติกเดี่ยว (Single Plastic Film) นิยมใช้ทำถุงทั่วไปที่มีราคาไม่สูงมาก เช่น ถุงพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE) หรือถุงเย็น และ ถุงพอลิโพรพิลีน (PP) หรือถุงร้อน

2.10.2 พลาสติกประกบ (Laminated Plastic Film) เป็นการประกบฟิล์มต่างชนิดกันหรือนำฟิล์มพลาสติกมาประกบกับวัสดุอื่น ๆ เพื่อให้กลายเป็นฟิล์มแผ่นเดียว โดยทั่วไปโครงสร้างของฟิล์มพลาสติกชนิดนี้ต้องประกอบด้วยวัสดุตั้งแต่ 2 ชั้นขึ้นไป เช่น ฟิล์มพลาสติกเคลือบด้วยอะลูมิเนียมใช้สำหรับบรรจุอาหารแห้ง เป็นต้น

2.10.3 พลาสติกรีดร่วม (Coextruded Plastic Film) เป็นฟิล์มหลายชั้นที่ประกบด้วยพลาสติกชนิดเดียวกันหรืออาจต่างชนิดกัน โดยใช้วิธีรีดให้ติดกัน ฟิล์มประเภทนี้นิยมนำมาใช้ทดแทนฟิล์มประกบมากขึ้น [28]

2.11 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต (PBAT) เป็นพอลิเอสเตอร์สังเคราะห์ที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ นอกจากนี้ยังขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์ได้ง่ายและหลายวิธี งานวิจัยของ Li และคณะ [7] ได้ทดลองขึ้นรูปพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตด้วยกระบวนการต่างๆ เช่น วิธีหล่อด้วยตัวทำละลาย (solvent casting) การอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน (thermo-compression) วิธีหล่อด้วยตัวทำละลายและการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน (solvent casting and thermo-compression) และกระบวนการรีดหล่อฟิล์ม (cast film) เพื่อศึกษาสมบัติของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการที่ต่างกันพบว่า วิธีหล่อด้วยตัวทำละลายได้ฟิล์มที่ขุ่นกว่ากระบวนการอื่นๆ ส่วนความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตพบว่า กระบวนการรีดหล่อฟิล์มสามารถทนแรงดึงได้สูงกว่าวิธีอื่น และกระบวนการนี้ยังส่งผลให้ฟิล์มมีความเป็นผลึกของสารสูงที่สุดมากกว่ากระบวนการอื่น

การสังเคราะห์แกรฟีนออกไซด์ด้วยวิธีทางเคมีสามารถเตรียมได้จากวิธีของฮัมเมอร์ (Hummers' method) โดย Hummers และคณะ [29] ได้เตรียมแกรฟีนออกไซด์ โดยนำแกรไฟต์และโซเดียมไนเตรตมากระจายตัวในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น แล้วเติมโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตลงไปอย่างช้าๆ เมื่อทำปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์ได้สารละลายแกรไฟต์ออกไซด์สีน้ำตาลออกเหลือง ล้างด้วยเทคนิคปั่นเหวี่ยงจากนั้นนำไปอบไล่สารละลายและน้ำที่เหลือ จะได้แกรไฟต์ออกไซด์ที่มีปริมาณออกซิเจนประมาณ 28%

งานวิจัยของ Paredes และคณะ [30] ได้ทดลองกระจายแกรฟีนออกไซด์ในสารละลาย อินทรีย์ต่างชนิดกันรวม 13 ชนิด แล้วตั้งทิ้งไว้เป็นระยะเวลา 3 สัปดาห์ พบว่า กลุ่มแรกแกรฟีน ออกไซด์กระจายตัวได้ดีในเอทิลีนไกลคอล โดเมทิลฟอร์มมาไมด์ นอร์มอลเมทิลไพโรลิโดน และเททระ ไฮโดรฟูแรนโดยไม่ตกตะกอน กลุ่มที่สองพบว่า แกรฟีนออกไซด์สามารถกระจายตัวได้ดีใน เอทานอล 1-โพรพานอล ไพรดีนและโดเมทิลซัลฟอกไซด์ แต่เมื่อครบ 3 สัปดาห์พบว่า แกรฟีนออกไซด์ ตกตะกอนลงมาที่ก้นขวด สุดท้ายกลุ่มที่สามเป็นสารละลายที่แกรฟีนออกไซด์ไม่สามารถกระจายตัว ได้แก่ ไดคลอโรมีเทน เมทานอล นอร์มอลเฮกเซน และอโทไซลีน

นอกจากเตรียมคอมพอสิตระหว่างแกรฟีนออกไซด์กับพอลิเมอร์ด้วยวิธีการผสมแบบ หลอมเหลวแล้ว มีอีกหนึ่งวิธีที่น่าสนใจคือการเตรียมในระบบสารละลายแล้วตกตะกอนร่วม (solution coagulation) งานวิจัยของ Huang และคณะ [31] นำแกรฟีนออกไซด์มากระจายในตัว ทำละลายชนิดเดียวกันกับตัวทำละลายของพอลิเมอร์ โดยงานวิจัยนี้เลือกใช้สารละลายโดเมทิล ฟอร์มาไมด์ (DMF) จากนั้นผสมสารละลายทั้งสองให้เป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous solution) แล้วนำสารละลายผสมมาตกตะกอนโดยเติมลงในเมทานอลปริมาณมาก นำไปอบให้แห้ง ได้เป็น ของแข็งเนื้อผสมที่มีความเข้ากันดีของเนื้อพอลิเมอร์และแกรฟีนออกไซด์

Wan และคณะ [18] ได้ศึกษาการผลของการเติมแกรฟีนออกไซด์ปริมาณความเข้มข้นน้อยๆ ลงในพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) โดยเตรียมในระบบสารละลายที่ความเข้มข้นของแกรฟีนออกไซด์ ร้อยละ 0, 0.3, 0.5, 1.0 และ 2.0 โดยน้ำหนัก จากนั้นใช้วิธีหล่อด้วยตัวทำละลาย อบให้แห้งแล้ว นำไปอัดขึ้นรูปเป็นฟิล์มเพื่อนำไปทดสอบสมบัติเชิงกลโดยเครื่องทดสอบอเนกประสงค์พบว่า เมื่อเติม แกรฟีนออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก ค่าความทนแรงดึง ยังสัมพันธ์ การยืดตัว ณ จุดขาด ของฟิล์ม PBS มีค่าเพิ่มขึ้น 53% 70% และ 12% ตามลำดับ ทั้งนี้ทางผู้วิจัยคาดว่าเกิดจาก อันตรกิริยาที่ของแรงระหว่างแกรฟีนออกไซด์และพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจากหมู่ฟังก์ชันออกซิเจนที่ผิว ของแกรฟีนออกไซด์และหมู่คาร์บอนิลของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต รวมถึงลักษณะของแกรฟีนออกไซด์ที่ มีความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลางสูง ทำให้ช่วยเสริมแรงในพอลิเมอร์ได้

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 ขั้นตอนการดำเนินงานและแผนการดำเนินการทดลอง

- 3.1.1 ศึกษาค้นคว้าข้อมูลทางวิชาการและรวบรวมข้อมูลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
- 3.1.2 วางแผนงานของการวิจัย กำหนดขั้นตอน และวิธีการทดลอง
- 3.1.3 เตรียมวัตถุดิบ สารเคมี และอุปกรณ์การทดลอง
- 3.1.4 ศึกษาวิธีการใช้เครื่องมือขึ้นรูปและเครื่องมือทดสอบ
- 3.1.5 สังเคราะห์แกรไฟีนออกไซด์จากแกรไฟต์โดยวิธีเทคนิคที่ปรับปรุงมาจากวิธีของฮัมเมอร์
- 3.1.6 เตรียมมาสเตอร์แบตช์ระหว่างแกรไฟีนออกไซด์/พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพทาเลตด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วมโดยศึกษาหาตัวทำละลายที่เหมาะสม
- 3.1.7 เตรียมแกรไฟีนออกไซด์/พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพทาเลตคอมพอสิตโดยการผสมมาสเตอร์แบตช์กับพอลิเมอร์ในเครื่องอัดรีดสกรูคู่
- 3.1.8 ขึ้นรูปชิ้นงานฟิล์มคอมพอสิตด้วยเครื่องรีดหล่อฟิล์ม
- 3.1.9 วิเคราะห์สัณฐานวิทยาแกรไฟีนออกไซด์และฟิล์มคอมพอสิต
- 3.1.10 ทดสอบสมบัติเชิงกล และสมบัติทางกายภาพของฟิล์มคอมพอสิต
- 3.1.11 วิเคราะห์ข้อมูล สรุปผล และเขียนวิทยานิพนธ์

3.2 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพทาเลต (poly(butylene adipate-co-terephthalate), PBAT) ที่ใช้สำหรับงานวิจัยนี้คือ ecoflex® F Blend C1200 จากบริษัท BASF Thailand (ประเทศไทย) มีลักษณะเป็นเม็ดกลมสีขาว
- 3.2.2 แกรไฟต์ (graphite) จากบริษัท Sigma-Aldrich (ประเทศสหรัฐอเมริกา) มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีดำ
- 3.2.3 กรดซัลฟิวริก (sulfuric acid) จากบริษัท RCI Lab scan (ประเทศไทย) มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี

3.2.4 โซเดียมไนเตรต (sodium nitrate) จากบริษัท RCI Lab scan (ประเทศไทย) มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว

3.2.5 โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (potassium permanganate) จากบริษัท RCI Lab scan (ประเทศไทย) มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีดำ

3.2.6 น้ำปราศจากไอออน (DI water) จากบริษัท Lee Cier Huad (ประเทศไทย)

3.2.7 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (hydrogen peroxide) จากบริษัท RCI Lab scan (ประเทศไทย) มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี

3.2.8 ไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (dimethylformamide) จากบริษัท RCI Lab scan (ประเทศไทย) มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี

3.2.9 เมทานอล (methanol) จากบริษัท RCI Lab scan (ประเทศไทย) มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี

3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.3.1 ปีกเกอร์ (beaker) ขนาด 500,1000, และ 2000 มิลลิลิตร

3.3.2 กระจกบอทดวง (cylinder) ขนาด 1000 มิลลิลิตร

3.3.3 ชามสแตนเลส (mixing Bowl) เส้นผ่านศูนย์กลาง 24 เซนติเมตร

3.3.4 เครื่องกวนสารละลายแบบใบพัด (mechanical overhead stirrer)

3.3.5 จานเพาะเชื้อ (petri dish) เส้นผ่าศูนย์กลาง 150 มิลลิเมตร

3.3.6 ชุดกรองบูชเนอร์แบบสุญญากาศ (Büchner funnel, Büchner flask and vacuum pump)

3.3.7 เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer)

3.3.8 แท่งแม่เหล็กกวนสาร (magnetic bar)

3.3.9 เครื่องกวนสารแบบให้ความร้อน (hot plate and magnetic stirrer) พร้อมเครื่องควบคุมอุณหภูมิ (temperature controller)

3.3.10 ตู้อบ (hot air oven)

3.3.11 เครื่องชั่งทศนิยมสองตำแหน่ง (analytical balance) ของบริษัท OHAUS รุ่น scout pro SP4202F

- 3.3.12 เครื่องอัดรีดสกรูคู่ (co-rotating twin-screw extruder) ของบริษัท Thermo Prism รุ่น DSR-28
- 3.3.13 เครื่องตัดเม็ดพลาสติก (pelletizer cutting machine) ของบริษัท Labtech Engineering รุ่น LZ-80
- 3.3.14 เครื่องรีดหล่อฟิล์ม (chill roll casting) ของบริษัท Labtech Engineering รุ่น LCR-300HDCO-EX/VS
- 3.3.15 เครื่องวัดความหนาของฟิล์ม (thickness gage) ของบริษัท Mitutoyo Corporation รุ่น 7301
- 3.3.16 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (x-ray diffractometer, XRD) ของบริษัท Bruker รุ่น D8 Advance
- 3.3.17 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (fourier transform infrared spectrophotometer, FTIR) ของบริษัท Thermo Scientific รุ่น Nicolet 6700 1213967387
- 3.3.18 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) ของบริษัท JEOL รุ่น JSM-6400LV
- 3.3.19 เครื่องทดสอบอเนกประสงค์ (universal testing machine) ของบริษัท LLOYD รุ่น LR100K
- 3.3.20 เครื่องทดสอบการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจน (oxygen permeation tester, OPT)
- 3.3.21 เครื่องปั่นเหวี่ยง (centrifuge) ของบริษัท Med inter รุ่น Senova TD5M-WS
- 3.3.22 เครื่องเอกซเรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี (X-ray photoelectron spectroscopy, XPS) บริษัท Kratos Analytical รุ่น AXIS Ultra DLD
- 3.3.23 เครื่องอัลตราโซนิก (ultrasonic bath) ของบริษัท Nisd laboratory instruments รุ่น WUC-D06H
- 3.3.24 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (differential scanning calorimetry, DSC) ของบริษัท Mettler Toledo รุ่น DSC1/STAR^c
- 3.3.25 เครื่องวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน (thermogravimetric analyzer, TGA) ของบริษัท Netzsch รุ่น TG 209 F3 Tarsus

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

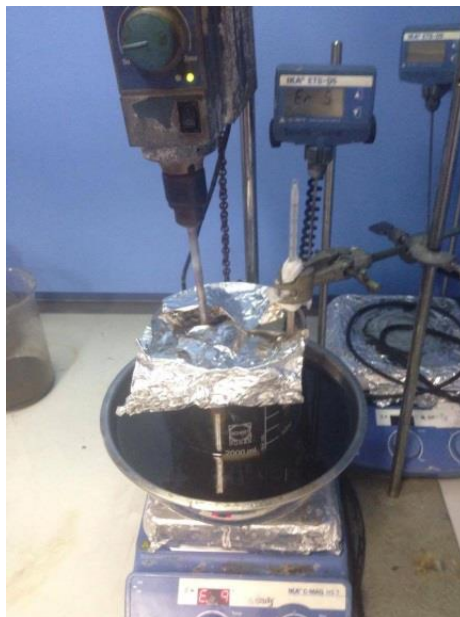
3.4.1 สังเคราะห์แกรไฟีนออกไซด์จากแกรไฟต์

งานวิจัยนี้ได้ประยุกต์การสังเคราะห์มาจากวิธีของฮัมเมอร์ (Hummer's method) เริ่มต้นจากแกรไฟต์ 10 กรัม กระจายตัวลงในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 97% ปริมาตร 250 มิลลิลิตร กวนสารละลายให้เข้ากันด้วยเครื่องกวนสารละลายแบบใบพัด และทำปฏิกิริยาภายในอ่างน้ำแข็ง เพื่อรักษาอุณหภูมิให้ต่ำอยู่ในระดับ 5 องศาเซลเซียส จากนั้นเติมโซเดียมไนเตรตปริมาณ 5 กรัมลงไป เมื่อสารเข้ากันดีแล้วค่อยๆ เติมโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (potassium permanganate) 30 กรัมลงไปอย่างช้าๆ กวนต่อเนื่องเป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้อุณหภูมิดังกล่าว



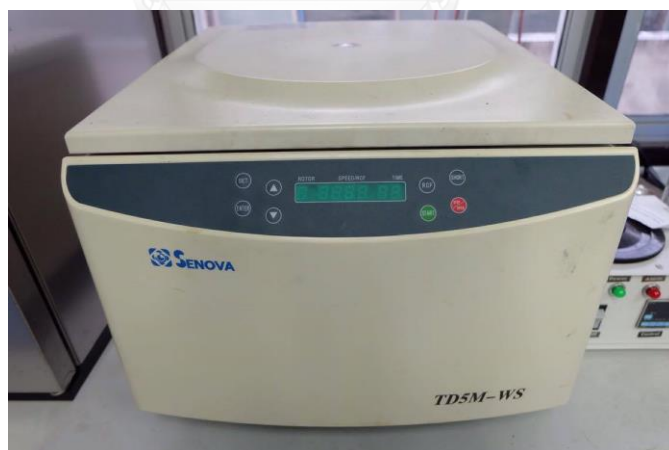
รูปที่ 3.1 การสังเคราะห์แกรไฟีนออกไซด์จากแกรไฟต์ภายใต้อ่างน้ำแข็ง

แกรไฟต์กระจายตัวและเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยสารละลายเปลี่ยนจากสีเขียวขี้ม้า กลายเป็นสีน้ำตาลเข้ม เมื่อครบเวลาแล้วเพิ่มอุณหภูมิขึ้นไปที 35 องศาเซลเซียสและตั้งปฏิกิริยาทิ้งไว้เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นจึงเติมน้ำปราศจากไอออนลงไปปริมาณ 360 มิลลิลิตร อุณหภูมิเริ่มสูงขึ้น รักษาอุณหภูมิให้อยู่ประมาณ 70 องศาเซลเซียส กวนต่อเนื่องเป็นระยะเวลา 15 นาที จากนั้นเทสารลงในน้ำปราศจากไอออนที่มีปริมาณมาก หยดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (hydrogen peroxide) ความเข้มข้น 30% ลงไปจนไม่เกิดฟอง



รูปที่ 3.2 การสกัดสารสกัดกาแฟจากกาแฟภายใต้ความร้อน

ล้างสารละลายที่ได้ด้วยน้ำปราศจากไอออนโดยใช้วิธีการปั่นเหวี่ยง (centrifuge) ที่ความเร็ว 4000 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 5 นาที ทำซ้ำเรื่อยๆจน pH เข้าใกล้ 7 จึงเก็บสารส่วนล่างที่ได้จากการปั่นเหวี่ยงไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 1 วัน



รูปที่ 3.3 เครื่องปั่นเหวี่ยงของบริษัท Med inter รุ่น Senova TD5M-WS

หลังจากอบไล่ไอน้ำและสารละลายจนแห้งแล้วได้แผ่นแกรไฟต์ออกไซด์ นำมากระจายตัวในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (1 กรัม/500 มิลลิลิตร) แล้วนำไปสั่นโดยใช้เครื่องอัลตราโซนิก (ultrasonic bath) เป็นเวลา 3 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง เพื่อให้ชั้นของแกรไฟต์ออกไซด์หลุดแยกออกมาเป็นชั้นของแกรไฟน์ออกไซด์และกระจายตัวอยู่ในสารละลายเพื่อเตรียมนำไปผสมกับพอลิเมอร์



รูปที่ 3.4 เครื่องอัลตราโซนิกของบริษัท Nisd laboratory instruments รุ่น WUC-D06H

3.4.2 เตรียมมาสเตอร์แบตช์ระหว่างพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟแทเลตกับแกรไฟน์ออกไซด์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วม

งานวิจัยนี้ได้เตรียมมาสเตอร์แบตช์ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักของแกรไฟน์ออกไซด์/พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟแทเลต เริ่มจากนำพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟแทเลตมาละลายด้วยคลอโรฟอร์ม (10 กรัม/100 มิลลิลิตร) โดยใช้แท่งแม่เหล็กกวนที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำสารละลายแกรไฟน์ออกไซด์ (1 กรัม/500 มิลลิลิตร) เทผสมกับสารละลายพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟแทเลตกวนเข้าด้วยกันอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส แล้วนำไปตกตะกอนโดยการเทลงในเมทานอลที่มีปริมาณมากเกินพอของผสมจะตกตะกอนเป็นเนื้อแขวนลอยอยู่ในเมทานอล ตั้งทิ้งไว้จนเกิดการแยกชั้น แยกของเหลวด้วยบัตติง นำมาสเตอร์แบตช์ไปกรองโดยใช้กรวยกรองบุชเนอร์ นำมาสเตอร์แบตช์ที่ได้อบไว้ในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา ประมาณ 1 วัน

3.4.3 เตรียมแกรฟีนออกไซด์/พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตคอมพาวนด์โดยผสม มาสเตอร์แบตช์กับพอลิเมอร์ด้วยเครื่องอัดรีดสกรูคู่

ก่อนขั้นตอนการผสม เม็ดพลาสติกพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตจะถูกนำไปอบไล่ ความชื้นในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 วัน จากนั้นเตรียมพอลิเมอร์คอมพาวนด์โดย นำมาสเตอร์แบตช์ที่เตรียมได้มาผสมกับพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตด้วยเครื่องอัดรีดสกรูคู่ โดยเตรียมให้ได้ร้อยละของแกรฟีนออกไซด์ตั้งแต่ 0, 0.25, 0.5, 1, 1.5 และ 2 โดยน้ำหนัก อัตราส่วน การผสมแสดงดังตารางที่ 3.1 ด้วยเครื่องอัดรีดสกรูคู่ภายใต้ภาวะอุณหภูมิและความเร็วรอบของสกรู ดังแสดงในตารางที่ 3.2 พอลิเมอร์คอมพาวนด์สูตรต่าง ๆ ที่ผ่านการอัดรีดจะถูกตัดเป็นเม็ดขนาดเล็ก ด้วยเครื่องตัดเม็ด แล้วนำไปอบไล่ความชื้นในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 วัน



รูปที่ 3.5 เครื่องอัดรีดสกรูคู่ของบริษัท Thermo Prism รุ่น DSR-28



รูปที่ 3.6 เครื่องตัดเม็ดพลาสติกของบริษัท Labtech Engineering รุ่น LZ-80

การเตรียมพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแทเลตคอมพอสิตศึกษาปัจจัยดังต่อไปนี้

ผลของปริมาณสารตัวเติมแกรฟีนออกไซด์ต่อสมบัติของคอมพอสิต โดยเตรียมพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแทเลตคอมพอสิตต่างๆ ดังนี้

3.4.3.1 พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแทเลตที่ไม่มีสารตัวเติม

3.4.3.2 พอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแทเลตที่เติมแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ

0, 0.25, 0.5, 1, 1.5 และ 2 โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนโดยน้ำหนักของพอลิเมอร์คอมพาวนด์

Composition	PBAT (%wt)	Graphene oxide (%wt)
0% GO/PBAT	100	0
0.25% GO/PBAT	99.75	0.25
0.5% GO/PBAT	99.5	0.5
1% GO/PBAT	99	1
1.5% GO/PBAT	98.5	1.5
2% GO/PBAT	98	2

ตารางที่ 3.2 อุณหภูมิและความเร็วรอบของสกรูที่ใช้ในการผสมพอลิเมอร์คอมพาวนด์

Zone	Temperature (°C)
Feed	100
2	120
3	135
4	145
Die	150
ความเร็วรอบของสกรู (รอบต่อนาที)	25

3.4.4 การเตรียมฟิล์มคอมพอสิต

นำพอลิเมอร์คอมพาวนด์ไปละลายความเข้มข้นในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 วัน จากนั้นขึ้นรูปเป็นฟิล์มคอมพอสิตผ่านเครื่องรีดหล่อฟิล์ม ดังแสดงในรูปที่ 3.7 ภายใต้สภาวะอุณหภูมิและความเร็วรอบของสกรูดังแสดงในตารางที่ 3.3 โดยมีการควบคุมความหนาของฟิล์มให้อยู่ในช่วงประมาณ 0.12-0.18 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.7 เครื่องรีดหล่อฟิล์มของบริษัท Labtech Engineering รุ่น LCR-300HDCO-EX/VS

ตารางที่ 3.3 อุณหภูมิและความเร็วรอบของสกรูในการขึ้นรูปฟิล์มคอมพอสิตด้วยเครื่องรีดหล่อฟิล์ม

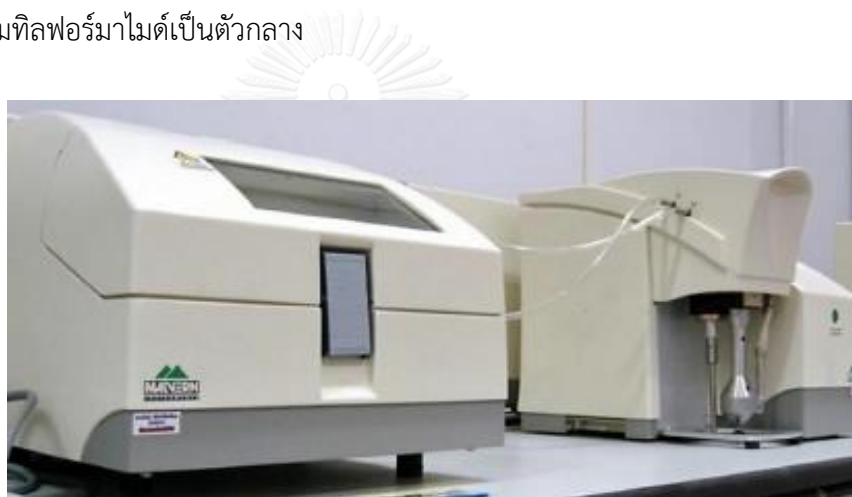
Zone	Temperature (°C)
Feed	138
2	142
3	144
4	147
5	152
Die	160
ความเร็วรอบของสกรู (รอบต่อนาที)	30

3.5 การวิเคราะห์และการทดสอบของพอลิเมอร์คอมพอสิต

3.5.1 การวิเคราะห์สมบัติของแกรฟีนออกไซด์

3.5.1.1 วิเคราะห์ขนาดอนุภาคแกรฟีนออกไซด์

วิเคราะห์ขนาดอนุภาคแกรฟีนออกไซด์ที่กระจายตัวในสารละลาย ขั้นตอนแรกนำสารละลายแกรฟีนออกไซด์ผ่านการสั่นโดยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมงเพื่อให้อนุภาคแกรฟีนออกไซด์กระจายตัวและแยกเป็นชั้นเดี่ยว จึงนำมาวิเคราะห์ขนาดอนุภาคเฉลี่ยและการกระจายตัวของอนุภาคแกรฟีนออกไซด์ด้วยเครื่อง Laser Diffraction particle size analyzers ดังแสดงในรูปที่ 3.8 โดยงานวิจัยนี้ใช้ค่า particle refractive index เท่ากับ 1.33 และค่า absorption เท่ากับ 1 มีไดเมทิลฟอร์มาไมด์เป็นตัวกลาง



รูปที่ 3.8 เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของ Malvern รุ่น Mastersizer 2000

วิเคราะห์ขนาดอนุภาคและศึกษาสัญญาณวิทยาแกรฟีนออกไซด์แบบผงโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงในรูปที่ 3.9 เตรียมตัวอย่างเป็นผงแกรไฟต์และผงแกรฟีนออกไซด์ จากนั้นการเคลือบด้วยทองผ่านเครื่อง sputter-coater ที่มีศักย์ไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ กำลังขยายในการทดสอบ 10,000 เท่า



รูปที่ 3.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของบริษัท JEOL รุ่น JSM-6400LV

3.5.1.2 วิเคราะห์ลักษณะแกรไฟต์และแกรไฟต์ออกไซด์

วิเคราะห์ลักษณะของแกรไฟต์และแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน ดังแสดงในรูปที่ 3.10 โดยศึกษาระยะห่างระหว่างชั้นของอนุภาค (d-spacing, d) เพื่อวิเคราะห์ความแตกต่างระหว่างแกรไฟต์กับแกรไฟต์ออกไซด์



รูปที่ 3.10 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ Bruker รุ่น D8 Advance

วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแกรฟีนออกไซด์เทียบกับแกรไฟต์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.11 ในความถี่ในช่วงเลขคลื่น 4000-800 cm^{-1} จำนวนครั้ง การสแกน 64 ครั้ง ความละเอียด 8 cm^{-1}



รูปที่ 3.11 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ของ Thermo scientific รุ่น Nicolet 6700

วิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของแกรฟีนออกไซด์ ด้วยเทคนิคเอกซเรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี ดังแสดงในรูปที่ 3.12 ซึ่งเทคนิคนี้สามารถระบุร้อยละที่มีอยู่ของธาตุที่สนใจเทียบกับธาตุอื่นที่เป็นองค์ประกอบและพันธะทางเคมีระหว่างอะตอมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบได้



รูปที่ 3.12 เครื่องเอกซเรย์โฟโตอิเล็กตรอนของ Kratos analytical รุ่น Axis Ultra DLD

3.5.2 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติของฟิล์มคอมพอลิต

3.5.2.1 ศึกษาสัณฐานวิทยาของฟิล์มคอมพอลิต

ศึกษาสัณฐานวิทยาของฟิล์มคอมพอลิตที่ร้อยละแกรฟีนออกไซด์ความเข้มข้นต่างๆ ตั้งแต่ 0, 0.25, 0.50, 1, 1.5, 2 โดยน้ำหนัก ภายหลังจากการทดสอบสมบัติความทนแรงดึงมาเคลือบด้วยทองด้วยเครื่อง sputter-coater ศักย์ไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ เพื่อวิเคราะห์ภาคตัดขวางของฟิล์มคอมพอลิต โดยใช้กำลังขยายในการทดสอบ 5,000 เท่า

3.5.2.2 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่ง

แคลอริเมทรี

วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature, T_c) อุณหภูมิหลอมเหลวผลึก (melting temperature, T_m) และปริมาณผลึก (degree of crystallinity, X_c) ของฟิล์มคอมพอลิตที่แกรฟีนออกไซด์ความเข้มข้นต่าง ๆ ตามมาตรฐาน ASTM D7426 ด้วยเครื่องดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.13

เริ่มจากตัดฟิล์มคอมพอลิตให้มีน้ำหนักอยู่ในช่วง 0.3-0.5 มิลลิกรัม นำมาวิเคราะห์ในโหมดให้ความร้อน-ทำให้เย็น-ให้ความร้อน (heat-cool-heat) ในช่วงอุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ถึง 200 องศาเซลเซียสด้วยอัตราให้ความร้อนและทำให้เย็นตัวที่ 5 องศาเซลเซียส/นาที ภายใต้สภาวะบรรยากาศก๊าซไนโตรเจน

สูตรคำนวณการหาค่าเปอร์เซ็นต์ปริมาณความเป็นผลึกของฟิล์มคอมพอลิตหาได้

$$\text{จาก } X_c = \frac{\Delta H_c}{\Delta H_m \times (1 - W_f)} \times 100\% \quad \text{สมการที่ 1}$$

โดยที่ ΔH_c คือ เอนทัลปีของการเกิดผลึกขณะให้ความเย็นของตัวอย่าง

ΔH_m คือ เอนทัลปีของการหลอมผลึกอย่างสมบูรณ์ของพอลิเมอร์ที่ลิโนแอติเพตโคเทเรพแทเลตบริสุทธิ์ (114 จูล/กรัม)

W_f คือ อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวเติมเสริมแรงที่เติมลงในฟิล์มคอมพอลิต



รูปที่ 3.13 เครื่องดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรีของบริษัท Mettler Toledo รุ่น DSC1/STARe

3.5.2.3 วิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนด้วยเครื่องวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้

ความร้อน

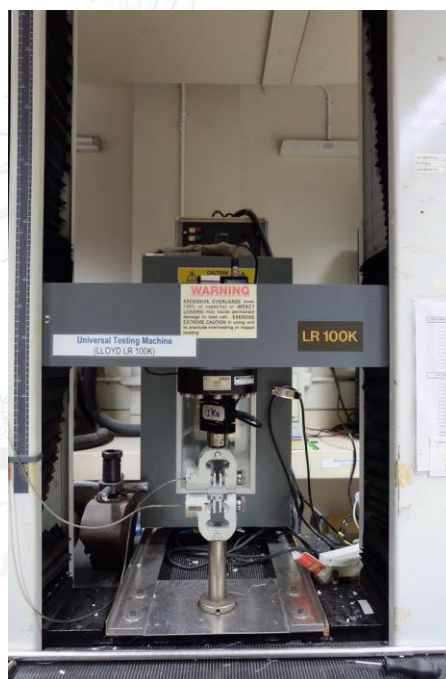
วิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของฟิล์มคอมพอสิต (degradation temperature, T_d) ด้วยเครื่องวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน ดังแสดงในรูปที่ 3.14 ตามมาตรฐาน ASTM E2550 โดยตัดชิ้นตัวอย่างฟิล์มคอมพอสิตให้มีน้ำหนักระหว่าง 0.3-0.5 มิลลิกรัม ในระหว่างการวิเคราะห์อุณหภูมิของตัวอย่างซึ่งอยู่ในบรรยากาศก๊าซไนโตรเจนจะถูกทำให้เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ในอัตราการเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาทีในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 50 องศาเซลเซียส ถึง 700 องศาเซลเซียส



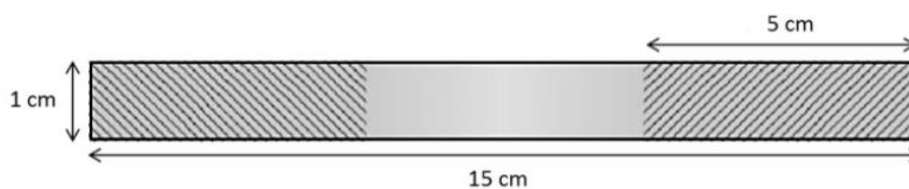
รูปที่ 3.14 เครื่องวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อนของ Netzsch รุ่น TG 209 F3 Tarsus

3.5.2.4 การทดสอบสมบัติด้านแรงดึง

การทดสอบสมบัติด้านแรงดึงเป็นการทดสอบเพื่อหาสมบัติของฟิล์มคอมพอสิตซึ่งช่วยให้ได้ค่าสมบัติความทนแรงดึง (tensile strength) ยั่งส์มอดุลัส (Young's modulus) และค่าการยืด ณ จุดขาด (elongation at break) โดยเตรียมฟิล์มคอมพอสิตให้มีความกว้าง 1 เซนติเมตร และยาว 14 เซนติเมตร และความหนาในช่วง 0.12-0.16 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.16 ด้วยเครื่องทดสอบอเนกประสงค์ตามมาตรฐาน ASTM D882 ดังแสดงในรูปที่ 3.15 โดยใช้ load cell ขนาด 100 นิวตัน ใช้อัตราเร็วในการดึง 500 มิลลิเมตรต่อนาที และระยะที่วัดการยืดออก (gauge length) 50 มิลลิเมตร



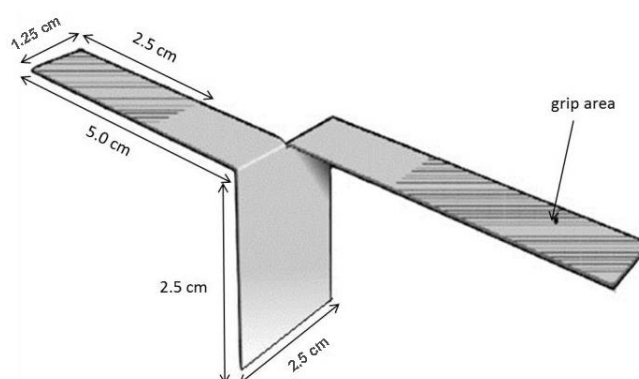
รูปที่ 3.15 เครื่องทดสอบอเนกประสงค์ของ LLOYD รุ่น LR100K



รูปที่ 3.16 ชิ้นงานสำหรับการทดสอบสมบัติด้านแรงดึง

3.5.2.5 การทดสอบความทนแรงฉีกขาด

วิธีนี้เป็นวิธีการทดสอบความทนการฉีกขาดของฟิล์มคอมพอสิต โดยตัดชิ้นงานทดสอบรูปทรง trouser ที่มีความกว้าง 2.5 เซนติเมตรและยาว 7.5 เซนติเมตรและความหนาในช่วง 0.12-0.18 มิลลิเมตร โดยชิ้นตัวอย่างจะถูกสร้างรอยตัดชิ้นยาว 5 เซนติเมตร ดังแสดงในรูป 3.17 และทดสอบด้วยเครื่องทดสอบแรงกดตามมาตรฐาน ASTM D 1938 โดยใช้ load cell ขนาด 100 นิวตัน อัตราเร็วในการดึง 500 มิลลิเมตร/นาที และระยะห่างระหว่างตัวจับชิ้นงาน 5 เซนติเมตร



รูปที่ 3.17 ชิ้นงานสำหรับการทดสอบความทนแรงฉีกขาด

3.5.2.6 การทดสอบอัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจน

ทดสอบอัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจน (oxygen gas transmission rate, OTR) ของฟิล์มคอมพอสิตด้วยเครื่องทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ ดังแสดงในรูปที่ 3.18 ตามมาตรฐาน ASTM D3985 โดยวิเคราะห์ที่อุณหภูมิ 23 องศาเซลเซียส และความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 0



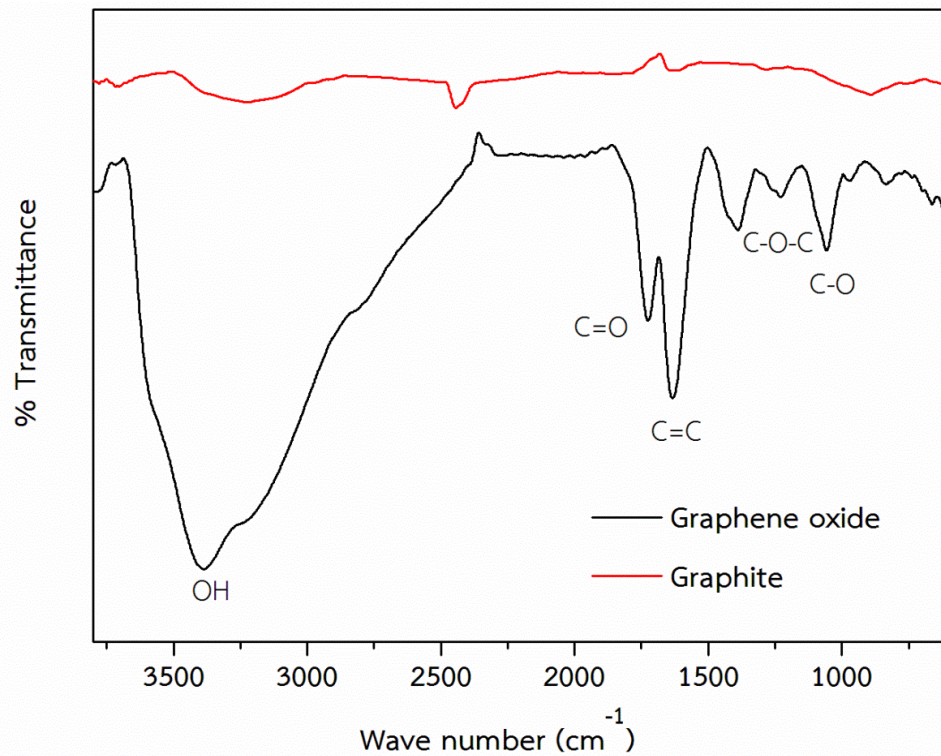
รูปที่ 3.18 เครื่องทดสอบการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนของ SYSTECH Illinois รุ่น 8000

บทที่ 4

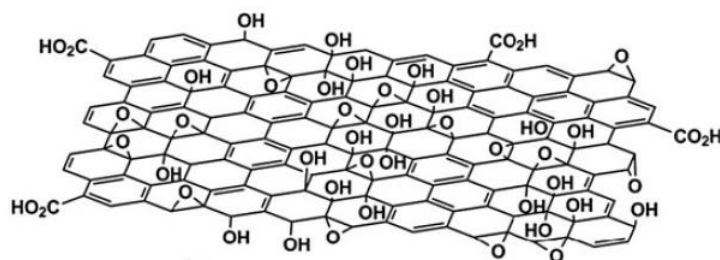
ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีของแกรไฟต์กับแกรฟีนออกไซด์

ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีของแกรไฟต์เทียบกับแกรฟีนออกไซด์โดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เพื่อตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของแกรฟีนออกไซด์เบื้องต้นหลังจากการสังเคราะห์อนุภาคแกรฟีนออกไซด์จากแกรไฟต์ แสดงดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์



รูปที่ 4.2 โครงสร้างทางเคมีของแกรฟีนออกไซด์

พิจารณาอินฟราเรดสเปกตรัมของแกรฟีนออกไซด์พบว่า มีหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจนปรากฏขึ้น โดยพีกแรกเป็น O-H stretching ของหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl) มีลักษณะกว้างและขนาดใหญ่ ปรากฏที่เลขคลื่น 3400 cm^{-1} ถัดมาปรากฏพีกมีลักษณะเข้มของหมู่คาร์บอนิล (carbonyl) ที่ 1720 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีกของ C=O stretching ส่วนพีกที่เลขคลื่น 1620 cm^{-1} นั้นเป็นพีกของ C=C stretching ที่ไม่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (skeletal vibrations from unoxidized graphitic) และพีกที่เลขคลื่น 1210 cm^{-1} เป็นพีกของของหมู่อีพอกซี C-O-C stretching สุดท้ายพีกที่ 1050 cm^{-1} เป็นพีกของ C-O stretching โดยทุกพีกที่กล่าวมาข้างต้นเป็นลักษณะเฉพาะของแกรฟีนออกไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Konios และคณะ [32] แสดงให้เห็นว่าแกรฟีนออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้นมีหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl) หมู่อีพอกซี (epoxy) และหมู่คาร์บอกซิล (carboxyl) ปรากฏอยู่ภายในโครงสร้าง โดยเลขคลื่นของพีกจากแกรฟีนออกไซด์แสดงในตารางที่ 4.1

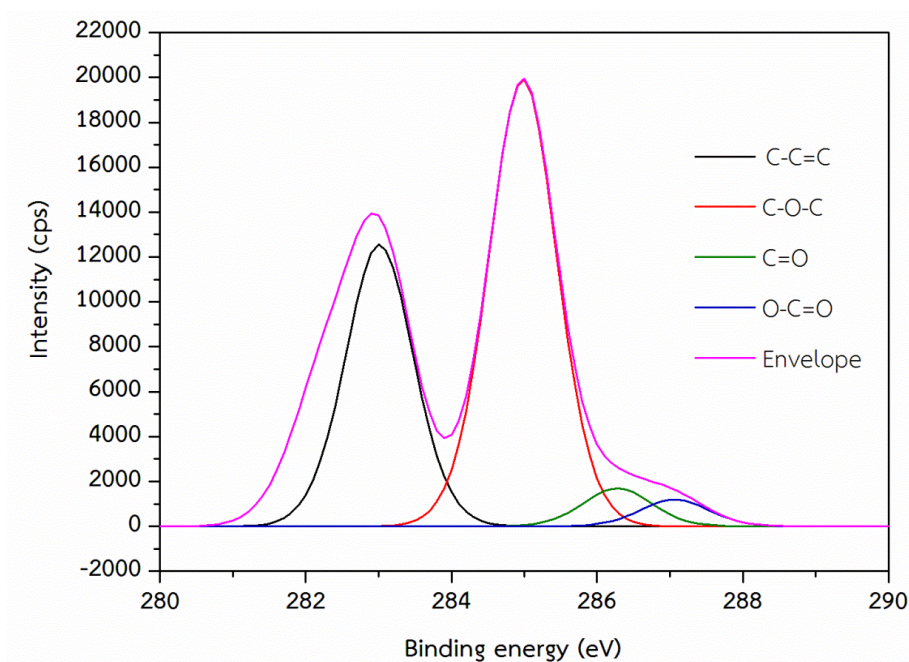
ตารางที่ 4.1 เลขคลื่นของพีกที่ปรากฏในอินฟราเรดสเปกตรัมจากตัวอย่างแกรฟีนออกไซด์ [13]

Wave number (cm^{-1})	Type of functional group
3600-3400	O-H stretching
1720	C=O stretching
1620	C=C stretching (aromatic)
1210	C-O-C stretching
1050	C-O stretching

4.2 วิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของแกรฟีนออกไซด์

เพื่อสนับสนุนผลการทดลองจากเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีและเพื่อศึกษาร้อยละของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของแกรฟีนออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้น เทคนิคเอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี (X-ray photoelectron spectroscopy, XPS) ถูกนำมาใช้เพื่อหาปริมาณของธาตุดอกซิเจน (O) และชนิดของพันธะของแกรฟีนออกไซด์ จากการศึกษาด้วยเทคนิค XPS ในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุของแกรฟีนออกไซด์ปรากฏธาตุดอกซิเจนประมาณร้อยละ 32 ซึ่งใกล้เคียงกับวิธีของฮัมเมอร์ และพบสเปกตรัมของ C1s โดยปรากฏ 4 ส่วนประกอบของธาตุดอกซิเจน

ที่แตกต่างดังแสดงในตารางที่ 4.2 โดยที่ระดับพลังงาน 284.5 eV เป็นของคาร์บอนในพันธะ C=C ระดับพลังงาน 286.4 eV เป็นของของคาร์บอนพันธะ C-O ระดับพลังงาน 287.8 eV เป็นของคาร์บอนของพันธะ C=O ระดับพลังงาน 288.5 eV เป็นของของคาร์บอน O-C=O ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ An และคณะ [33] ซึ่ให้เห็นว่าแกรไฟต์เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและเกิดการสร้างพันธะของหมู่ออกซิเจนกับคาร์บอนขึ้นเป็นแกรไฟท์ออกไซด์ดังแสดงในรูปที่ 4.3



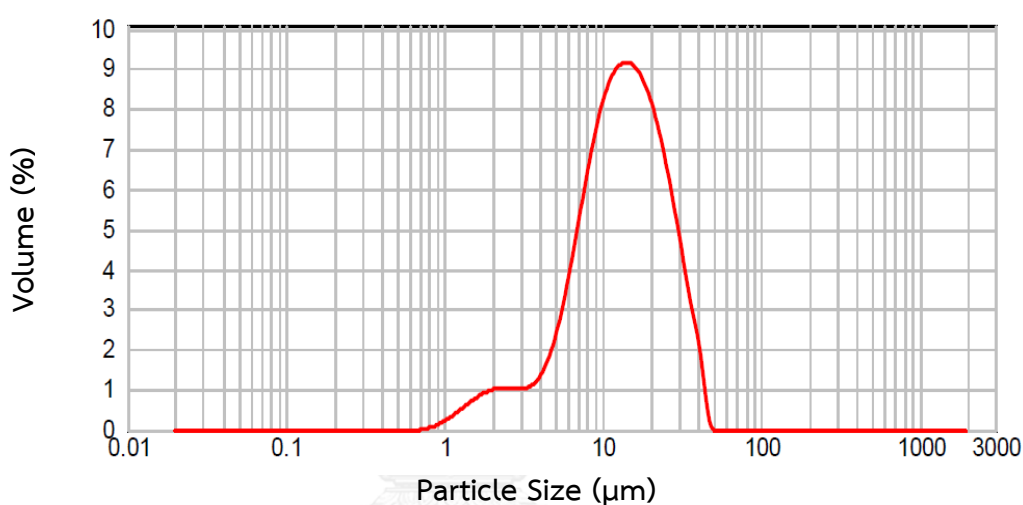
รูปที่ 4.3 กราฟ XPS spectra แสดงพลังงานยึดเหนี่ยวของอะตอมคาร์บอนในแกรไฟท์ออกไซด์

ตารางที่ 4.2 พลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนชั้นในสุดของอะตอมคาร์บอนในแกรไฟท์ออกไซด์

GO	Binding energy (eV)	Bond
C1s	284.5	C-C=C
C1s	286.4	C-O
C1s	287.8	C=O
C1s	288.5	O-C=O

4.3 ขนาดอนุภาคแกรไฟต์ออกไซด์

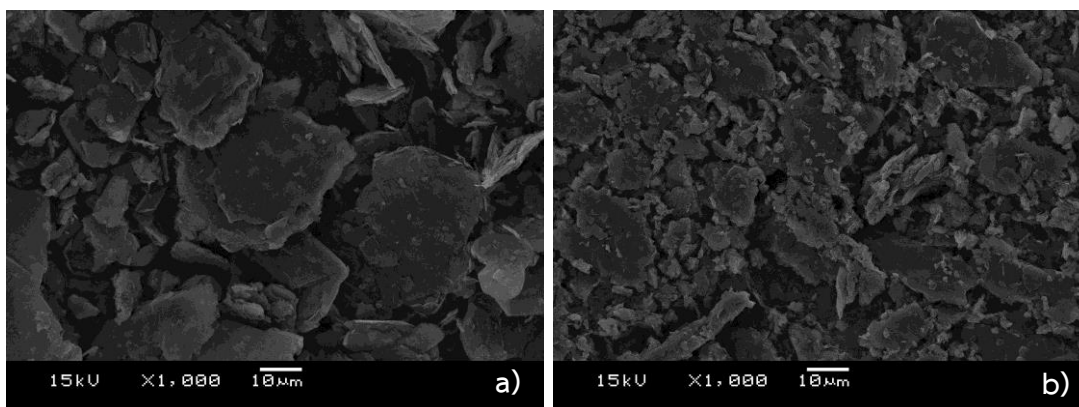
รูปที่ 4.4 แสดงผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของแกรไฟต์ออกไซด์ขณะกระจายตัวในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ โดยวัดจากการกระเจิงแสง (light scattering) ของอนุภาค พบว่าอนุภาคแกรไฟต์ออกไซด์กระจายอยู่ในช่วง 0.9 ถึง 3 ไมโครเมตรเป็นส่วนน้อย ซึ่งส่วนใหญ่อนุภาคกระจายตัวอยู่ในช่วง 3 ถึง 40 ไมโครเมตร และจุดสูงสุดของกราฟแสดงถึงขนาดอนุภาคที่มีปริมาณมากที่สุด คือ 13.1 ไมโครเมตร



รูปที่ 4.4 กราฟการกระจายตัวของขนาดแกรไฟต์ออกไซด์

4.4 สัณฐานวิทยาของแกรไฟต์และแกรไฟต์ออกไซด์

ศึกษาสัณฐานวิทยาของแกรไฟต์และแกรไฟต์ออกไซด์ในรูปแบบผงโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 1,000 เท่า แสดงในรูปที่ 4.5

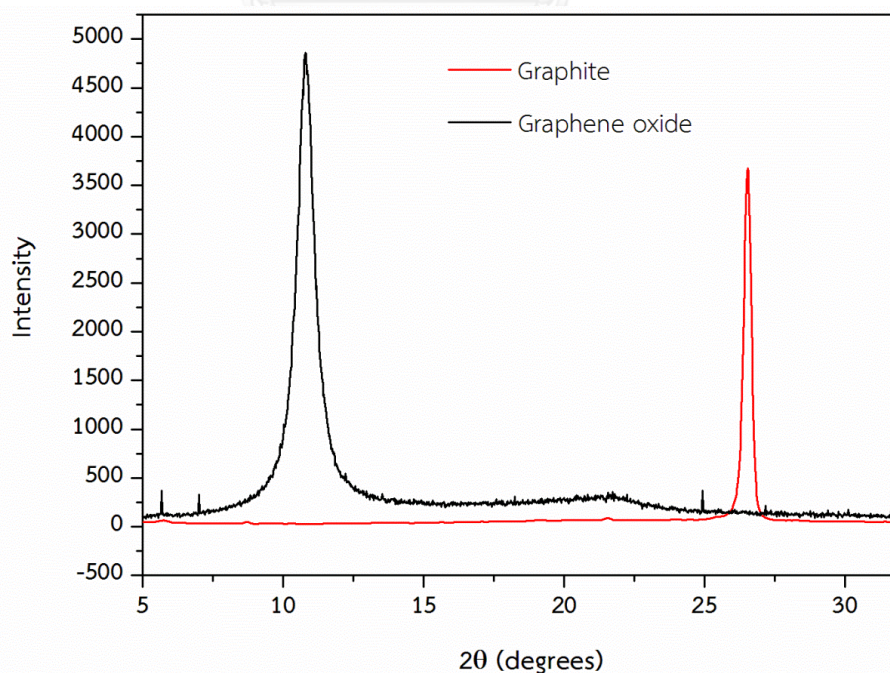


รูปที่ 4.5 สัณฐานวิทยาของแกรไฟต์ (a) แกรไฟต์ออกไซด์ (b) ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า

รูป 4.5 เป็นภาพโครงสร้างของแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์ที่เห็นจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงให้เห็นถึงสัณฐานวิทยาของแกรไฟต์ก่อนและหลังการหลังจากเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและสั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิก โดยพบว่าแกรไฟต์ในรูป (a) มีโครงสร้างลักษณะเป็นชั้นซ้อนทับหลายชั้น (stack) ซึ่งมีขนาดใหญ่ตั้งแต่ 10-40 ไมโครเมตร ส่วนแกรฟีนออกไซด์ในรูป (b) เมื่อเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและการสั่น (sonication) แล้วพบว่า อนุภาคมีขนาดที่เล็กลงโดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางตั้งแต่ 4-30 ไมโครเมตร และเริ่มเห็นความแตกต่างของโครงสร้างเมื่อเทียบกับแกรไฟต์ โดยบางแผ่นของแกรฟีนออกไซด์มีลักษณะแยกชั้นออกจากกันแสดงถึงลักษณะของโครงสร้างที่ซ้อนกันน้อยกว่าโครงสร้างของแกรไฟต์

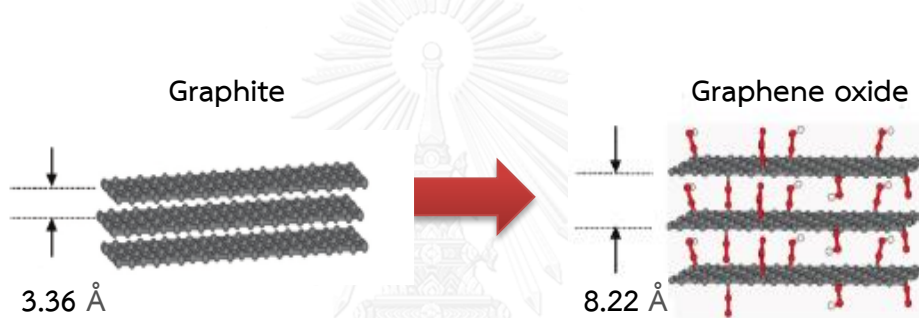
4.5 วิเคราะห์ลักษณะแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์

วิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction, XRD) โดยพิจารณาจากระยะห่างระหว่างชั้นของอนุภาค (d spacing) เนื่องจากแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์มีการจัดโครงสร้างของสารต่างกันโดยแกรฟีนออกไซด์มีหมู่ฟังก์ชันออกซิเจน เช่น ไฮดรอกซิลแทรกอยู่ทำให้ระยะ d spacing ของสารทั้งสองมีค่าต่างกันดังแสดงในรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 กราฟ XRD pattern ของแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์

รูป 4.6 แสดงแบบของ XRD (XRD pattern) ระหว่างแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์ จากรูปพบพีกของแกรไฟต์ปรากฏที่ตำแหน่งของ $2\theta = 26.5$ องศา หรือ ระยะห่างระหว่างชั้น (d-spacing) เท่ากับ 3.36 อังสตรอม ซึ่งเป็นลักษณะของโครงสร้างแกรไฟต์ สอดคล้องกับผลงานวิจัยของ Moon และคณะ [34] ขณะที่แกรฟีนออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ส่วนใหญ่ไม่ได้มีการจัดตัวเป็นชั้นเดียว (single layer) จึงทำให้สามารถวิเคราะห์หาระยะห่างระหว่างชั้นได้ ซึ่งพบพีกปรากฏที่ตำแหน่ง $2\theta = 10.75$ องศา หรือ ระยะห่างระหว่างชั้น (d-spacing) เท่ากับ 8.22 อังสตรอม จะเห็นว่าค่า d-spacing ของแกรฟีนออกไซด์มีค่าเพิ่มมากขึ้นเมื่อเทียบกับแกรไฟต์ เนื่องมาจากเกิดการแทรก (intercalate) ของหมู่ฟังก์ชันออกซิเจนระหว่างชั้น ดังแสดงในรูป 4.6 ซึ่งเป็นยืนยันผลของภาพถ่ายทางสัณฐานวิทยาในรูปที่ 4.4 ว่าลักษณะทางกายภาพและความห่างของชั้นของสารทั้งสองแตกต่างกัน

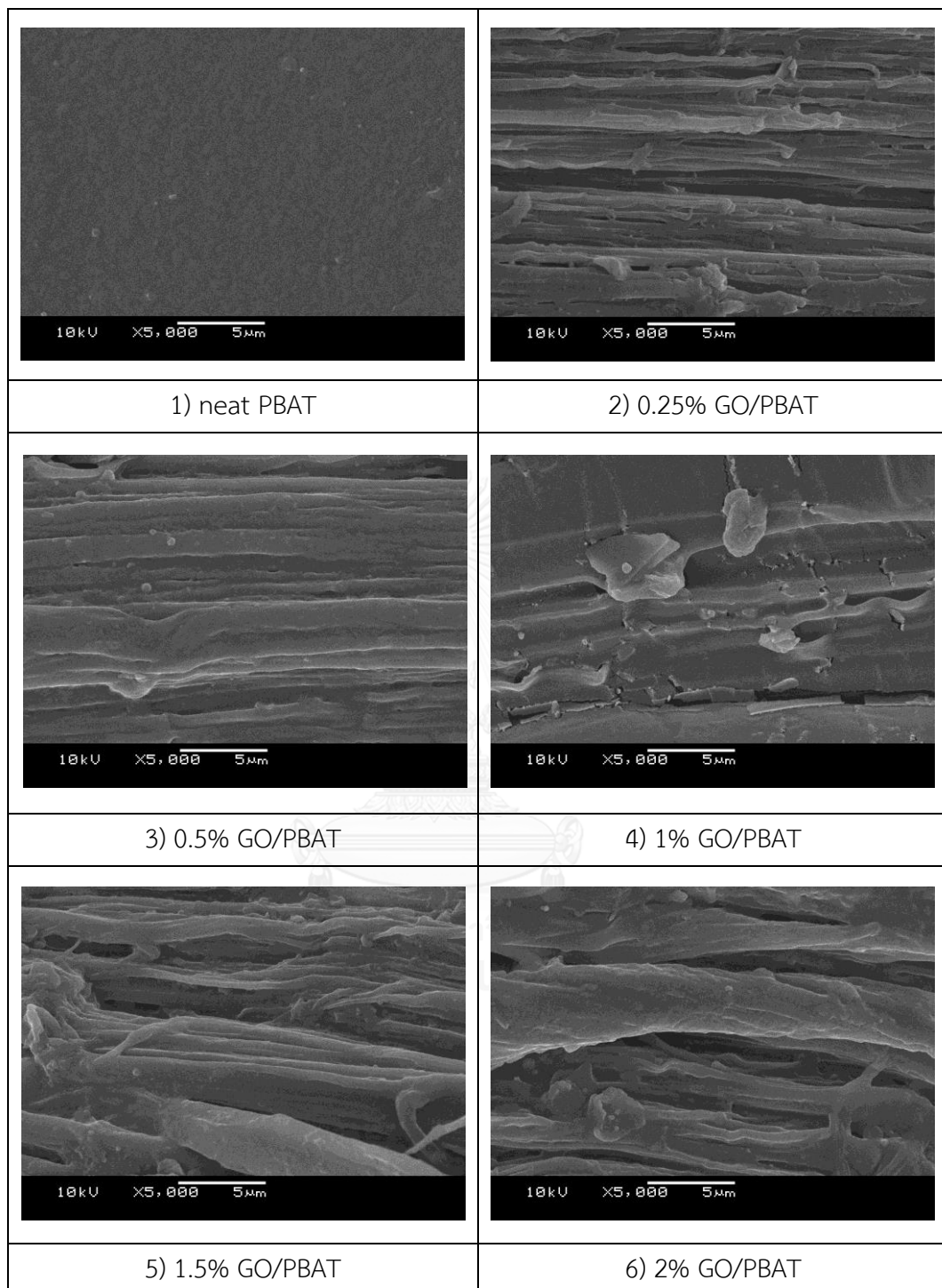


รูปที่ 4.7 ความแตกต่างของโครงสร้างระหว่างชั้นของแกรไฟต์และแกรฟีนออกไซด์ [33]

4.6 สมบัติของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต/แกรฟีนออกไซด์

4.6.1 สัณฐานวิทยาของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต/แกรฟีนออกไซด์

จากการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตซึ่งผ่านการเติมแกรฟีนออกไซด์ที่ร้อยละความเข้มข้นต่างๆ ตั้งแต่ 0, 0.25, 0.5, 1, 1.5 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 10,000 เท่า โดยใช้ชิ้นงานจากการทดสอบความทนแรงดึงมาส่องวิเคราะห์เชิงตัดขวางบริเวณรอยแตกหัก แสดงผลในรูปที่ 4.8 เพื่อสังเกตการกระจายตัวของอนุภาคแกรฟีนออกไซด์ในเนื้อพอลิเมอร์



รูปที่ 4.8 สัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวภาคตัดขวางของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์และฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตคอมพอสิต

จากรูปที่ 4.8 พบว่าฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์โคเทรฟเทเลตบริสุทธิ์ มีลักษณะพื้นผิวฟิล์มที่ขรุขระเล็กน้อย เมื่อเติมแกรฟีนออกไซด์ลงไปร้อยละ 0.25 และ 0.5 โดยน้ำหนัก พบว่าแกรฟีนออกไซด์กระจายตัวได้ดีในเนื้อพอลิเมอร์ แต่ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของฟิล์มเริ่มเปลี่ยนแปลงไปจากรูปเห็นว่าเนื้อพลาสติกที่ผสมแกรฟีนออกไซด์มีลักษณะเป็นเส้นริ้ว โดยหลังเพิ่มความเข้มข้นเป็นร้อยละ 1, 1.5 และ 2 โดยน้ำหนัก พบว่าลักษณะทางสัณฐานวิทยาฟิล์มคอมพอสิตเปลี่ยนแปลงไปอย่างมาก คาดว่าแกรฟีนออกไซด์ไปเปลี่ยนลักษณะการไหล (rheology) ของเมทริกซ์พอลิเมอร์ทำให้มีลักษณะคล้ายกับเส้นชั้นริ้ว (layer-alignment) ส่งผลให้สายโซ่พอลิเมอร์จัดตัวในทิศทางตามแนวเครื่องจักรมากขึ้น ช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้แก่ฟิล์ม ทั้งนี้คาดว่าเกิดอันตรกิริยาระหว่างพันธะไฮโดรเจนของหมู่ฟังก์ชันที่ผิวของแกรฟีนออกไซด์กับหมู่ออกซิเจนของพอลิเมอร์ ส่งผลให้แกรฟีนออกไซด์เข้ากันได้ดี เป็นเนื้อเดียวกันกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์โคเทรฟเทเลต [35]

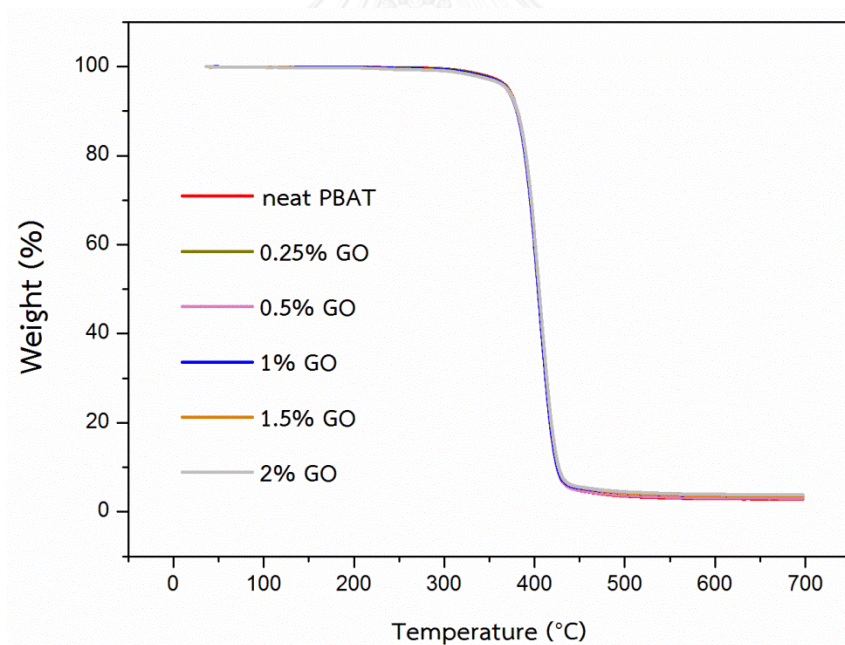
4.6.2 สมบัติทางความร้อนของฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์โคเทรฟเทเลต/แกรฟีนออกไซด์

4.6.2.1 อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์โคเทรฟเทเลต/แกรฟีนออกไซด์

ผลการวิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของฟิล์มคอมพอสิตของอุณหภูมิที่สารเริ่มเกิดการสลายตัว (T_{onset}) อุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวด้วยอัตราสูงที่สุด (T_{max}) และอุณหภูมิสุดท้ายที่เกิดการสลายตัว (T_{endset}) แสดงในตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.9

ตารางที่ 4.3 อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต
บริสุทธิ์และฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตคอมพอสิต

Sample	T _{onset} (°C)	T _{max} (°C)	T _{endset} (°C)	%Char
neat PBAT	384.1	406.4	423.0	2.9
0.25% GO/PBAT	383.9	406.2	423.0	3.1
0.5% GO/PBAT	383.9	405.7	422.7	3.1
1% GO/PBAT	384.0	405.7	422.8	3.5
1.5% GO/PBAT	383.7	405.7	422.6	3.5
2% GO/PBAT	384.0	405.6	422.4	3.8



รูปที่ 4.9 TGA เทอร์โมแกรมของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์และฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตคอมพอสิต

ผลการทดสอบเมื่อเติมแกรฟีนออกไซด์ลงไปที่มีความเข้มข้นต่างๆ พบว่า พอลิเมอร์ฟิล์มพอลิไควิโนลิดีนแอติเพตโคเทรฟเทเลตคอมพอสิตจะมีปริมาณชาร์ที่เหลือน้อยกว่าฟิล์มพอลิไควิโนลิดีนแอติเพตโคเทรฟเทเลตบริสุทธิ์เล็กน้อย นอกจากนี้อุณหภูมิที่สารเริ่มเกิดการสลายตัว อุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวด้วยอัตราสูงที่สุด และอุณหภูมิสุดท้ายที่เกิดการสลายตัวของฟิล์มพอลิไควิโนลิดีนแอติเพตโคเทรฟเทเลตคอมพอสิตมีค่าไม่แตกต่างจากฟิล์มพอลิไควิโนลิดีนแอติเพตโคเทรฟเทเลตบริสุทธิ์ เนื่องจากปริมาณแกรฟีนออกไซด์ที่เติมลงไปมีค่าน้อย ทำให้ไม่ส่งผลต่อความเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิไควิโนลิดีนแอติเพตโคเทรฟเทเลตคอมพอสิต ฟิล์มคอมพอสิตยังคงทนความร้อนได้ดีและสมบัติไม่เปลี่ยนแปลงหรือเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยที่ความร้อนสูง งานวิจัยของ Nantao และคณะ [36] ทดลองใส่แกรฟีนออกไซด์ลงในฟิล์มพอลิไควิโนลิดีนแอติเพตโคเทรฟเทเลตคอมพอสิตที่มีปริมาณแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 0.5 และ 1 โดยน้ำหนัก แล้วทดสอบอุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของฟิล์มพบว่า ปริมาณการเติมแกรฟีนออกไซด์ไม่มีผลต่อเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มเช่นเดียวกัน

4.6.2.2 อุณหภูมิหลอมเหลวผลึก อุณหภูมิการเกิดผลึก และปริมาณผลึกของฟิล์มพอลิไควิโนลิดีนแอติเพตโคเทรฟเทเลต/แกรฟีนออกไซด์

ผลของสมบัติทางความร้อนของพอลิไควิโนลิดีนแอติเพตโคเทรฟเทเลตคอมพอสิตด้วยเทคนิคดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี เพื่อศึกษาอุณหภูมิการเกิดผลึก อุณหภูมิหลอมเหลวผลึก และปริมาณผลึกของฟิล์มพอลิไควิโนลิดีนแอติเพตโคเทรฟเทเลต/แกรฟีนออกไซด์ ดังแสดงในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 อุณหภูมิการเกิดผลึก อุณหภูมิหลอมเหลวผลึก พลังงานการเกิดผลึกและปริมาณผลึกของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์และฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตคอมพอสิต

Sample	T_c (°C)	T_m (°C)	ΔH_c (Jg ⁻¹)	χ_c (%)
neat PBAT	77.5	121.6	14.7	12.9
0.25% GO/PBAT	88.0	124.7	14.3	12.5
0.5% GO/PBAT	89.5	124.9	13.7	12
1% GO/PBAT	90.7	125.1	13.1	11.7
1.5% GO/PBAT	91.1	125.7	13.1	11.7
2% GO/PBAT	92.2	125.9	13.0	11.4

งานวิจัยนี้ศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนในการให้ความร้อนขึ้นที่สอง เนื่องจากการให้ความร้อนแก่ฟิล์มในครั้งแรกนั้นจะเป็นการกำจัดประวัติทางความร้อน (thermal history) ที่เกิดขึ้นจากการผสมตัวอย่างและกระบวนการขึ้นรูปพอลิเมอร์ ทั้งนี้ด้วยภาวะที่วิเคราะห์ทำให้ไม่สามารถวิเคราะห์อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตได้

ผลทดสอบแสดงในตารางที่ 4.4 พบว่า อุณหภูมิการเกิดผลึกของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์อยู่ที่ 77.2 องศาเซลเซียส หลังจากเติมแกรฟีนออกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ พบว่าอุณหภูมิการเกิดผลึกมีค่าสูงขึ้นเมื่อปริมาณร้อยละของแกรฟีนออกไซด์เพิ่มขึ้น คาดว่าเป็นเพราะการเกิดอันตรกิริยาที่แข็งแรงและอันตรกิริยาระหว่างผิวแกรฟีนออกไซด์กับพอลิเมอร์ นอกจากนี้แกรฟีนออกไซด์ยังช่วยเหนี่ยวนำให้พอลิเมอร์ตกผลึกได้อย่างรวดเร็ว อุณหภูมิการเกิดผลึกจึงเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณแกรฟีนออกไซด์เพิ่มขึ้น

อุณหภูมิหลอมเหลวผลึกของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์เท่ากับ 121.61 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่าใกล้เคียงงานวิจัยของ Li และคณะ [7] ที่วิเคราะห์ค่าอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์ โดยค่าที่รายงานไว้คือ 122 องศาเซลเซียส ส่วนอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกของฟิล์มคอมพอสิตที่ความเข้มข้นของแกรฟีนออกไซด์

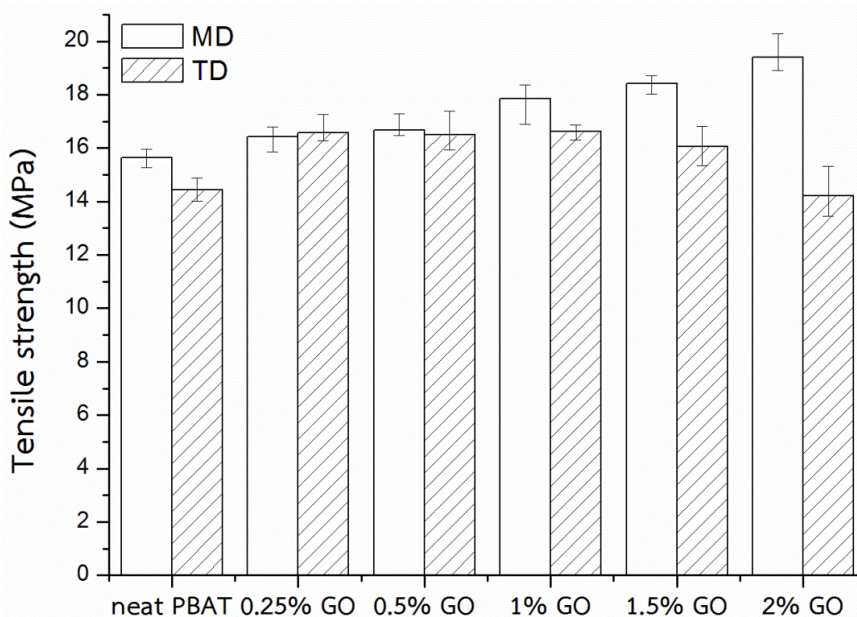
ต่างๆ นั้นพบว่า เมื่อร้อยละความเข้มข้นของแกรฟีนออกไซด์เพิ่มขึ้นส่งผลให้อุณหภูมิหลอมเหลวผลึกของฟิล์มคอมพอสิตเพิ่มขึ้นจากเดิมเล็กน้อยเมื่อเทียบกับพอลิไพลีเอทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์

ถัดมาพิจารณาพลังงานการเกิดผลึกของฟิล์มคอมพอสิตพบว่า เมื่อปริมาณแกรฟีนออกไซด์เพิ่มขึ้น ค่าพลังงานการเกิดผลึกมีค่าลดลงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับฟิล์มพอลิไพลีเอทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์ ส่วนค่าความเป็นผลึกของฟิล์มคอมพอสิต พบว่าปริมาณความเป็นผลึกของฟิล์มพอลิไพลีเอทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์ มีค่าประมาณ 12.9% แต่เมื่อเติมแกรฟีนออกไซด์ลงไปส่งผลให้ค่าปริมาณความเป็นผลึกของฟิล์มคอมพอสิตมีแนวโน้มที่ลดลงพบว่า ที่ร้อยละ 2 ของแกรฟีนออกไซด์ ปริมาณความเป็นผลึกมีค่า 11.4% ซึ่งการลดลงนี้ถือว่าน้อยมากจนถือว่าไม่เปลี่ยนแปลง จึงไม่ส่งผลต่อสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ ซึ่งคาดว่าแกรฟีนออกไซด์ไม่ได้มีบทบาทที่โดดเด่นในแง่ปริมาณการตกผลึก เพียงแค่ช่วยให้พอลิเมอร์เกิดผลึกได้เร็วขึ้นเท่านั้น โดยเหตุผลสำคัญที่ทำให้การเสริมแรงเกิดขึ้นนั้นมาจากการเข้ากันได้ดีเป็นเนื้อเดียวกันของสาร ทำให้เกิดอันตรกิริยาระหว่างผิวหน้าที่แข็งแรงระหว่างพอลิเมอร์กับแกรฟีนออกไซด์ และรูปร่างลักษณะของแกรฟีนออกไซด์ [37]

4.6.3 สมบัติเชิงกลของฟิล์มพอลิไพลีเอทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต/แกรฟีนออกไซด์

4.6.3.1 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิไพลีเอทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต/แกรฟีนออกไซด์

ชิ้นงานฟิล์มพอลิไพลีเอทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตคอมพอสิตที่ได้จากการนำคอมพาวนด์ของพอลิไพลีเอทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตที่เติมแกรฟีนออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละต่างๆ ตั้งแต่ 0, 0.25, 0.5, 1, 1.5 และ 2 ขึ้นรูปเป็นฟิล์มด้วยเครื่องรีดหล่อฟิล์มมาทดสอบสมบัติความทนแรงดึงในทิศทางตามแนวเครื่องจักร (machine direction, MD) และในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร (transverse direction, TD) ของฟิล์ม โดยเครื่องทดสอบเนกประสงค์ ภายใต้ load cell ขนาด 10 นิวตัน และใช้อัตราเร็วในการดึง 500 มิลลิเมตรต่อนาที แสดงในรูปที่ 4.10



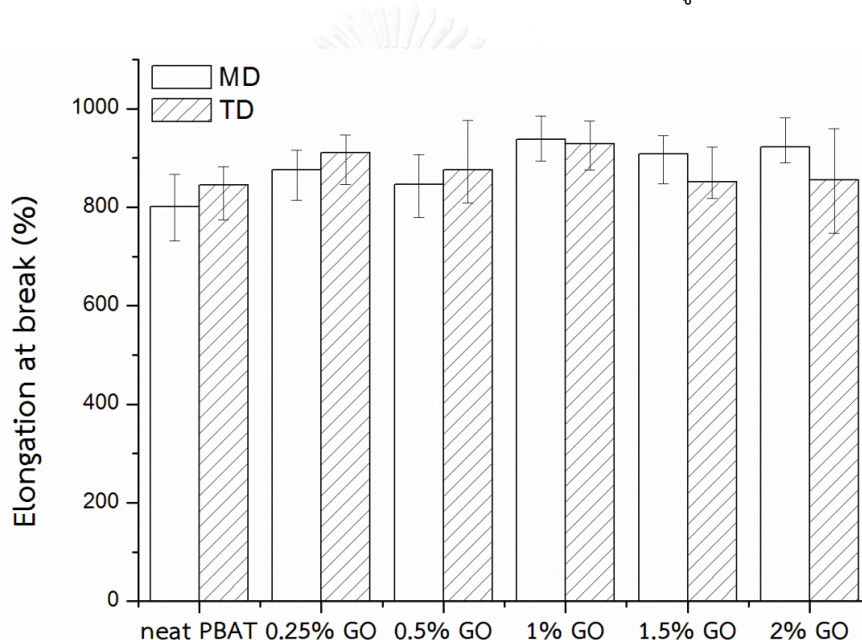
รูปที่ 4.10 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแทเลต/แกรฟีนออกไซด์ในทิศทางตามแนวเครื่องจักรและทิศทางขวางแนวเครื่องจักร

จากผลการทดสอบพบว่าเมื่อเติมแกรฟีนออกไซด์ลงไปจะมีค่าความทนแรงดึงที่เพิ่มขึ้น โดยความทนแรงดึงมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นทั้งในทิศทางตามแนวเครื่องจักรและในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร ในกรณีทิศทางตามแนวเครื่องจักรพบว่าฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแทเลตคอมบริสุทรีค่าความทนแรงดึงอยู่ที่ 15.6 MPa และหลังจากใส่แกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 0.25, 0.5, 1, 1.5 และ 2 โดยน้ำหนักพบว่า ค่าความทนแรงดึงมีค่าสูงขึ้นฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแทเลตคอมบริสุทรีและมีค่าสูงสุดที่ปริมาณการเติมร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ส่งผลให้ค่าความทนแรงดึงเพิ่มขึ้นเป็น 19.5 MPa หรือ 25% จากเดิม ทั้งนี้คาดว่าแกรฟีนออกไซด์กระจายตัวดีและสม่ำเสมอทั่วทั้งเนื้อพอลิเมอร์สามารถกระจายแรงที่มากระทำได้ดี แสดงถึงอันตรกิริยาที่ดีระหว่างแกรฟีนออกไซด์และพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแทเลต (filler-polymer interaction) นอกจากนี้ลักษณะที่เป็นแท่งบางของแกรฟีนออกไซด์ ทำให้เป็นสารตัวเติมที่มีอัตราส่วนระหว่างความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลางสูง (aspect ratio) ผสมกับพลาสติกหลอมเหลวจะทำให้ความหนืดสูงขึ้น และเมื่อฟิล์มถูกดึงยืดขณะกระบวนการขึ้นรูปจะทำให้อนุภาคของแกรฟีนออกไซด์จัดเรียงตัวตามทิศทางตามแนวเครื่องจักรมากขึ้น เกิดการเสริมตามแนวแรงทำให้ช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับฟิล์มคอมพอสิต [38] กรณีทิศทางขวางแนวเครื่องจักรพบว่าค่าความทนแรงดึงมีค่าเพิ่มขึ้น ปริมาณการเติมแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก จะให้ค่า

ความทนแรงดึงที่สูงที่สุด และเมื่อเพิ่มปริมาณแกรฟีนออกไซด์มากกว่านี้จะส่งผลให้ค่าความทนแรงดึงมีค่าลดลง ทั้งนี้คาดว่า เป็นผลจากการเปลี่ยนแปลงของสัณฐานวิทยา ซึ่งจัดตัวแนวทิศทางตามแนวเครื่องจักรมากขึ้นเมื่อปริมาณแกรฟีนออกไซด์มากขึ้น ส่งผลให้ฟิล์มในทิศทางขวางแนวเครื่องจักรเกิดการเปราะและขาดง่าย ค่าความทนแรงดึงจึงมีค่าลดลง

4.6.3.2 การยืดตัว ณ จุดขาดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต/แกรฟีนออกไซด์

ผลของปริมาณการเติมแกรฟีนออกไซด์ต่อการยืดตัว ณ จุดขาดของฟิล์มคอมพอสิตในทิศทางตามแนวเครื่องจักรและในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร แสดงในรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.11 การยืดตัว ณ จุดขาดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต/แกรฟีนออกไซด์ในทิศทางตามแนวเครื่องจักรและทิศทางขวางแนวเครื่องจักร

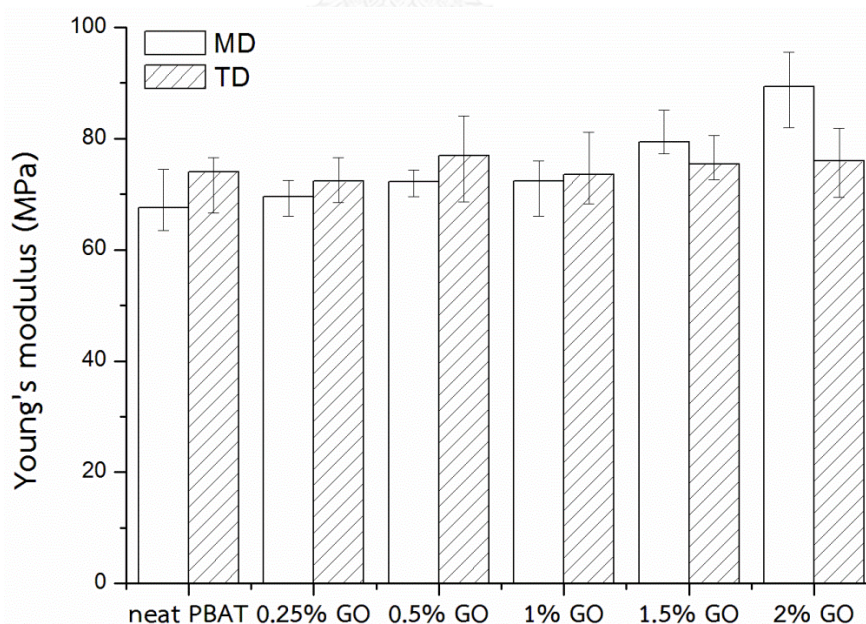
จากการทดสอบพบว่าพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์มีค่าการยืดตัว ณ จุดขาดที่สูงมากคือประมาณ 800% หลังจากเติมแกรฟีนออกไซด์ลงไปพบว่า ในทิศทางตามแนวเครื่องจักรมีค่าการยืดตัว ณ จุดขาดเพิ่มขึ้นจากฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์ และมีค่าสูงสุดที่ปริมาณแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ทั้งนี้คาดว่าเกิดจากการกระจายตัวได้ดีในเนื้อพอลิเมอร์และไม่เกิดการกลับมารวมตัวกัน จึงไม่ขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่พอลิเมอร์

ส่วนในทิศทางขวางแนวเครื่องจักรพบว่า ค่าการยืดตัว ณ จุดขาดพบว่าการเติมแกรฟีนออกไซด์ไม่ส่งผลที่แตกต่างมากนัก อย่างไรก็ตามปริมาณการเติมร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ส่งผลให้ค่าการยืดตัว ณ จุดขาดสูงที่สุด ทั้งนี้คาดว่าด้วยลักษณะเฉพาะของพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตที่มีความเหนียวและความยืดหยุ่นที่สูงมาก ประกอบกับปริมาณแกรฟีนออกไซด์ที่เติมลงไปมีปริมาณน้อย ทำให้ค่าการยืดตัว ณ จุดขาดของฟิล์มเปลี่ยนแปลงไปไม่มาก

4.6.3.3 ยังส์มอดุลัสของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต/แกรฟีน

ออกไซด์

ยังส์มอดุลัส คือ อัตราส่วนของความเค้น (stress) ต่อความเครียด (strain) ในช่วงที่อัตราการเปลี่ยนแปลงไปคงที่ เป็นค่าที่บอกความสามารถในการคงรูปของวัสดุ กล่าวคือถ้าวัสดุมีค่ายังส์มอดุลัสมาก วัสดุนั้นจะมีความต้านทานการเปลี่ยนรูปหรือมีการเปลี่ยนแปลงความยาวน้อยเมื่อมีความเค้นมากระทำ โดยผลของปริมาณการเติมแกรฟีนออกไซด์ต่อยังส์มอดุลัสของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตคอมพอสิตในทิศทางตามแนวเครื่องจักรและในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร แสดงในรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.12 ยังส์มอดุลัสของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต/แกรฟีนออกไซด์ใน

ทิศทางตามแนวเครื่องจักรและทิศทางขวางแนวเครื่องจักร

ผลการทดสอบกรณีของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตคอมพอสิตในทิศทางตามแนวเครื่องจักรพบว่า ค่ายังส์มอดุลัสของฟิล์มคอมพอสิตมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณแกรฟีนออกไซด์เพิ่มขึ้น และมีค่าสูงสุดที่ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ส่งผลให้ค่ายังส์มอดุลัสเพิ่มขึ้นจากเดิม 32% แต่ในทิศทางขวางแนวเครื่องจักรนั้นพบว่า เมื่อปริมาณแกรฟีนออกไซด์เพิ่มขึ้น ค่ายังส์มอดุลัสของฟิล์มคอมพอสิตเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์ คาดว่าแกรฟีนออกไซด์ส่งผลให้การจัดเรียงตัวของสายโซ่พอลิเมอร์ในทิศทางตามแนวเครื่องจักรที่เพิ่มขึ้น จึงไม่ช่วยในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร ค่ายังส์มอดุลัสจึงเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย

ตารางที่ 4.5 ความทนแรงดึง การยืดตัว ณ จุดขาดของฟิล์ม และยังส์มอดุลัสของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต/แกรฟีนออกไซด์ในทิศทางตามแนวเครื่องจักรและในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร

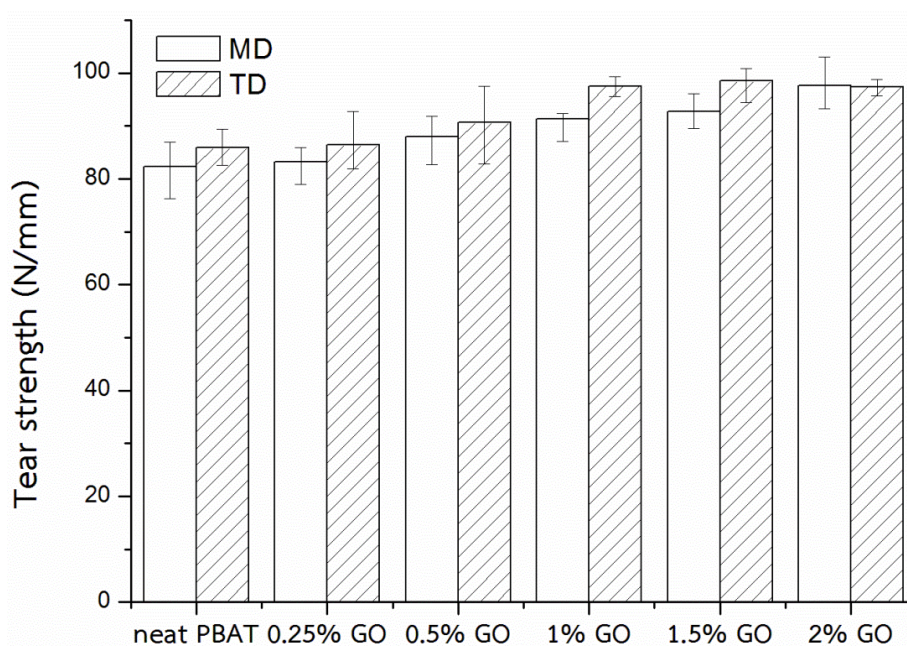
GO (%wt)	Tensile strength (MPa)		Elongation at break (%)		Young's modulus (MPa)	
	MD	TD	MD	TD	MD	TD
0	15.6±0.3 (a)	14.4±0.5 (a)	801.7±61.1 (a)	845.5±50.0 (a)	67.5±4.5 (a)	74.0±4.3 (a)
0.25%	16.4±0.4 (b)	16.6±0.8 (b)	875.3±40.5 (b,d)	910.4±39.2 (a,b)	69.5±2.4 (a)	72.3±2.9 (a)
0.5%	16.6±0.3 (b)	16.5±0.6 (b)	845.8±49.0 (a,b)	876.4±66.5 (a,b)	72.2±1.9 (a)	76.9±5.5 (a)
1%	17.8±0.6 (c)	16.6±0.2 (b)	938.2±36.9 (c)	928.9±37.9 (b)	72.3±4.4 (a)	73.5±5.0 (a)
1.5%	18.4±0.3 (d)	16.1±0.5 (b)	908.5±37.2 (c,d)	850.7±43.6 (a)	79.4±5.0 (b)	75.4±3.0 (a)
2%	19.4±0.5 (e)	14.2±0.7 (a)	921.6±47.2 (c,d)	855.4±77.5 (a)	89.3±4.2 (c)	75.9±4.6 (a)

หมายเหตุ – ตัวอักษรล่างค่าเฉลี่ย (a,b,c,d) ในแต่ละคอลัมน์บ่งบอกถึงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) หากตัวอักษรเหมือนกันหมายถึงค่าเฉลี่ยไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ แต่ถ้าตัวอักษรต่างกันหมายถึงค่าเฉลี่ยมีค่าแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

4.6.3.4 ความทนแรงฉีกขาดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต/แกรฟีน

ออกไซด์

ความทนแรงฉีกขาดเป็นการวัดแรงกระทำที่ทำให้ตัวอย่างทดสอบฉีกขาด โดยงานวิจัยนี้ศึกษาในรูปแบบการฉีกขาดต่อเนื่อง (tear propagation) ซึ่งเป็นการวัดแรงที่ใช้ในการฉีก ตัวอย่างทดสอบที่มีรอยฉีกอยู่แล้วตามระยะที่กำหนด ด้วยเครื่องทดสอบอเนกประสงค์ ภายใต้ load cell ขนาด 10 นิวตัน อัตราการดึงคงที่ที่ 500 มิลลิเมตรต่อนาที แสดงในรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.13 ความทนแรงฉีกขาดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต/แกรฟีน

ออกไซด์ในทิศทางตามแนวเครื่องจักรและทิศทางขวางแนวเครื่องจักร

ผลการทดสอบความทนแรงฉีกขาดของฟิล์มพอลิবিวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแพเลต/
แกรฟีนออกไซด์ในทิศทางตามแนวเครื่องจักรและในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร แสดงในตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 ความทนแรงฉีกขาดของฟิล์มพอลิবিวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟแพเลต/แกรฟีนออกไซด์ใน
ทิศทางตามแนวเครื่องจักรและในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร

GO (%wt)	Tear strength (N/mm)	
	MD	TD
0	82.3±4.4 (a)	85.8±3.9 (a)
0.25	83.1±3.9 (a,b)	86.4±3.9 (a,b)
0.5	87.9±5.0 (b,c)	90.6±5.7 (b)
1	91.3±3.4 (c)	97.5±2.0 (c)
1.5	92.7±2.5 (c,d)	98.4±2.4 (c)
2	97.6±4.9 (d)	97.4±1.4 (c)

หมายเหตุ – ตัวอักษรค่าเฉลี่ย (a,b,c,d) ในแต่ละคอลัมน์บ่งบอกถึงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ
($P < 0.05$) หากตัวอักษรเหมือนกันหมายถึงค่าเฉลี่ยไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ แต่ถ้าตัวอักษรต่างกัน
หมายถึงค่าเฉลี่ยมีค่าแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

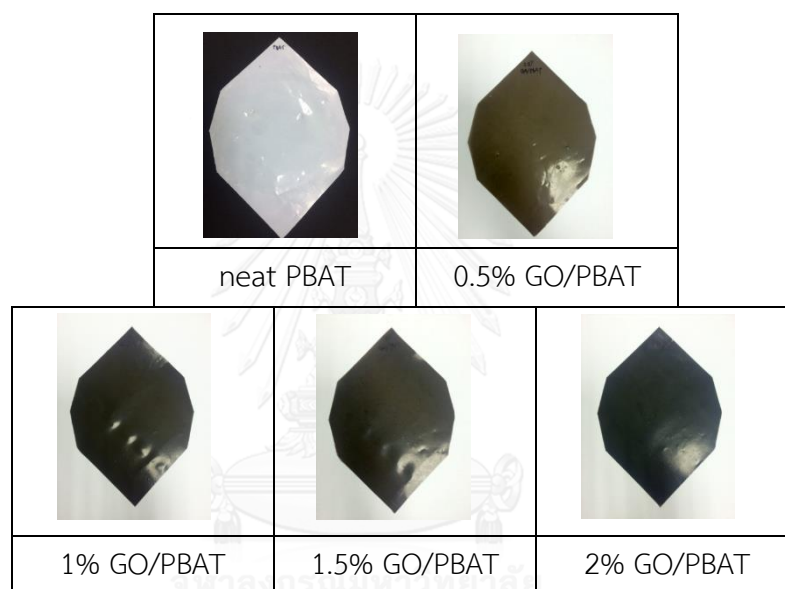
ผลทดสอบพบว่าฟิล์มที่มีการเติมแกรฟีนออกไซด์ ค่าความทนแรงฉีกขาดของฟิล์มคอมพอสิต
สูงขึ้นทั้งในทิศทางตามแนวเครื่องจักรและในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร โดยมีค่าความทนแรงฉีกขาด
สูงสุดที่ปริมาณการเติมแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก สูงขึ้นจากฟิล์มพอลิবিวทิลีนแอดิเพตโค
เทรฟแพเลตบริสุทธิ์ 18.5% และ 13.5% ตามลำดับ คาดว่าการเติมแกรฟีนออกไซด์ช่วยเสริมแรง
ให้กับพอลิเมอร์ ทำให้ความแข็งแรงของฟิล์มคอมพอสิตดีขึ้น สามารถรับแรงที่กระทำได้มากขึ้น
ดังนั้นการทำให้ฟิล์มฉีกขาดจึงต้องใช้แรงกระทำที่มากขึ้น สอดคล้องกับผลการทดสอบความทนแรงดึง
ประกอบกับแกรฟีนออกไซด์ที่กระจายตัวอยู่ช่วยขัดขวางการฉีกขาด ซึ่งช่วยให้ทิศทางการฉีกขาดที่
เกิดขึ้นเปลี่ยนไปจากเดิม ทำให้ต้องใช้แรงกระทำที่มากขึ้นเพื่อให้เกิดการฉีกขาดต่อไป

กรณีในทิศทางขวางแนวเครื่องจักรพบว่าโดยรวมมีค่าความทนแรงฉีกขาดสูงกว่าทิศทางตาม
แนวเครื่องจักร เนื่องจากฟิล์มในทิศทางตามแนวเครื่องจักรมีการจัดเรียงตัวของโซ่พอลิเมอร์ขนาน
กับทิศทางการฉีกขาด ทำให้เกิดการฉีกขาดได้ง่ายเมื่อมีแรงกระทำตรงรอยที่ฉีกไว้ ส่งผลให้ความทน

แรงฉีกขาดในทิศทางตามแนวเครื่องจักรมีค่าน้อยกว่าความทนแรงฉีกขาดในทิศทางขวางแนวเครื่องจักรที่มีการจัดเรียงตัวของสายโซ่พอลิเมอร์ตั้งฉากกับทิศทางการฉีกขาด

4.6.4 การซึมผ่านของก๊าซออกซิเจน

รูปที่ 4.14 แสดงการตัดฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต/แกรฟีนออกไซด์ที่ปริมาณแกรฟีนออกไซด์ร้อยละต่างๆ ตามรูปแบบที่ใช้สำหรับทดสอบโดยเฉพาะตามมาตรฐานการทดสอบ ASTM D3985 ด้วยเครื่องวัดการผ่านของก๊าซออกซิเจน OX-TRAN รุ่น 1/50 ผลการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 4.7



รูปที่ 4.14 ตัวอย่างฟิล์มพลาสติกที่ปริมาณแกรฟีนออกไซด์ร้อยละต่างๆ

ตารางที่ 4.7 การซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต/แกรฟีนออกไซด์

GO (%wt)	OTR ($\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{day}$)
0	378
0.5	357
1	332
1.5	313
2	338

จากผลการทดสอบพบว่าเมื่อเติมแกรฟีนออกไซด์ลงไปพบว่าอัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนของฟิล์มคอมพอสิตลดลงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์ ทั้งนี้คาดว่าอนุภาคแกรฟีนออกไซด์กระจายตัวสม่ำเสมอในเนื้อพอลิเมอร์ช่วยให้การซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนลดลง เนื่องจากการจัดเรียงตัวของอนุภาคแกรฟีนออกไซด์ทำให้การซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนต้องผ่านเส้นทางคดเคี้ยว (tortuous path) ทำให้ระยะทางการแพร่ของก๊าซเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์ อัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนจึงมีค่าลดลงจากเดิม [39]

แต่อย่างไรก็ตามที่ปริมาณการเติมแกรฟีนออกไซด์ที่ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักนั้นพบว่า อัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนมีค่าสูงขึ้นเล็กน้อยเมื่อเทียบกับแกรฟีนออกไซด์ที่ร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก คาดว่าแกรฟีนออกไซด์ที่ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก แกรฟีนออกไซด์อาจเกิดการเกาะกลุ่ม (agglomeration) เส้นทางคดเคี้ยวระหว่างฟิลเลอร์กับเมทริกซ์ลดลง ส่งผลให้ช่องว่างในเมทริกซ์กว้างขึ้น ก๊าซออกซิเจนจึงแพร่ได้ดีกว่า อัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนจึงเพิ่มขึ้นเล็กน้อย

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อศึกษาผลของปริมาณของแกรฟีนออกไซด์ที่ใช้เป็นสารตัวเติมให้กับพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตต่อสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และสัญญาณวิทยาของพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตคอมพอสิต โดยเริ่มจากการเตรียมมาสเตอร์แบตช์ที่มีปริมาณของแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วม นำมาสเตอร์แบตช์มาเตรียมพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตคอมพาวนด์ด้วยการผสมแบบหลอมเหลวกับพลาสติกพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตบริสุทธิ์ด้วยเครื่องอัดรีดสกรูคู่ให้ได้อัตราส่วนของแกรฟีนออกไซด์ในปริมาณร้อยละ 0, 0.25, 0.5, 1, 1.5 และ 2 โดยน้ำหนัก แล้วขึ้นรูปเป็นฟิล์มคอมพอสิตด้วยเครื่องรีดหล่อฟิล์ม จากผลการทดลองสามารถสรุปผลได้ดังนี้

5.1.1 แกรฟีนออกไซด์ถูกเตรียมจากแกรไฟต์ในปริมาณที่มากพอสำหรับใช้เป็นสารตัวเติมให้แก่พอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต

5.1.2 ผลการทดสอบพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตที่เสริมแรงด้วยแกรฟีนออกไซด์หลังขึ้นรูปเป็นฟิล์มคอมพอสิตพบว่า ในทิศทางตามแนวเครื่องจักรและทิศทางขวางแนวเครื่องจักร ค่าความทนแรงดึง ยังสัมพันธ์ และค่าความทนแรงฉีกขาดของฟิล์มคอมพอสิตเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของแกรฟีนออกไซด์เพิ่มขึ้น โดยการเติมแกรฟีนออกไซด์ที่ร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนักพบว่า เป็นอัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดภายใต้ภาวะที่ทดสอบ และผลการยึดตัว ณ จุดขาดพบว่า ที่ปริมาณการเติมแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนักให้ค่าสูงสุด

5.1.3 โดยรวมแล้วพบว่า ฟิล์มคอมพอสิตในทิศทางตามแนวเครื่องจักรมีค่าความทนแรงดึงและยังสัมพันธ์สูงกว่าฟิล์มในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร แต่ในกรณีความทนแรงฉีกขาดพบว่าในทิศทางขวางแนวเครื่องจักรสูงมีความทนแรงฉีกขาดสูงกว่าในทิศทางตามแนวเครื่องจักร

5.1.4 การทดสอบสมบัติทางความร้อนพบว่า การเติมแกรฟีนออกไซด์ไม่ส่งผลต่อเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มคอมพอสิต และพบว่าแกรฟีนออกไซด์ไม่มีบทบาทต่อการก่อผลึกของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลต เพียงแต่ช่วยให้ผลึกเกิดเร็วขึ้นกว่าเดิมเท่านั้น

5.1.5 ผลการทดสอบสมบัติการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจน พบว่าการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนของฟิล์มคอมพอสิตมีค่าลดลงเล็กน้อย

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ศึกษาความเป็นไปได้ในการเพิ่มปริมาณการเติมแกรฟีนออกไซด์ในฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพทาเลต เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อนให้ดีขึ้น โดยเพิ่มระยะเวลาในการสังเคราะห์ละลายแกรฟีนออกไซด์ด้วยคลื่นความถี่สูงให้นานกว่าเดิม

5.2.2 ศึกษาการปรับปรุงสมบัติการนำไฟฟ้าของพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพทาเลตโดยผสมกับแกรฟีนเพื่อประยุกต์ในบรรจุภัณฑ์ด้านไฟฟ้าสถิต



รายการอ้างอิง

- [1] Packaging industrial intelligence unit. โอกาสทางการตลาดของบรรจุภัณฑ์แตกสลายได้ทางชีวภาพ 2016 [30 April 2016]. Available from: http://packaging.oie.go.th/admin_control/analysis_file/9321586074.pdf.
- [2] สถาบันเหล็กและเหล็กกล้าแห่งประเทศไทย. การศึกษาสถานภาพการประกอบธุรกิจของกลุ่มอุตสาหกรรมเครื่องจักรอุตสาหกรรมยางและพลาสติก 2015 [30 April 2016]. Available from: <http://miu.isit.or.th/MIUx/box/Download/153/รายงานการศึกษาสถานภาพการประกอบธุรกิจของเครื่องจักรอุตสาหกรรมพลาสติก.pdf>.
- [3] สถาบันพลาสติก. ไปโอพลาสติก พอลิเมอร์แห่งอนาคต 2013 [1 May 2016]. Available from: http://www.thaiplastics.org/content_attachment/attach/plastics_foresight_vol.8_.pdf.
- [4] Wang, H., Wei, D., Zheng, A. and Xiao, H. Soil burial biodegradation of antimicrobial biodegradable PBAT films. *Polymer Degradation and Stability*. 2015; 116: 14-22.
- [5] Diaz, A., Katsarava, R. and Puiggali, J. Synthesis, properties and applications of biodegradable polymers derived from diols and dicarboxylic acids: from polyesters to poly(ester amide)s. *International Journal of Molecular Sciences*. 2014; 15(5): 7064-7123.
- [6] Bonté, N., Raquez, J.M., Degée, Ph. and Dubois, Ph. Biodegradable polymeric materials based on thermoplasticized starch and poly(butylene adipate-co-terephthalate) in sustainable applications. 2006 [18 October 2015]. Available from: <http://morris.umh.ac.be/smpc/poster/2006-BPG-NOBO.pdf>.
- [7] Li, G., Shankar, S., Rhim, J-W. and Oh, B.Y. Effects of preparation method on properties of poly(butylene adipate-co-terephthalate) films. *Food Science and Biotechnology*. 2015; 24(5): 1679-1685.
- [8] สุภาสินี ลิ้มปานานุกาภาพ ซีท. เอกสารประกอบการสอน วัสดุศาสตร์ขั้นแนะนำ บทที่ 10 [3 May 2016]. Available from: <https://www.yumpu.com/fr/document/view/48945252/10-19>.
- [9] หฤทกัศ กীরดีเสวี. ภาพรวมของวัสดุเชิงประกอบ. *วิศวกรรมสาร มก.* 2009; 22(70): 18-32.

- [10] อรุษา สรวารี. สารเติมแต่งพอลิเมอร์: โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2003.
- [11] Kuila, T., Bose, S., Mishra, A.K., Khanra, P., Kim and N.H., Lee, J.H. Chemical functionalization of graphene and its applications. *Progress in Materials Science*. 2012; 57(7): 1061-105.
- [12] Kim, H., Abdala, A.A., and Macosko, C.W. Graphene/Polymer Nanocomposites. *Macromolecules*. 2010; 43(16): 6515-6530.
- [13] Gao, W. The Chemistry of Graphene Oxide. In: Gao W, editor. *Graphene Oxide: Reduction Recipes, Spectroscopy, and Applications*. Cham: Springer International Publishing; 2015. p. 61-95.
- [14] Svendsen, EM. Graphene Oxide as Reinforcement in Epoxy Based Nanocomposites: Norwegian University of Science and Technology 2014 [28 April 2016]. Available from: <http://hdl.handle.net/11250/2351737>
- [15] Dreyer, DR., Park, S., Bielawski, C.W. and Ruoff, R.S. The chemistry of graphene oxide. *Chemical Society reviews*. 2010; 39(1): 228-40.
- [16] Dimiev, A.M. and Tour, JM. Mechanism of Graphene Oxide Formation. *ACS Nano*. 2014; 8(3): 3060-3068.
- [17] Morimune, S., Nishino, T. and Goto, T. Poly(vinyl alcohol)/graphene oxide nanocomposites prepared by a simple eco-process. *Polym J*. 2012; 44(10): 1056-63.
- [18] Wan, C. and Chen, B. Reinforcement of biodegradable poly(butylene succinate) with low loadings of graphene oxide. *Journal of Applied Polymer Science*. 2013; 127(6): 5094-5099.
- [19] ดรชชนี พัทธวรากร. เอกสารประกอบการสอนวิชาเทคโนโลยีกระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์พอลิเมอร์ (Polymer Processing Technology) 2013 [23 May 2016]. Available from: epg.science.cmu.ac.th/induschem/article-download.php?id=1529.
- [20] Pollock, W.C., Grossman, S.A. and Owens, .AH. Polymeric drug delivery systems and thermoplastic extrusion processes for producing such systems. Google Patents; 2010.
- [21] อนรรฆ สุวรรณรัตน์. การศึกษาการหยุดเสียของเครื่องฉีดพลาสติก [ปริญญาานิพนธ์มหาบัณฑิต]: มหาวิทยาลัยสยาม; 2015.
- [22] เจริญ นาคะสรรค์. กระบวนการแปรรูปพลาสติก. กรุงเทพมหานคร: นิติธรรม; 1999.

- [23] Giles, Jr. H.F., Wagner, Jr. J.R. and Mount. Iii. E.M. 11-Twin Screw Extruder Equipment. Extrusion. Norwich, NY: William Andrew Publishing; 2005. p. 95-113.
- [24] Tutorvista. Coagulation and Flocculation 2005 [19 November 2015]. Available from: <http://images.tutorvista.com/cms/images/38/coagulation.png>.
- [25] เลิศศิษย์ อุตสาหกรรม. การเอกซ์ทรูดแผ่นและฟิล์มพลาสติก 2007 [24 May 2016]. Available from: <http://www.lertsit.co.th/pro-a.html>.
- [26] กรมพัฒนาพลังงานทดแทนและอนุรักษ์พลังงาน กระทรวงพลังงาน. บทที่ 2 การจำแนกและการจัดกลุ่มอุตสาหกรรมพลาสติก [6 April 2016]. Available from: <http://www2.dede.go.th/kmberc/datacenter/factory/plastic/chapter1-2.pdf>.
- [27] เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตรี. เอกสารประกอบการสอนวิชาฟิล์ม. กรุงเทพมหานคร: จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2003.
- [28] มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี. ฟิล์มพลาสติก สำหรับบรรจุภัณฑ์อาหาร 2004 [30 May 2016]. Available from: mis.rmutt.ac.th/sme/Details/InvestmentExamples/I055.doc.
- [29] Hummer, W. and Offeman, R. Preparation of Graphitic Oxide. *Journal of the American Chemical Society*. 1958; 80: 1339.
- [30] Paredes, J.I., Villar, R.S., Martinez, A.A, and Tascón, J.M.D. Graphene Oxide Dispersions in Organic Solvents. *Langmuir*. 2008; 24(19): 10560-10564.
- [31] Huang, H.D., Ren, P.G., Xu, J.Z., Xu, L., Zhong, G.J., Hsiao, B.S., and Li, Z.M. Improved barrier properties of poly(lactic acid) with randomly dispersed graphene oxide nanosheets. *Journal of Membrane Science*. 2014; 464: 110-118.
- [32] Konios, D., Stylianakis, M.M., Stratakis, E. and Kymakis, E. Dispersion behaviour of graphene oxide and reduced graphene oxide. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2014; 430: 108-112.
- [33] An, X., Ma, H., Liu, B. and Wang, J. Graphene Oxide Reinforced Poly(lactic acid) /Polyurethane Antibacterial Composites. *Journal of Nanomaterials*. 2013; 2013: 1-7.
- [34] Moon, I.K., Lee, J., Ruoff, R.S. and Lee, H. Reduced graphene oxide by chemical graphitization. *Nature Communications*. 2010; 1: 73.

- [35] Koratkar, N.A.. Graphene in composite materials: synthesis, characterization and applications. : DEStech Publications, Inc.; 2013.
- [36] Hu, N., Wei, L., Wang, Y., Gao, R., Chai, J., Yang, Z., Kong, E.S.W and Zhang, Y. Graphene oxide reinforced polyimide nanocomposites via In Situ Polymerization. Journal of Nanoscience and Nanotechnology. 2012; 12(1): 173-8.
- [37] Wang, X., Yang, H., Song, L., Hu, Y., Xing, W., and Lu, H. Morphology, mechanical and thermal properties of graphene-reinforced poly(butylene succinate) nanocomposites. Composites Science and Technology. 2011; 72(1): 1-6.
- [38] วชิรี ธรรมราภา และ สมศักดิ์ วรมงคลชัย. ผลของออร์กาโนเคลย์ที่มีต่อสมบัติเชิงกล และ สมบัติทางความร้อนของฟิล์มเป่าเทอร์โมพลาสติกสตาโรซ. The 12th National Graduate Research Conference; Khon Kaen University 2009.
- [39] Szymczyk, A., Paszkiewicz, S., Pawelec, I., Lisiecki, S., Jotko, M., Špitalský, Z., Mosnáček, J. and Rostaniec, Z. Oxygen barrier properties and melt crystallization behavior of poly(ethylene terephthalate)/graphene oxide nanocomposites. Journal of Nanomaterials. 2015; 2015: 1-10.



ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาคผนวก ก
ขนาดอนุภาคของแกรไฟีนออกไซด์

ตาราง ก-1 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคแกรไฟีนออกไซด์

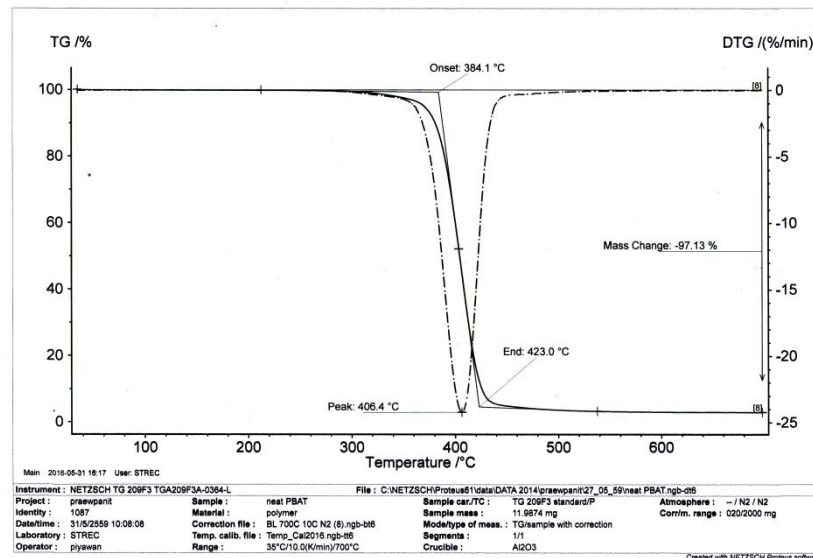
Size (μm)	Volume (%)	Size (μm)	Volume (%)
0.01	0	0.182	0
0.011	0	0.209	0
0.013	0	0.24	0
0.015	0	0.275	0
0.017	0	0.316	0
0.02	0	0.363	0
0.023	0	0.417	0
0.026	0	0.479	0
0.03	0	0.55	0
0.035	0	0.631	0
0.04	0	0.724	0.03
0.046	0	0.832	0.1
0.052	0	0.955	0.24
0.06	0	1.096	0.38
0.069	0	1.259	0.54
0.079	0	1.445	0.7
0.091	0	1.66	0.83
0.105	0	1.905	0.91
0.12	0	2.188	0.94
0.138	0	2.512	0.93
0.158	0	2.884	0.93

Size (μm)	Volume (%)	Size (μm)	Volume (%)
3.311	1.01	120.226	0
3.802	1.26	138.038	0
4.365	1.77	158.489	0
5.012	2.55	181.97	0
5.754	3.61	208.93	0
6.607	4.8	239.883	0
7.586	6	275.423	0
8.71	7.02	316.228	0
10	7.76	363.078	0
11.482	8.16	416.869	0
13.183	8.27	478.63	0
15.136	8.12	549.541	0
17.378	7.71	630.957	0
19.953	7.03	724.436	0
22.909	6.07	831.764	0
26.303	4.94	954.993	0
30.2	3.68	1096.478	0
34.674	2.51	1258.925	0
39.811	1.2	1445.44	0
45.709	0	1659.587	0
52.481	0	1905.461	0
60.256	0	2187.762	0
69.183	0	2511.886	0
79.433	0	2884.032	0
91.201	0	3311.311	0
104.713	0	3801.894	0

ภาคผนวก ข

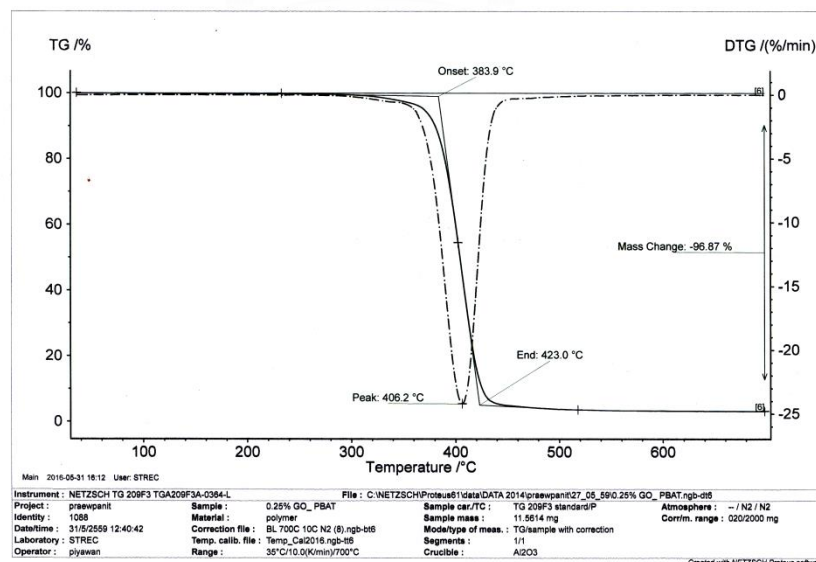
TGA Thermogram ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตคอมพอสิต

1. ฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์



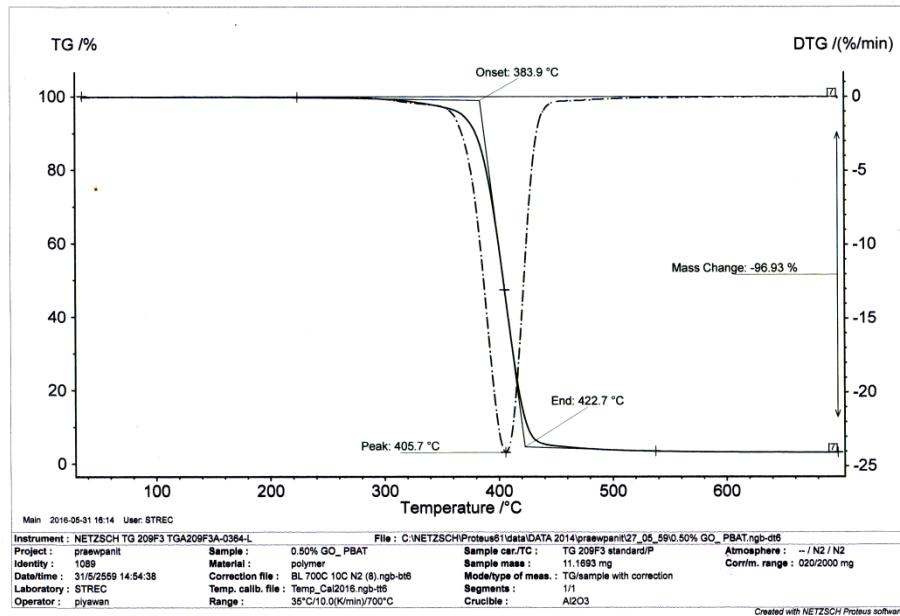
รูปที่ ข-1 เทอร์โมแกรมของ neat PBAT

2. ฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 0.25 โดยน้ำหนัก



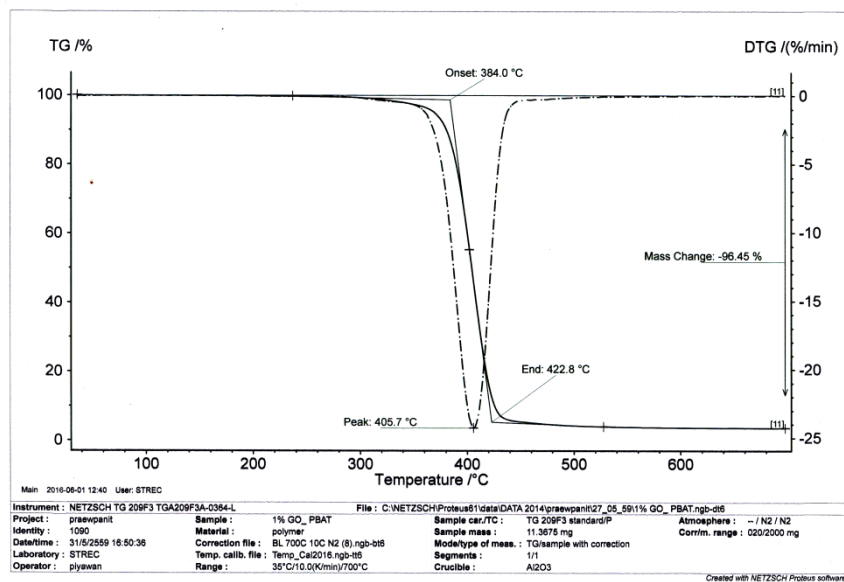
รูปที่ ข-2 เทอร์โมแกรมของ 0.25% GO/PBAT

3. फिल्मพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตกับแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก



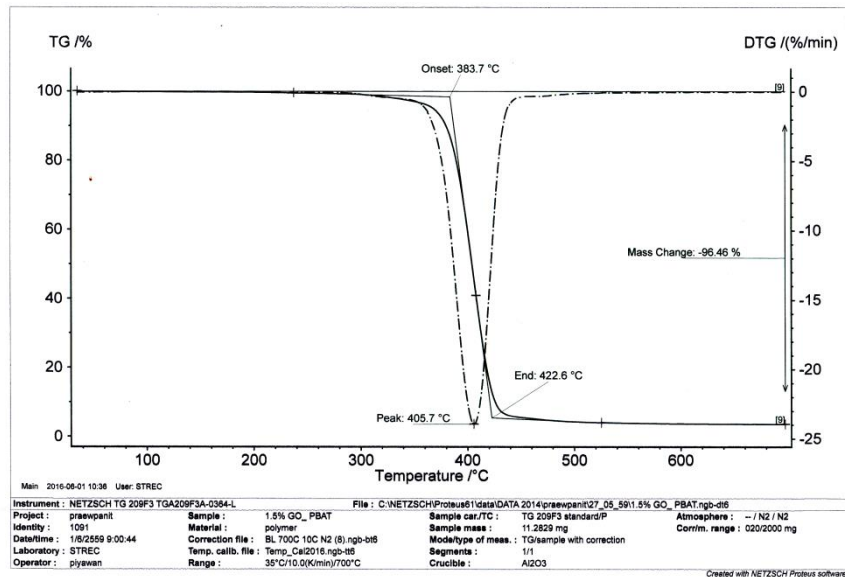
รูปที่ ข-3 เทอร์โมแกรมของ 0.5% GO/PBAT

4. फिल्मพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตกับแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก



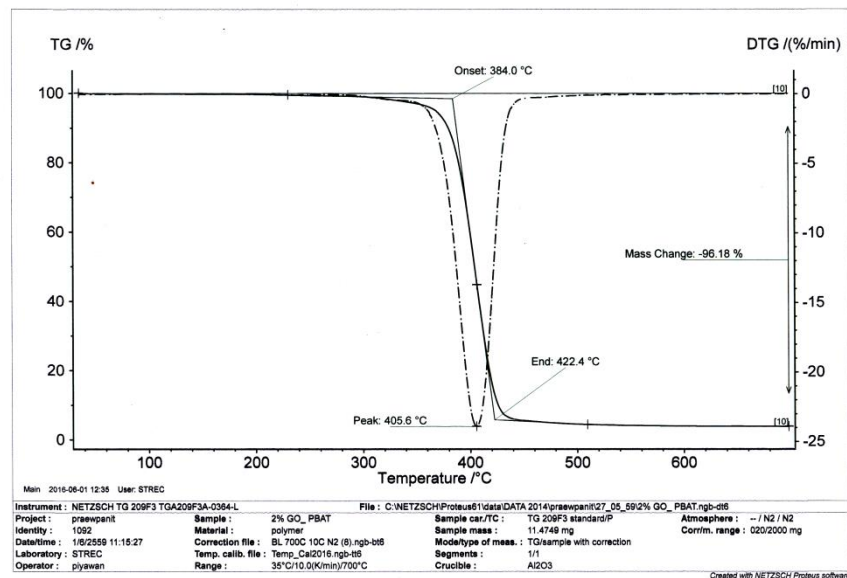
รูปที่ ข-4 เทอร์โมแกรมของ 1% GO/PBAT

5. फिल्मพอลิบิวิทีลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตกับแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก



รูปที่ ข-5 เทอร์โมแกรมของ 1.5% GO/PBAT

6. फिल्मพอลิบิวิทีลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตกับแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก

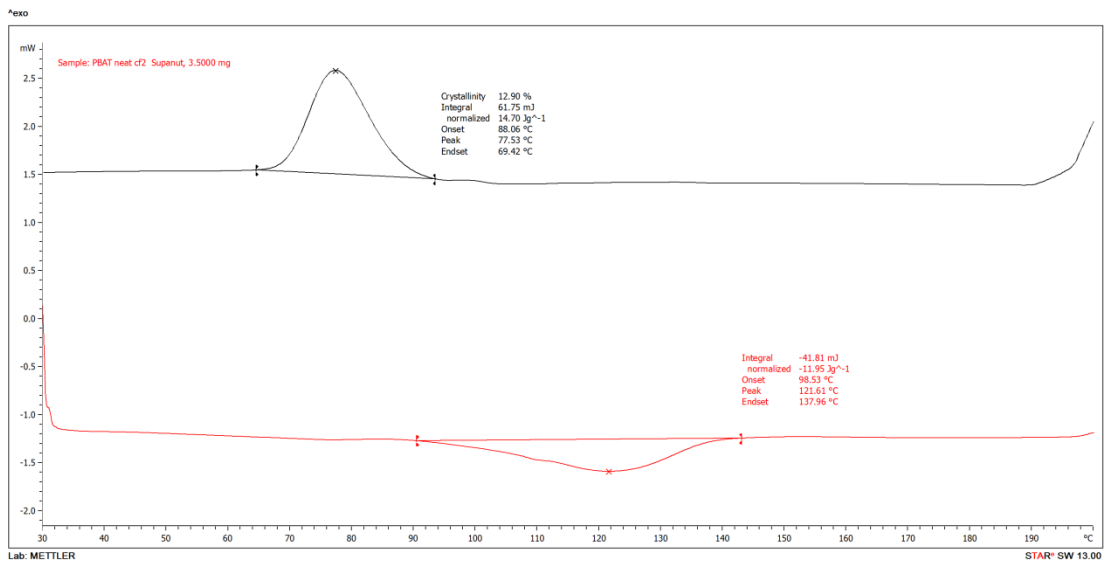


รูปที่ ข-6 เทอร์โมแกรมของ 2% GO/PBAT

ภาคผนวก ค

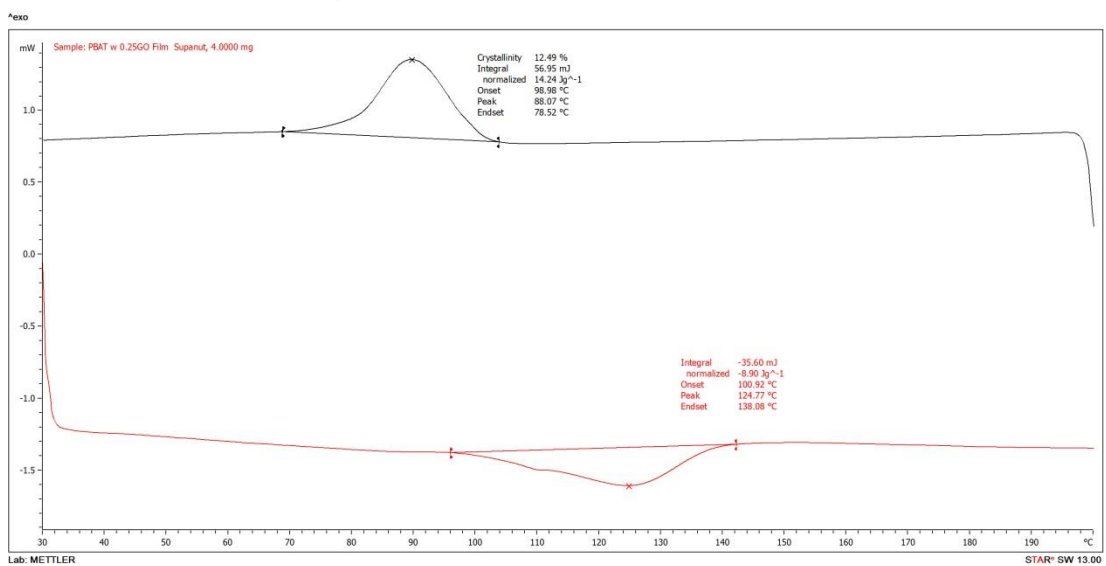
DSC Thermogram (second heat) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลต คอมพอสิต

1. ฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์



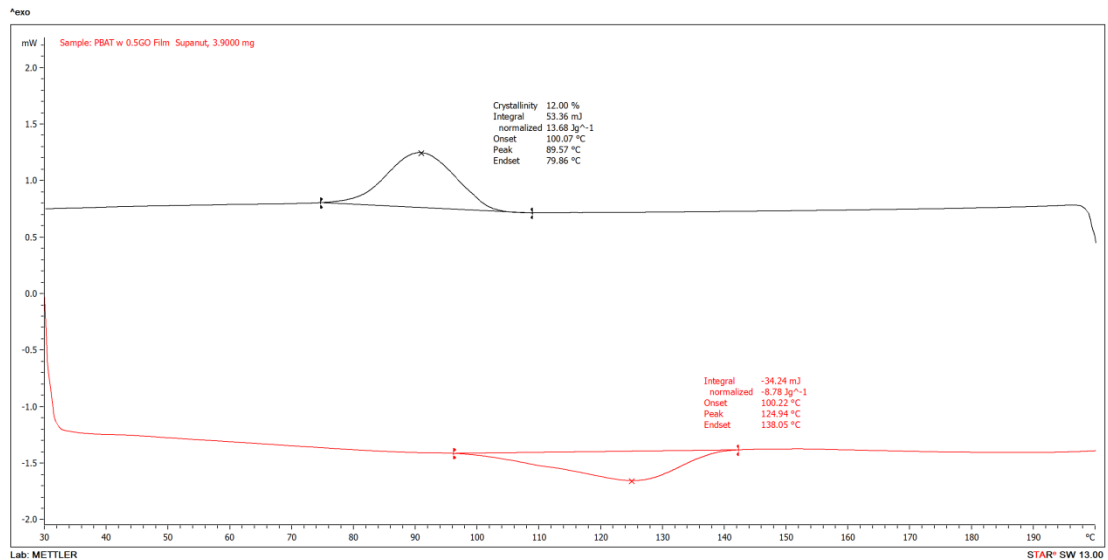
รูปที่ ค-1 เทอร์โมแกรมของ neat PBAT

2. ฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 0.25 โดยน้ำหนัก



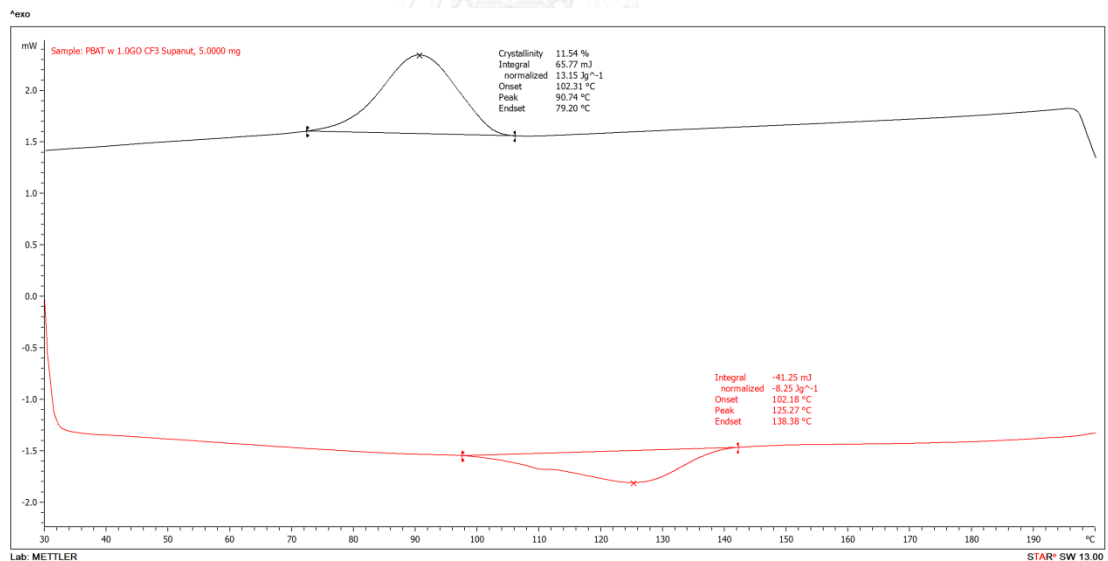
รูปที่ ค-2 เทอร์โมแกรมของ 0.25% GO/PBAT

3. ฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก



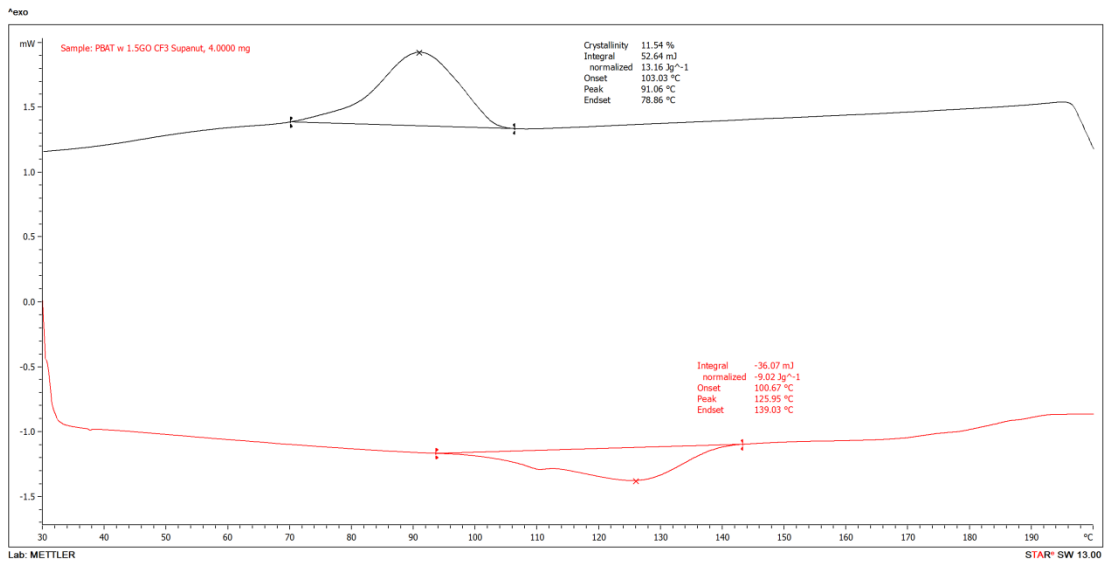
รูปที่ ค-3 เทอร์โมแกรมของ 0.5% GO/PBAT

4. ฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก



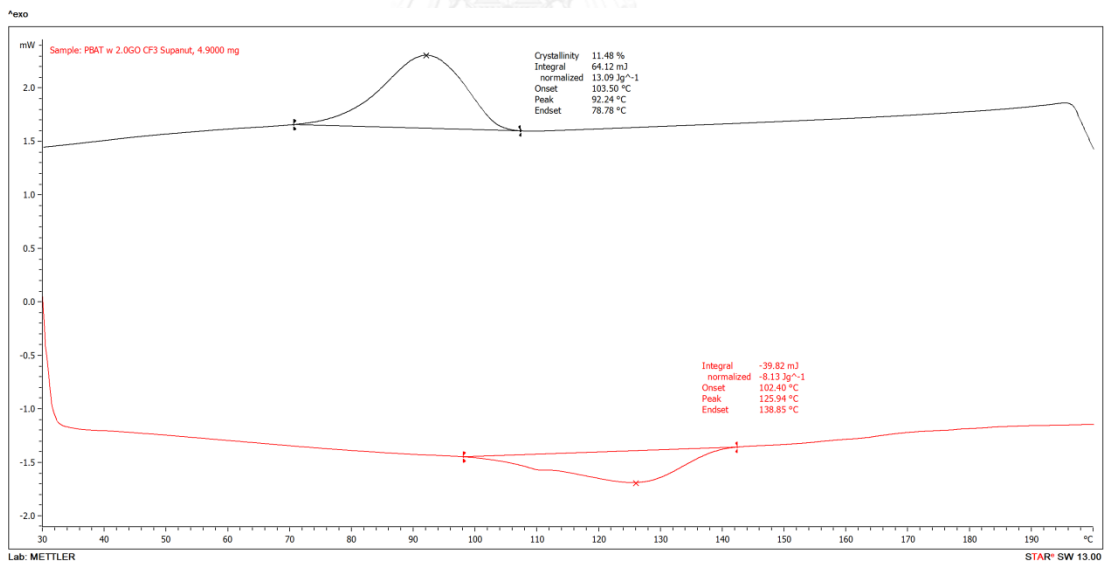
รูปที่ ค-4 เทอร์โมแกรมของ 1% GO/PBAT

5. फिल्मพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตกับแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก



รูปที่ ค-5 เทอร์โมแกรมของ 1.5% GO/PBAT

6. फिल्मพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรพแทเลตกับแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก



รูปที่ ค-6 เทอร์โมแกรมของ 2% GO/PBAT

ภาคผนวก ง

สมบัติเชิงกลของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตคอมพอสิต

ตาราง ง-1 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์ในทิศทางตามแนวเครื่องจักร

No.	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Young's modulus (MPa)
1	15.8	782.1	64.1
2	15.6	866.2	66.2
3	15.4	732.2	74.4
4	15.9	762.5	69.4
5	15.3	865.5	63.5
AVG	15.6	801.7	67.5
SD	0.3	61.1	4.5

ตาราง ง-2 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตบริสุทธิ์ในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร

No.	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Young's modulus (MPa)
1	14.0	774.7	66.5
2	14.9	882.5	74.3
3	14.1	882.5	76.2
4	15.1	810.3	76.6
5	14.0	877.3	76.5
AVG	14.4	845.4	74.0
SD	0.5	50.0	4.3

ตาราง ง-3 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟเทเลตกับแกรฟีนออกไซด์
ร้อยละ 0.25 โดยน้ำหนักในทิศทางตามแนวเครื่องจักร

No.	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Young's modulus (MPa)
1	16.8	894.1	69.7
2	15.8	814.1	72.4
3	16.7	856.1	68.6
4	16.5	916.0	70.9
5	16.2	896.2	66.0
AVG	16.4	875.3	69.5
SD	0.4	40.5	2.4

ตาราง ง-4 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทรฟเทเลตกับแกรฟีนออกไซด์
ร้อยละ 0.25 โดยน้ำหนักในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร

No.	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Young's modulus (MPa)
1	17.2	936.1	72.6
2	16.3	846.3	68.4
3	16.8	915.5	72.5
4	15.3	907.0	71.5
5	17.2	947.2	76.6
AVG	16.6	910.4	72.3
SD	0.8	39.2	2.9

ตาราง ง-5 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์ ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนักในทิศทางตามแนวเครื่องจักร

No.	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Young's modulus (MPa)
1	16.4	871.6	71.2
2	16.4	839.0	72.5
3	16.4	861.9	69.5
4	16.6	764.9	73.6
5	17.3	891.6	74.3
AVG	16.6	845.8	72.2
SD	0.3	49.0	1.9

ตาราง ง-6 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์ ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนักในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร

No.	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Young's modulus (MPa)
1	15.9	809.5	77.1
2	16.3	864.6	68.6
3	17.4	904.8	78.4
4	16.0	827.3	76.5
5	16.7	975.9	84.0
AVG	16.5	876.4	76.9
SD	0.6	66.5	5.5

ตาราง ง-7 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์
ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักในทิศทางตามแนวเครื่องจักร

No.	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Young's modulus (MPa)
1	17.8	952.4	69.9
2	18.3	950.8	76.7
3	17.9	985.1	66.1
4	18.2	893.2	76.0
5	16.9	908.6	73.0
AVG	17.8	938.0	72.3
SD	0.6	36.9	4.4

ตาราง ง-8 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์
ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร

No.	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Young's modulus (MPa)
1	16.7	974.5	69.7
2	16.4	939.7	75.2
3	16.7	946.9	68.3
4	16.3	907.3	73.3
5	16.8	876.2	81.1
AVG	16.6	928.9	73.5
SD	0.2	37.9	5.0

ตาราง ง-9 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์
ร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนักในทิศทางตามแนวเครื่องจักร

No.	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Young's modulus (MPa)
1	18.1	906.4	77.3
2	18.0	914.6	79.9
3	18.5	944.9	72.0
4	18.7	929.5	82.6
5	18.7	847.4	85.1
AVG	18.4	908.5	79.4
SD	0.3	37.2	5.0

ตาราง ง-10 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์
ร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนักในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร

No.	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Young's modulus (MPa)
1	16.8	828.7	74.8
2	15.3	863.2	72.5
3	15.9	822.2	80.5
4	16.0	817.6	74.1
5	16.3	921.9	75.0
AVG	16.1	850.7	75.4
SD	0.5	43.6	3.0

ตาราง ง-11 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์ ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักในทิศทางตามแนวเครื่องจักร

No.	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Young's modulus (MPa)
1	18.9	981.3	83.5
2	19.2	890.4	90.1
3	19.2	859.8	89.4
4	19.4	936.8	95.5
5	20.2	939.8	88.3
AVG	19.4	921.6	89.3
SD	0.5	47.2	4.2

ตาราง ง-12 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์ ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร

No.	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Young's modulus (MPa)
1	15.3	960.0	78.3
2	13.5	841.7	69.4
3	13.9	747.5	76.0
4	14.4	840.2	81.8
5	13.9	887.4	74.1
AVG	14.2	855.4	75.9
SD	0.7	77.5	4.6

ตาราง ง-13 ความทนแรงฉีกขาดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์ในทิศทางตามแนวเครื่องจักร

Tear strength (N/mm)						
No.	Neat PBAT	0.25% GO/ PBAT	0.5% GO/ PBAT	1% GO/ PBAT	1.5% GO/ PBAT	2% GO/ PBAT
1	85.6	85.8	91.7	87.0	94.2	103.0
2	83.6	86.3	91.9	92.3	92.3	102.9
3	79.5	78.9	82.6	91.5	91.4	94.6
4	76.2	78.9	91.0	89.5	89.5	94.5
5	86.9	85.9	82.2	96.1	96.1	93.2
AVG	82.3	83.1	87.9	91.3	92.7	97.6
SD	4.4	3.9	5.0	3.4	2.5	4.9

ตาราง ง-14 ความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนแอดิเพตโคเทเรฟทาเลตกับแกรฟีนออกไซด์ในทิศทางขวางแนวเครื่องจักร

Tear strength (N/mm)						
No.	Neat PBAT	0.25% GO/ PBAT	0.5% GO/ PBAT	1% GO/ PBAT	1.5% GO/ PBAT	2% GO/ PBAT
1	82.5	81.9	87.4	95.5	100.8	98.8
2	88.5	85.8	91.9	95.8	98.4	97.4
3	80.8	92.7	93.5	96.8	94.4	95.7
4	89.3	86.5	82.7	100.0	99.9	96.2
5	88.0	84.8	97.5	99.3	98.8	98.7
AVG	85.8	86.4	90.6	97.5	98.4	97.4
SD	3.9	3.9	5.7	2.0	2.4	1.4

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายสุภณัฐ อ่าวจินดา เกิดเมื่อวันที่ 16 สิงหาคม พ.ศ. 2533 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล ปีการศึกษา 2554 หลังจากนั้นจึงเข้าศึกษาต่อหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2557 และสำเร็จการศึกษาในภาคปลายปีการศึกษา 2558

การเสนอผลงานวิจัย

O. Supanut and P. Pranut. Properties of graphene oxide/poly(butylene adipate-co-terephthalate) composites. ACENS 2016 (Asian Conference on Engineering and Natural Sciences), Japan, 2016.