บทที่ 3

การทดลอง

3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างการทดลอง วิเคราะห์และทดสอบ มีดังนี้

	แบบ/รุ่น	ผู้ผลิต
1. Blown Film Extruder	-	Betol
2. Co-rotating Twin Screw Extruder	BTS 40 L	Betol
3. Fourier Transform Infrared Spectrophotometer	-	Impact™
4. Universal Tensile Testing Machine	LR 100K	LLOYD
5. XENOTEST	BETA LM	HERAEUS

3.2 วัตถุดิบและสารเคมี

วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลองมีดังต่อไปนี้

1. Low Density Polyethylene (LDPE) เกรด LD1905F สมบัติเบื้องต้นแสดงที่ตาราง 3.1
2. Linear Low Density Polyethylene (LLDPE) เกรด L2020F สมบัติเบื้องต้นแสดงที่ตาราง 3.1
3. High Density Polyethylene (HDPE) เกรด H5604F สมบัติเบื้องต้นแสดงที่ตาราง 3.1
4. สาร DBA (Dibenzalacetone) เตรียมเองในห้องทดลอง ดูสมบัติในตาราง 3.2
5. Benzaldehyde
6. NaOH
7. Ethanol
8. Ethyl acetate

ตารางที่ 3.1 แสดงสมบัติเบื้องต้นของ LDPE, LLDPE และ HDPE เกรดเป่าฟิล์ม

ชนิดของพอลิเอทิลีน / สมบัติ	LDPE	LLDPE	HDPE
ดัชนีการไหล (กรัม/10 นาที)	5.0	2.0	0.04
ความหนาแน่น (กรัม/ลบ.ซม.)	0.919	0.920	0.956
ความต้านแรงดึงขาด (กก./ตร.ซม.)			
แนวเครื่อง (MD)	210	400	300
แนวขวางเครื่อง (TD)	170	310	-
ความยืดที่จุดขาด (%)			
แนวเครื่อง (MD)	320	600	>500
แนวขวางเครื่อง (TD)	680	810	-
ความต้านแรงฉีกขาด (กรัม)			
แนวเครื่อง (MD)	370	90	-
แนวขวางเครื่อง (TD)	210	280	-
ความต้านแรงกระแทก	105	80	30

ตารางที่ 3.2 แสดงสมบัติของสาร DBA

สาร DBA	สมบัติ
-จุดหลอมเหลว (องศาเซลเซียส)	113
-รูปลักษณะ	ผลึกไมโนคลินิก
-สี	เหลืองสดใส
-การละลาย	ละลายในแอลกอฮอล์ที่ร้อน และ ละลายได้เล็กน้อยในอีเทอร์

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมสาร DBA

ชั่ง NaOH 25 กรัม เติมลงในน้ำ 250 มิลลิลิตร และเอทานอล 200 มิลลิลิตร ทำให้สารละลายเย็น แล้วเทลงในขวดรูปกรวยขนาด 500 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วย mechanical stirrer ใน waterbath รักษาอุณหภูมิของสารละลายที่ 20-25 องศาเซลเซียส เติมครึ่งหนึ่งของของผสมระหว่างเบนซัลดีไฮด์บริสุทธิ์ 26.5 กรัม (25.5 มิลลิลิตร) อะซิโทน 7.3 กรัม (9.3 มิลลิลิตร) และคนอย่างสม่ำเสมอเป็นเวลา 15 นาที จากนั้นเติมของผสม เบนซัลดีไฮด์-อะซิโทน ที่เหลือลงไปและคนต่อไปอีก 30 นาที กรองไดเบนซัลอะซิโทนที่ตกตะกอนออกมา (suction) แล้วล้างด้วยน้ำเย็น 2-3 ครั้ง เพื่อกำจัดอัลคาไลให้ได้มากที่สุด ทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จะได้ไดเบนซัลอะซิโทนที่ไม่บริสุทธิ์ ที่มีจุดหลอมเหลว 105-107 องศาเซลเซียส นำไปตกผลึกซ้ำด้วยเอทิลอะซิเตตร้อน (2.5 มิลลิลิตร/กรัม) จะได้ไดเบนซัลอะซิโทนบริสุทธิ์ ซึ่งเป็นผลึกสีเหลืองสดใส จุดหลอมเหลว 113 องศาเซลเซียส ดูปฏิกิริยาการเตรียมไดเบนซัลอะซิโทน ในภาคผนวก ข

3.3.2 ขั้นตอนการผสมและการเป่าฟิล์ม

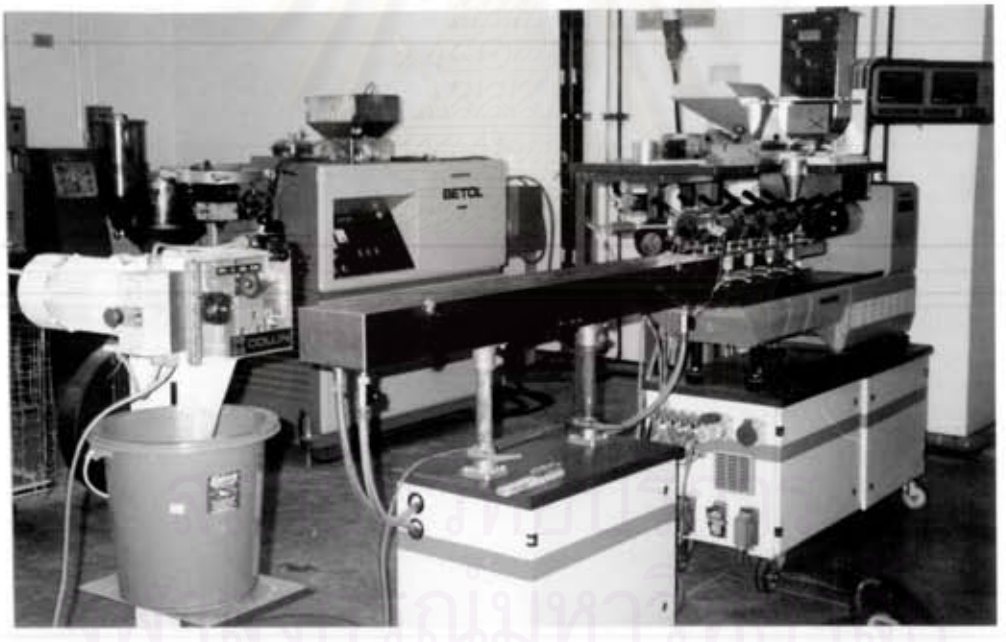
3.3.2.1 บดสาร DBA ที่เตรียมไว้ให้ละเอียดโดยใช้โกร่ง

3.3.2.2 ผสมสาร DBA กับเม็ดพลาสติก LDPE, LLDPE และ HDPE ของบริษัทไทยโพลิเอทิลีน จำกัด ที่มี processing aids, additives และ stabilizers ตามปกติอยู่แล้ว โดยบรรจุใส่ถุงพลาสติก แล้วใช้มือคลุกเคล้าด้านนอกถุง เพื่อให้การผสมเป็นไปอย่างทั่วถึง

3.3.2.3 นำของผสมดังกล่าวมาผสม ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ชนิดหมุนทางเดียวกัน ดังแสดงในรูป 3.1 ของผสมที่ได้จะถูกอัดรีดออกมา แล้วตัดให้เป็นเม็ดด้วยเครื่องตัดที่ต่ออยู่กับเครื่องผสม ภาวะที่ใช้ในการผสม แสดงในภาคผนวก ค จะได้เม็ดพลาสติกที่มีสาร DBA เป็นส่วนประกอบออกมา ได้สูตรต่างๆ กัน ดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างเม็ดพลาสติกกับไดเบนซัลอะซิโทน

เม็ดพลาสติก	เปอร์เซ็นต์ไดเบนซัลอะซิโทน				
LDPE	0	0.05	0.1	0.3	0.5
LLDPE	0	0.05	0.1	0.3	0.5
LLDPE : LDPE = 80 : 20	0	0.05	0.1	0.3	0.5



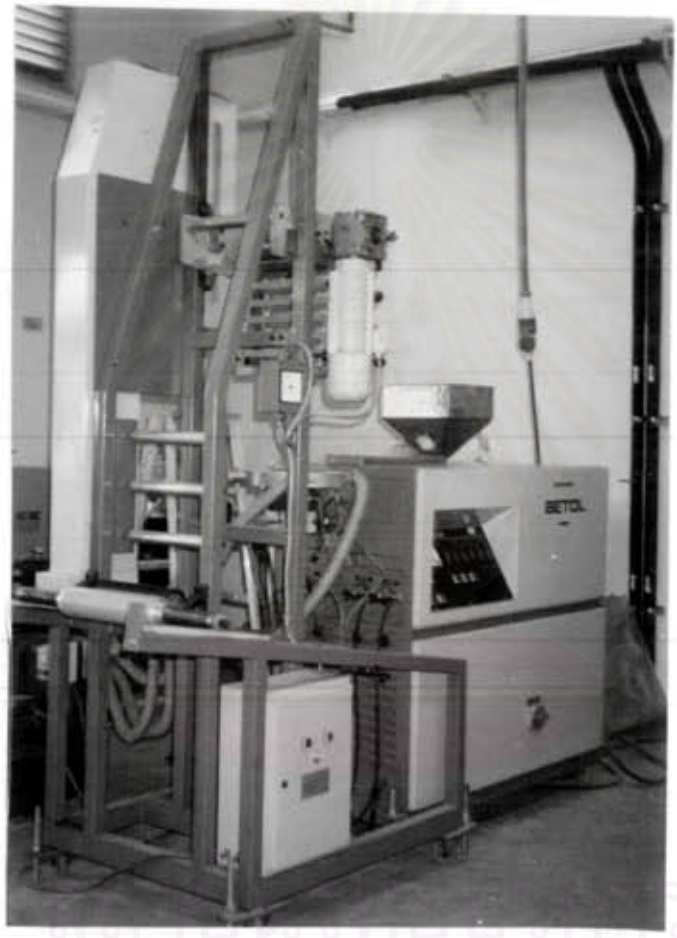
รูปที่ 3.1 เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ชนิดหมุนทางเดียวกัน

3.3.2.4 นำเม็ดพลาสติกที่ได้มาทำเป็นฟิล์มทีละสูตร ด้วยเครื่องเป่าฟิล์มดังแสดงในรูป 3.2 ควบคุมให้ฟิล์มมีความหนาประมาณ 50-60 ไมครอน เมื่อทำเสร็จในแต่ละสูตร ควรล้างเครื่องจนแน่ใจว่าไม่มีพลาสติกในสูตรก่อนหลงค้างอยู่ จึงค่อยทำสูตรต่อไป ภาวะที่ใช้ในการเป่าฟิล์มแสดงในภาคผนวก ค

3.3.2.5 แบ่งฟิล์มที่ได้เป็น 2 ชุด

ชุดที่ 1 นำไปตากแดด เป็นเวลา 0, 2, 4, 8, 10, 12, 15, 17, 18, 19 และ 20 สัปดาห์

ชุดที่ 2 ฉายแสงด้วยเครื่อง Xenotest เป็นเวลา 0, 5, 10, 25 และ 50 ชั่วโมง



รูปที่ 3.2 เครื่อง Blown Film Extruder

ชุดที่ 1 นำไปตากแดด

ในภาวะที่ตากแดด ทำการทดลองที่กรุงเทพฯ (ประเทศไทย) เริ่มในเดือนตุลาคม 2539 เตรียมตัวอย่างเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า และติดไว้บนแผงที่ตาก ทำมุม 45 ^{0} กับพื้น โดยแผงที่ตากจะออกแบบให้สอดคล้องกับ ASTM D 1435-85 แผงที่ตากนี้อยู่บนชั้น 8 ของตึกวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งตึกสูง 40 เมตร ระหว่างที่ตาก จะเก็บตัวอย่างมาทดสอบสมบัติเชิงกลและทางเคมี

สภาพภูมิอากาศของกรุงเทพฯ แสดงในภาคผนวก ง

ชุดที่ 2 ฉายแสงด้วยเครื่อง Xenotest

ภาวะที่เร่งด้วยแสงอัลตราไวโอเลต ทำการทดลองใช้ Xenon arc lamp ในเครื่อง Xenotest Beta Lamp ดังรูป 3.3 วิธีนี้อาจใช้เป็นตัวบอกการกระทำของพลาสติกที่สัมผัสในเครื่องที่ผลิต รังสีแสงอาทิตย์และควบคุมอุณหภูมิกับความชื้นสัมพัทธ์

โปรแกรมการทำงานของ Xenotest ขึ้นกับวิธีมาตรฐาน ISO 4852/2 ภายใต้พารามิเตอร์ต่อไปนี้

Xenochrome : Xenochrome 300* SUPRAX

หมายเลขโปรแกรม : 5

จำนวนเฟส : 2

เวลาปิด : เวลาทั้งหมด = 1 ชั่วโมง

*ความยาวคลื่น

ตารางที่ 3.4 แสดงภาวะของเครื่อง Xenotest

ภาวะ	เฟส 1	เฟส 2
-ความเข้มแสง (E:วัตต์/ตารางเมตร)	100	100
-อุณหภูมิแบลคสเตอร์ (องศาเซลเซียส)	38	28
-น้ำฝน	ไม่มี	มี
-ความชื้นสัมพัทธ์ (เปอร์เซ็นต์)	73	มีน้ำฝน
-เวลาเฟส (นาที)	51	9

ความเข้มแสงของประเทศไทย 1 ปี (อัลตราไวโอเลต 300-400 นาโนเมตร) = 328 เมกะจูล/ตารางเมตร

= 328×10^6 วัตต์.วินาที/ตารางเมตร

ความเข้ม ของ Xenotest Beta UV = 100 วัตต์/ตารางเมตร

ดังนั้น 1 ปีของภาวะจริง = $\frac{328 \times 10^6 \text{ วัตต์.วินาที/ตารางเมตร}}{100 \text{ วัตต์/ตารางเมตร}}$

= 3.28×10^6 วินาที ใน Xenotest

= 911 ชั่วโมง ใน Xenotest

$\approx$ 38 วัน ใน Xenotest

(1 เมกะจูล = 10^6 วัตต์.วินาที)

ขนาดของชิ้นงาน เท่ากับ 7 เซนติเมตร x 9 เซนติเมตร แหล่งกำเนิดแสงที่ใช้ในเครื่อง Xenotest คือ Xenon arc lamp ซึ่งควรมีการกระตุ้นได้ใกล้เคียงกับการกระจายพลังงานสเปคตรัมของแสงอาทิตย์ (แสงอาทิตย์ที่มีลักษณะกลม)

รูปที่ 3.3 เครื่อง Xenotest Beta Lamp สำหรับเร่งแสงอัลตราไวโอเลต

3.3.2.6 นำฟิล์มทั้ง 3 ชุดไปทดสอบการสลายตัว โดยตรวจหาปริมาณคาร์บอนิลอินเดกซ์ด้วยเครื่อง FT-IR วัดความทนแรงดึงตามแนวเครื่อง (machine direction : MD) ด้วยเครื่อง LLOYD Universal Testing แล้วนำผลทั้งสามชุดมาเปรียบเทียบกัน

3.3.3 การทดสอบสมบัติของฟิล์ม

3.3.3.1 การทดสอบความทนต่อแรงดึง และเปอร์เซ็นต์การยืดออกที่จุดขาด

การวัดความทนต่อแรงดึง และเปอร์เซ็นต์การยืดออกที่จุดขาด เพื่อแสดงสมบัติเชิงกลระหว่างการสลายตัวของฟิล์ม ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 882 โดยใช้ Lloyd Universal Testing Machine ดังแสดงในรูป 3.4 พารามิเตอร์ของเครื่อง Tensile คือ

Load cell	:	100 นิวตัน
ความเร็วในการดึง	:	500 มิลลิเมตร/นาที
ขนาดตัวอย่าง		
กว้าง 50 มิลลิลิตร		
ยาว 100 มิลลิลิตร		
gauge length	:	50 มิลลิลิตร
จำนวนชิ้นงาน	:	5

รูปที่ 3.4 เครื่อง LLOYD Universal Testing Machine LR100K

การคำนวณค่าความทนต่อแรงดึง และเปอร์เซ็นต์การยืดออกที่จุดขาด

ความทนต่อแรงดึงขาด คำนวณได้จากสมการต่อไปนี้

$$\sigma = \frac{W}{A_O}$$

เมื่อ σ = ความทนต่อแรงดึงขาด

W = แรงที่ใช้ดึงจนถึงจุดขาด

A_O = พื้นที่หน้าตัดเดิม

เปอร์เซ็นต์การยืดออกที่จุดขาด คำนวณได้จากสมการต่อไปนี้

$$\% \text{ El} = \frac{L - L_O}{L_O} \times 100$$

เมื่อ % El = เปอร์เซ็นต์การยืดออกที่จุดขาด

L = ความยาวหลังจากรับแรงดึงจนถึงจุดขาด

L_O = ความยาวเดิม

3.3.3.2 การวัดการดูดกลืนแสงอินฟราเรด (IR absorption) เพื่อหาค่าคาร์บอนิลอินเดกซ์

หลังจากทำการทดลองต่างกัน คือ ตากแดด และฉายแสงด้วยเครื่อง Xenotest ฟิล์มจะถูกนำมาวิเคราะห์ โดยใช้ Fourier Transform Infrared Spectroscopy model Impact 400D (FT-IR) ในระบบอากาศแห้งที่มีช่วงความถี่ 4000 - 400 ซม$^{-1}$ ความละเอียดเท่ากับ 2 ซม.$^{-1}$ ขนาดของตัวอย่างฟิล์มกว้างประมาณ 2 ซม. ยาว 3 ซม. รูปที่ 3.5 แสดง FT-IR spectrophotometer การเปลี่ยนแปลงพีคดูดกลืนในแถบที่เลือก แถบสำหรับคาร์บอนิล และอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน

แถบ	หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น (cm^{-1})
สารประกอบคาร์บอนิล	$(-\overset{\overset{O}{\|}}{C}-)$	1715 ± 10
อะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน	$(-CH_2-)$	1467 ± 10

พีคที่ 1467 ซม.$^{-1}$ เป็นลักษณะของพอลิไอเลฟินส์ที่ใช้เป็นพีคที่อ้างอิง เพื่อให้มีข้อผิดพลาดที่เกี่ยวข้องกับแสงน้อยที่สุด การเปรียบเทียบสเปกตรัมของหมู่ฟังก์ชันต่างๆแสดงในภาคผนวก ก

สมการคำนวณคาร์บอนิลอินเดกซ์ (CI) คือ

$$CI = \frac{\text{ความสูงของพีคดูดกลืนที่ 1715 ซม}^{-1}}{\text{ความสูงของพีคดูดกลืนที่ 1467 ซม}^{-1}}$$

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย