



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการวัสดุพอลิเมอร์เสริมแรงด้วยสารประกอบโลหะระดับนาโน
(Reinforced Polymer Materials using Nano Metal Compounds)

โดย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริรัตน์ วัชรวิชานันท์
รองศาสตราจารย์ ดร.มล.ศุภกนก ทองใหญ่

พฤศจิกายน 2551

สัญญาเลขที่ MRG5080048

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการวัสดุพอลิเมอร์เสริมแรงด้วยสารประกอบโลหะระดับนาโน
(Reinforced Polymer Materials using Nano Metal Compounds)

หัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริรัตน์ วัชรวิชานนท์ มหาวิทยาลัยศิลปากร

นักวิจัยที่ปรึกษา

รองศาสตราจารย์ ดร.มล.ศุภกนก ทองใหญ่ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว.ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาผลของการเติมอนุภาคซิงออกไซด์ลงในพอลิออกซีเมทิลีนที่มีต่อสมบัติทางกล สมบัติทางความร้อน และรูปแบบโครงสร้างพื้นฐาน โดยการเตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตของพอลิออกซีเมทิลีนและซิงออกไซด์โดยใช้เครื่อง twin screw extruder จากนั้นขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดขึ้นรูปและวิธีฉีดขึ้นรูป ซึ่งจากการทดลองพบว่า ผลของการเติมอนุภาคซิงออกไซด์ลงในพอลิออกซีเมทิลีน ทำให้ค่าสมบัติทางกลเปลี่ยนแปลงไป คือ ค่า Young's modulus มีค่าเพิ่มขึ้น ส่วนค่า tensile strength มีค่าแนวโน้มลดลง เมื่อเติมอนุภาคซิงออกไซด์ในปริมาณมากขึ้น และค่า impact strength จะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่อเติมซิงออกไซด์จนถึง 1.0 % โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นค่า impact strength จะมีค่าลดลง เมื่อเติมซิงออกไซด์ลงในปริมาณมาก การขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูป จะให้ค่าสมบัติทางกลดีกว่าการขึ้นรูปด้วยวิธีฉีดขึ้นรูป พอลิเมอร์คอมโพสิตที่ผสมด้วยอนุภาคซิงออกไซด์ ขนาด 250 นาโนเมตรสามารถปรับปรุงสมบัติทางกลได้สูงกว่าเมื่อผสมด้วยอนุภาคซิงออกไซด์ขนาด 71 นาโนเมตร อุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิออกซีเมทิลีนไม่มีการเปลี่ยนแปลงหลังจากผสมด้วยซิงออกไซด์ ส่วนอุณหภูมิการสลายตัวจะมีค่าสูงขึ้น เมื่อเติมซิงออกไซด์ในปริมาณมากขึ้น การกระจายตัวของอนุภาคซิงออกไซด์ในพอลิออกซีเมทิลีนคอมโพสิตจะศึกษาโดยใช้ scanning electron microscope (SEM) ซึ่งพบว่าการกระจายตัวของอนุภาคซิงออกไซด์ค่อนข้างดีและเกิดการเกาะกลุ่มของอนุภาคซิงออกไซด์ภายในเนื้อพอลิเมอร์มากขึ้นเมื่อเติมซิงออกไซด์เพิ่มขึ้น นอกนั้นงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของขนาดอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีต่อสมบัติทางกลและรูปแบบโครงสร้างพื้นฐานของพอลิโพรพิลีนและไทเทเนียมไดออกไซด์นาโนคอมโพสิต พบว่าอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 130 นาโนเมตร สามารถใช้ปรับปรุงสมบัติทางกลได้ดีกว่าอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 42.3 นาโนเมตร และการกระจายตัวของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 42.3 นาโนเมตร เกิดการเกาะกลุ่มภายในเนื้อพอลิเมอร์มากกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 130 นาโนเมตร

ABSTRACT

This research studied the effect of zinc oxide (ZnO) on mechanical properties, thermal properties and morphological properties of polyoxymethylene (POM)/ZnO nanocomposites. These nanocomposites were prepared by using twin screw extruder. Then the composites were molded by compression method and injection method. The results found that Young's modulus increased with increasing ZnO content. The tensile strength decreased with increasing ZnO content. Increasing content of ZnO up to 1.0 wt% increased the impact strength of POM while addition of ZnO beyond 1.0 wt% decreased the impact strength. The effect of molding methods found that the mechanical properties of compression method were better than injection method. ZnO 250 nm improved mechanical properties of POM more than ZnO 71 nm. The melting temperatures did not change after adding ZnO and the decomposition temperatures increased with increasing ZnO content. The dispersion of ZnO particles on POM composites was studied by scanning electron microscope (SEM). It was observed that the dispersion of ZnO particles was relatively good and the aggregates of ZnO particles in polymer matrix increased with increasing ZnO content. Moreover this research studied the effect of particle sizes of titanium dioxide (TiO₂) on mechanical and morphological properties of polypropylene (PP)/TiO₂ nanocomposites. It found that TiO₂ 130 nm could improve mechanical properties better than TiO₂ 42.3 nm. The dispersion of TiO₂ particles in polymer matrix, it observed that the aggregates of TiO₂ 42.3 nm were more than TiO₂ 130 nm.

หน้าสรุปโครงการ (Executive Summary)
ทุนพัฒนาศักยภาพในการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่

รหัสโครงการ : MRG5080048

ชื่อโครงการ : (ภาษาไทย) วัสดุพอลิเมอร์เสริมแรงด้วยสารประกอบโลหะระดับนาโน
(ภาษาอังกฤษ) Reinforced Polymer Materials using Nano Metal
Compounds

ชื่อนักวิจัย : หัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริรัตน์ วัชรวิชานนท์ มหาวิทยาลัยศิลปากร

นักวิจัยที่ปรึกษา
รองศาสตราจารย์ ดร.มล.ศุภกนก ทองใหญ่ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

E-mail Address : iamsirirat@yahoo.com

ระยะเวลาโครงการ : 2 ปี

คำหลัก : พอลิเมอร์คอมโพสิต ซิงค์ออกไซด์ พอลิออกซีเมทิลีน ไทเทเนียมไดออกไซด์
พอลิโพรพิลีน

Keywords : Polymer composites, Zinc oxide, Polyoxymethylene, Titanium dioxide,
Polypropylene

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ (ภาษาไทย)	ค
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)	ง
หน้าสรุปโครงการ (Executive Summary)	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ฅ
สารบัญรูป	ญ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
บทที่ 2 วิธีการทดลอง	3
2.1 สารเคมีที่ใช้	3
2.1.1 พอลิออกซีเมทิลีน (Polyoxymethylene, POM)	3
2.1.2 พอลิโพรพิลีน (Polypropylene, PP)	4
2.1.3 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO)	4
2.1.4 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide, TiO ₂)	4
2.2 เครื่องมือที่ใช้	4
2.2.1 เครื่อง Twin screw extruder	4
2.2.2 เครื่อง Compression molding	6
2.2.3 เครื่อง Injection molding	6
2.2.4 เครื่อง Universal testing	7
2.2.5 เครื่อง Pendulum impact tester	8
2.2.6 เครื่องทำรอยบาก	9
2.2.7 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC)	9
2.2.8 เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA)	10
2.2.9 เครื่อง Scanning electron microscope (SEM)	10
2.2.10 ตู้อบสารเคมี	11
2.3 วิธีการทดลองของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO	12
2.3.1 การเตรียมเม็ดพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO	12
2.3.2 การขึ้นรูปชิ้นงานเพื่อใช้ในการทดสอบสมบัติต่าง ๆ	12
2.3.3 การศึกษาสมบัติเชิงกล (Mechanical properties)	13

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.3.4 การทดสอบสมบัติทางความร้อน (Thermal properties)	13
2.3.5 การทดสอบโครงสร้างสัณฐานด้วยเทคนิค Scanning electron microscope (SEM)	14
2.4 วิธีการทดลองของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO ₂	14
2.4.1 การเตรียมเม็ดพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ TiO ₂	14
2.4.2 การขึ้นรูปชิ้นงานเพื่อใช้ในการทดสอบสมบัติต่างๆ	14
2.4.3 การศึกษาสมบัติเชิงกล (Mechanical properties)	15
2.4.4 การทดสอบสมบัติทางความร้อน (Thermal properties)	15
2.4.5 การทดสอบโครงสร้างสัณฐานด้วยเทคนิค Scanning electron microscope (SEM)	15
บทที่ 3 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล	16
ส่วนที่ 1 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO	16
3.1 สมบัติทางกลของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO	16
3.1.1 สมบัติการทนต่อแรงดึง (Tensile strength)	16
3.1.2 สมบัติ Young's modulus	19
3.1.3 สมบัติการทนต่อแรงกระแทก (Impact strength)	22
3.2 สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO	26
3.2.1 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตด้วยเครื่อง DSC	26
3.2.2 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตด้วยเครื่อง TGA	27
3.3 การศึกษาลักษณะที่ผิวของ fractured surface ของชิ้นงานตัวอย่าง ด้วยเครื่อง SEM	29
3.3.1 รูปแสดงโครงสร้างของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติมอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm โดยขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีดเข้าแม่พิมพ์	29
3.3.2 รูปแสดงโครงสร้างของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติมอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm โดยขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดเข้าแม่พิมพ์	31
3.3.3 รูปแสดงโครงสร้างของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติมอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm โดยขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีดเข้าแม่พิมพ์	33
3.3.4 รูปแสดงโครงสร้างของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติมอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm โดยขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดเข้าแม่พิมพ์	35

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.5 รูปแสดงการเปรียบเทียบโครงสร้างของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติมอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm และ 250 nm โดยขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีดเข้าแม่พิมพ์ และกระบวนการอัดเข้าแม่พิมพ์	37
ส่วนที่ 2 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO ₂	39
3.4 ผลของขนาดอนุภาค TiO ₂ ที่มีต่อค่าสมบัติทางกลของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO ₂ ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป (Compression molding)	39
3.4.1 สมบัติการทนต่อแรงดึง (Tensile strength)	39
3.4.2 สมบัติที่มีผลต่อ Young's modulus	40
3.4.3 สมบัติที่มีผลต่อ Stress at break	40
3.5 เปรียบเทียบขนาดของอนุภาค TiO ₂ ที่มีผลต่อสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO ₂	41
3.6 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของ fractured surface ของชิ้นงานตัวอย่าง ด้วยเครื่อง SEM	42
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	44
ส่วนที่ 1 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO	44
ส่วนที่ 2 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO ₂	44
บทที่ 5 ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต	45
เอกสารอ้างอิง	46
ภาคผนวก	47

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 แสดงสมบัติทางกายภาพ (Physical properties) ของเม็ดพอลิเมอร์ POM	3
ตารางที่ 2.2 แสดงสมบัติทางกายภาพ (Physical properties) ของเม็ดพอลิเมอร์ PP	4
ตารางที่ 2.3 แสดงสถานะในการผสมของเครื่อง Twin screw extruder ของ POM และ ZnO	5
ตารางที่ 2.4 แสดงสถานะในการผสมของเครื่อง Twin screw extruder ของ PP และ TiO ₂	5
ตารางที่ 2.5 แสดงสถานะการทำงานของเครื่อง Injection molding	12
ตารางที่ 3.1 แสดงอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติม ZnO ขนาด 250 nm	28
ตารางที่ 3.2 แสดงอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติม ZnO ขนาด 71 nm	28

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.11 เครื่อง Twin screw extruder, Thermo Haake Polylab System, model; PTW16/25D, Germany	5
รูปที่ 2.2 เครื่อง Compression molding, model; 25-12H, Carver, USA	6
รูปที่ 2.3 เครื่อง Injection molding, Battenfeld; PLUS 350/75	7
รูปที่ 2.4 เครื่อง Universal testing, LLOYD Instruments; LR 50K	8
รูปที่ 2.5 เครื่อง Pendulum impact tester, Zwick/material testing August-Nagelstr.11.D-89079 Ulm	8
รูปที่ 2.6 เครื่องทำรอยบาก	9
รูปที่ 2.7 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter, Pyris I, Perkin Elmer, USA	9
รูปที่ 2.8 เครื่อง Thermogravimetry Analyzer, Perkin - Elemer ; TGA 7	10
รูปที่ 2.9 เครื่อง Scanning electron microscope	11
รูปที่ 2.10 ตู้อบสารเคมี, memmert	11
รูปที่ 3.1 แสดงค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่มีขนาดอนุภาค 71 nm และ 250 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป	16
รูปที่ 3.2 แสดงค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่มีขนาดอนุภาค 71 nm และ 250 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีฉีดขึ้นรูป	17
รูปที่ 3.3 แสดงค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาดอนุภาค 250 nm	18
รูปที่ 3.4 แสดงค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาดอนุภาค 71 nm	19
รูปที่ 3.5 แสดงค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่มีขนาดอนุภาค 71 nm และ 250 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป	20
รูปที่ 3.6 แสดงค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่มีขนาดอนุภาค 71 nm และ 250 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีฉีดขึ้นรูป	20
รูปที่ 3.7 แสดงค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาดอนุภาค 250 nm	21

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 3.8 แสดงค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาดอนุภาค 71 nm	22
รูปที่ 3.9 แสดงค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่มีขนาดอนุภาค 71 nm และ 250 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป	23
รูปที่ 3.10 แสดงค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่มีขนาดอนุภาค 71 nm และ 250 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีฉีดขึ้นรูป	24
รูปที่ 3.11 แสดงค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาดอนุภาค 250 nm	25
รูปที่ 3.12 แสดงค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาดอนุภาค 71 nm	25
รูปที่ 3.13 แสดงค่าอุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิเมอร์ที่ถูกเติมด้วยอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ	26
รูปที่ 3.14 แสดงค่าอุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิเมอร์ที่ถูกเติมด้วยอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ	27
รูปที่ 3.15 แสดงการกระจายตัวของอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm ภายในชั้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ และขึ้นรูปโดยวิธีฉีดเข้าแม่พิมพ์	29
รูปที่ 3.16 แสดงการกระจายตัวของอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm ภายในชั้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ และขึ้นรูปโดยวิธีอัดเข้าแม่พิมพ์	31
รูปที่ 3.17 แสดงการกระจายตัวของอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm ภายในชั้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ และขึ้นรูปโดยวิธีฉีดเข้าแม่พิมพ์	33
รูปที่ 3.18 แสดงการกระจายตัวของอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm ภายในชั้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ และขึ้นรูปโดยวิธีอัดเข้าแม่พิมพ์	35
รูปที่ 3.19 แสดงการเปรียบเทียบการกระจายตัวของอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm และ 250 nm ภายในชั้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิต ที่ขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีดเข้าและกระบวนการอัดเข้าแม่พิมพ์	37
รูปที่ 3.20 ค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO ₂ ที่มีขนาดอนุภาค 42.3 nm และ 130 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป	39

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 3.21 ค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO ₂ ขนาด 42.3 nm และ 130 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป	40
รูปที่ 3.22 ค่า Stress at break ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO ₂ ขนาด 42.3 nm และ 130 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป	41
รูปที่ 3.23 แสดงค่าอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO ₂ ที่มีขนาดอนุภาค 130 nm และ 42.3 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป	41
รูปที่ 3.24 แสดงการเปรียบเทียบผลของขนาดอนุภาค TiO ₂ ที่มีต่อการกระจายตัวของอนุภาค TiO ₂ ที่มีขนาดอนุภาค 130 nm และ 42.3 nm	42

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

“พลาสติก” เป็นวัสดุสังเคราะห์ ที่เข้ามามีบทบาทสำคัญในชีวิตประจำวันของสังคมมนุษย์มากขึ้นเรื่อย ๆ มีการนำมาใช้งานหลากหลายรูปแบบ ทั้งในลักษณะของบรรจุภัณฑ์ ผลิตภัณฑ์สิ่งของเครื่องใช้ และวัสดุก่อสร้าง ทั้งนี้เนื่องจาก พลาสติกมีสมบัติพิเศษหลายประการ อาทิ สามารถขึ้นรูปได้ง่ายแม้ว่ารูปทรงของผลิตภัณฑ์จะมีความซับซ้อน สามารถผลิตได้ปริมาณมากในเวลาจำกัด น้ำหนักเบาเมื่อเทียบกับโลหะและเซรามิก แข็งแรงและเหนียว มีทั้งชนิดแข็งและชนิดอ่อนนุ่มยืดหยุ่นได้ ทนทานต่อสารเคมี ไม่เป็นสนิม ไม่ผุกร่อน มีทั้งชนิดที่โปร่งใสแบบกระจกและชนิดขุ่นทึบ มีความสวยงาม ผิวเรียบมัน สามารถปรุงแต่งสมบัติได้ง่ายด้วยการเติมสารเติมแต่ง (Additives) เช่น สารเสริมสภาพพลาสติก (Plasticizer) สารปรับปรุงคุณภาพ (Modifizer) สารเสริมมวล (Filler) สารคงสภาพ (Stabilizer) สารยับยั้งปฏิกิริยา (Inhibitor) สารหล่อลื่น (Lubricant) และผงสี (Pigment) เป็นต้น

พลาสติกส่วนใหญ่สังเคราะห์ขึ้นจากผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียม พลาสติกตัวแรกที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นเมื่อปี ค.ศ. 1868 คือ “เซลลูลอยด์” ด้วยแรงจูงใจให้มีการสังเคราะห์พลาสติกเพื่อทดแทนงาช้างสำหรับผลิตเป็นลูกบิลเลียด แม้เซลลูลอยด์ที่สังเคราะห์ขึ้นได้ในขณะนั้นยังมีความเปราะ ไม่สามารถนำมาใช้แทนงาช้างเพื่อผลิตลูกบิลเลียดได้อย่างสมบูรณ์ แต่เซลลูลอยด์นี้ได้ถูกนำไปใช้ประโยชน์อย่างอื่นมากมาย และยังเป็นจุดเริ่มต้นของการนำไปสู่การสังเคราะห์พลาสติกชนิดอื่น ๆ ขึ้นอีกนับไม่ถ้วนจนถึงปัจจุบัน

พลาสติกส่วนใหญ่เป็นฉนวนทางไฟฟ้า แต่ก็มีชนิดพิเศษที่เป็นตัวนำไฟฟ้าได้ ทำให้พลาสติกเป็นวัสดุแห่งศตวรรษ สามารถใช้ทดแทนวัสดุอื่นได้มากมาย ทั้งเหล็กกล้า เหล็กไร้สนิม แก้ว กระจก และเซรามิก หรือแม้แต่ไม้และยางธรรมชาติ ยิ่งไปกว่านั้นอวัยวะเทียมต่าง ๆ ของมนุษย์ไม่ว่าจะเป็นฟันเทียม เลนส์นัยน์ตาเทียม กระดูกเทียม หลอดเลือดเทียม หัวใจเทียม ไตเทียม รวมทั้งอุปกรณ์ทางการแพทย์หลากหลายชนิด ต่างก็ผลิตจากวัสดุพลาสติกชนิดพิเศษทั้งสิ้น

การที่จะทำการวิจัยเพื่อค้นคว้าหาพอลิเมอร์ชนิดใหม่ที่มีสมบัติที่เหมาะสมกับการใช้งานนั้นอาจต้องใช้เวลาและสิ้นเปลืองงบประมาณมาก ดังนั้นผู้วิจัยจึงมีการปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ที่มีอยู่ด้วยการเติมสารแต่งเพื่อให้มีสมบัติเหมาะสมต่อการใช้งานนั้น ๆ

พอลิออกซีเมทิลีน (Polyoxymethylene, POM) เป็นพลาสติกวิศวกรรม ประเภทเทอร์โมพลาสติก มีน้ำหนักเบา เหนียว แข็ง ผิวลื่นเป็นมัน และทนทานต่อการเสียดสี เป็นต้น ด้วยสมบัติที่ดีหลาย ๆ ด้าน ทำให้ POM ถูกนำมาใช้ทดแทนวัสดุที่ทำด้วยโลหะ และวัสดุอื่น ๆ อีกหลายชนิด ซึ่งในปัจจุบัน POM เป็นพลาสติกที่ถูกนำมาใช้งานอย่างกว้างขวาง แต่ POM ก็มีข้อจำกัดในการใช้งานเช่นกัน เช่น ไม่ทนต่อการดัด – เบส มีการหดตัวขณะขึ้นรูป และไม่ทนต่อ UV เป็นต้น

ดังนั้นงานวิจัยชิ้นนี้จึงมีความสนใจที่จะปรับปรุงสมบัติของ POM เพื่อให้ POM นั้นมีสมบัติที่เหมาะสมต่อการใช้งานด้านต่าง ๆ เพิ่มมากขึ้น โดยการผสมซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO)

พอลิโพรพิลีน (Polypropylene, PP) มีสมบัติเบื้องต้นที่ดีเมื่อเปรียบเทียบกับพลาสติกที่อยู่ในชนิดเดียวกันแล้ว แต่ PP ยังมีข้อจำกัดการใช้งานในด้านต่าง ๆ เช่น มีความแข็งแรงต่ำ ไม่ทนทานต่อสภาวะต่าง ๆ ดังนั้นจึงต้องมีการปรับปรุงสมบัติเหล่านี้ให้กับ PP เพื่อให้สามารถใช้งานได้หลากหลายมากขึ้น อีกทั้งเพื่อเป็นการเพิ่มมูลค่าให้ PP มีราคาสูงขึ้น โดยการศึกษาจะนำ PP มาผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide, TiO_2) ซึ่งจัดเป็นสารเติมแต่ง ประเภทสารเพิ่มความขาวใสของสี (Optical brightener หรือ Fluorescent whitening Agents) เพื่อเป็นทางเลือกของการศึกษางานต่อไป ทำให้ PP มีสมบัติที่ดีขึ้น ซึ่งในอุตสาหกรรมการผลิตเม็ดพลาสติก และการแปรรูปพลาสติก มีการใช้สารเติมแต่ง เพื่อปรับสมบัติของพลาสติกให้เหมาะสมกับการสภาวะการใช้งานเสมอเพราะสารเติมแต่งมีหลายประเภทและสามารถประยุกต์ใช้ได้ตามความต้องการในแต่ละสายงาน จนอาจจะกล่าวได้ว่าหากไม่มีการใช้สารเติมแต่ง อาจจะไม่มีความสำคัญมากดังเช่นเป็นอยู่ทุกวันนี้ ดังนั้นปริมาณการผลิตและมูลค่าของสารเติมแต่งจึงมีอัตราการเติบโตที่สูงมากในปัจจุบัน ทำให้เกิดความน่าสนใจ หากจะมีการนำประเด็นนี้มาศึกษา

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 ศึกษาวิธีการเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตของ POM และ ZnO และพอลิเมอร์คอมโพสิตของ PP และ TiO_2 ขนาดนาโนเมตรและไมโครเมตร ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

1.2.2 ศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนผสมของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีผลต่อสมบัติเชิงกล และสมบัติทางความร้อน

1.2.3 ศึกษาลักษณะโครงสร้างทางสัณฐานที่เกิดขึ้นภายในพอลิเมอร์คอมโพสิต

บทที่ 2

วิธีการทดลอง

2.1 สารเคมีที่ใช้

2.1.1 พอลิออกซีเมทิลีน (Polyoxymethylene, POM)

POM ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ผลิตจากบริษัท POLYPLASTICS ซึ่งมีชื่อการค้าว่า DURACON เกรด M90-44 และมีสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 แสดงสมบัติทางกายภาพ (Physical properties) ของเม็ดพอลิเมอร์ POM

รายการข้อมูล	Unit	Test Method	Standard M90-44 General
Specific gravity	g/cm ³	ASTM D792	1.41
Tensile strength	MPa	ASTM D638	60
Tensile elongation	%	ASTM D638	60
Flexural strength	MPa	ASTM D790	90
Flexural modulus	MPa	ASTM D790	2,580
Izod impact strength (Notch side)	J/m	ASTM D256	63
Izod impact strength (Reversed notch side)	J/m	ASTM D256	760
Temperature of deflection under load (1.82MPa)	°C	ASTM D648	110
Coefficient of linear thermal expansion (room temperature, Flow direction)	$\times 10^{-5} / ^\circ\text{C}$	ASTM D696	10
Coefficient of linear thermal expansion (room temperature, Transverse direction)	$\times 10^{-5} / ^\circ\text{C}$	ASTM D696	10
Dielectric breakdown strength (Short-time test : 2mmt)	MV/m	ASTM D149	24
Volume resistivity (Thickness 3mm)	$\Omega \cdot \text{cm}$	ASTM D257	1×10^{14}
Surface resistivity (Thickness 3mm)	Ω	ASTM D257	1×10^{16}
Flammability ((UL94))		UL 94	HB

2.1.2 พอลิโพรพิลีน (Polypropylene, PP)

เป็นพลาสติกชนิด Homopolymer Resin ผลิตจากบริษัท HMC POLYMERS จำกัด ซึ่งมีชื่อทางการค้าว่า MOPLEN เกรด HP 400K(6531) โดยมีสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ดังแสดงไว้ในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 แสดงสมบัติทางกายภาพ (Physical properties) ของเม็ดพอลิเมอร์ PP

สมบัติ	มาตรฐานการทดสอบ	ค่า
Melt flow rate, dg/min	ASTM D 1238	4
Density, g/cm ³	ASTM D 792 B	0.90
Tensile strength at yield, MPa	ASTM D 638	33
Elongation at yield, %	ASTM D 638	10
Flexural modulus, MPa	ASTM D 790A	1400
Notched izod impact strength at 23 °C J/m	ASTM D 256A	30
Deflection temperature, at 455 kPa, °C	ASTM D 648	94

2.1.3 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO)

2.1.3.1 ZnO ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 250 nm ผลิตจากบริษัท Ajax Finechem เกรด AR ซึ่งมีลักษณะเป็นผงสีขาว

2.1.3.2 ZnO ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 71 nm ผลิตจากบริษัท Aldrich ซึ่งมีลักษณะเป็นผงสีขาว

2.1.4 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide, TiO₂)

2.1.4.1 TiO₂ ขนาดไมโครเมตร ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 130 nm ผลิตจากบริษัท Ajax Finechem มีความบริสุทธิ์ของสารมากกว่า 99.5% ขึ้นไป มีลักษณะเป็นผงสีขาว

2.1.4.2 TiO₂ ขนาดนาโนเมตร TiO₂ ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 42.3 nm ผลิตจากบริษัท Aldrich มีความบริสุทธิ์ของสารมากกว่า 99.9% ขึ้นไป มีลักษณะเป็นผงสีขาว

2.2 เครื่องมือที่ใช้

2.2.1 เครื่อง Twin screw extruder [1]

ในการผสมเม็ดพลาสติกกับสารเติมแต่งเพื่อเตรียมเป็นพอลิเมอร์คอมโพสิตนั้น จะใช้เครื่องหลอมเหลวแบบต่อเนื่อง ในที่นี้จะใช้ชุดเกลียวหนอนแบบหลายตัว เช่น แบบตัวหนอนคู่ (Double worm) ที่มีเกลียวเป็นช่องหวี เม็ดพอลิเมอร์และสารเติมแต่งจะถูกอัดรีดไปในร่องเกลียว เป็นคลื่นไปตามความยาวของตัวหนอน ซึ่งรับแรงขับมาจากระบบแมคคานิกส์ ทำให้เกิดการนวด

ผสมเป็นเนื้อเดียวกัน โดยเครื่อง twin screw extruder ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้แสดงลักษณะของเครื่องไว้ในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 เครื่อง Twin screw extruder, Thermo Haake PolyLab System, model; PTW16/25D, Germany

สำหรับสภาวะของเครื่อง twin screw extruder ที่ใช้ในการผสมเม็ดพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ในอัตราส่วนต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 แสดงสภาวะในการผสมของเครื่อง Twin screw extruder ของ POM และ ZnO

พอลิเมอร์	ความเร็ว รอบสกรู	อุณหภูมิในการผสม POM กับอนุภาค ZnO				
		TS-E1	TS-E2	TS-E3	TS-E4	TS-E5
POM	50 rpm	170 °C	180 °C	180 °C	190 °C	200 °C

สำหรับสภาวะของเครื่อง Twin screw extruder ที่ใช้ในการผสมเม็ดพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO₂ ในอัตราส่วนต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 แสดงสภาวะในการผสมของเครื่อง Twin screw extruder ของ PP และ TiO₂

พอลิเมอร์	ความเร็ว รอบสกรู	อุณหภูมิในการผสม PP กับอนุภาค TiO ₂				
		TS-E1	TS-E2	TS-E3	TS-E4	TS-E5
PP	50 rpm	160 °C	180 °C	190 °C	200 °C	220 °C

หมายเหตุ : TS-E1 อุณหภูมิในเครื่องอัดรีดโซนที่ 1 (ตำแหน่ง hopper)

- TS-E2 อุณหภูมิในเครื่องอัดรีดโซนที่ 2
- TS-E3 อุณหภูมิในเครื่องอัดรีดโซนที่ 3
- TS-E4 อุณหภูมิในเครื่องอัดรีดโซนที่ 4
- TS-D1 อุณหภูมิในเครื่องอัดรีดโซนที่ 5 (ตำแหน่งหัว die)

2.2.2 เครื่อง Compression molding [2]

การขึ้นรูปโดยใช้แม่พิมพ์แบบอัดเป็นวิธีการขึ้นรูปที่ใช้กันมากที่สุดในโรงงานอุตสาหกรรม เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการขึ้นรูปโดยใช้แม่พิมพ์แบบอื่นๆ เพราะเป็นวิธีที่ง่ายและไม่ต้องลงทุนทางด้านเครื่องจักรสูง เพราะแม่พิมพ์และเครื่องอัดมีราคาไม่สูงมากนัก เครื่องอัดที่นิยมใช้ ได้แก่ เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก ตัวอย่างเครื่องมือดังแสดงในรูปที่ 2.2 การผลิตเริ่มจากการนำเม็ดพอลิเมอร์คอมโพสิตมาวางในแม่พิมพ์ที่ร้อน ปิดแบบแม่พิมพ์ อัดด้วยความร้อนและความดันภายใต้ อุณหภูมิที่กำหนด เม็ดพอลิเมอร์จะหลอมเหลวตามแบบแม่พิมพ์ หลังจากนั้นถอดออกจากแม่พิมพ์ จะได้ชิ้นงานตามต้องการ



รูปที่ 2.2 เครื่อง Compression molding, model; 25-12H, Carver, USA

2.2.3 เครื่อง Injection molding [3]

โดยทั่วไปแล้วเครื่องฉีดพลาสติก จะมีส่วนประกอบสำคัญ ซึ่งสามารถแบ่งได้ออกเป็น 3 ส่วน คือ ส่วนชุดฉีด (Injection Unit) ส่วนชุดปิด – เปิดแม่พิมพ์ (Clamping Unit) และ ส่วนสุดท้าย คือ ส่วนฐานของเครื่องฉีด (Base) ดังแสดงในรูปที่ 2.3

1. ส่วนชุดฉีด จะทำหน้าที่ดึงพลาสติกเข้าสู่กระบอกฉีด หลอมเหลวและส่งพลาสติกเหลวไปที่หัวฉีด และทำหน้าที่ในการฉีดและรักษาความดันย้า ซึ่งจะมีส่วนประกอบพื้นฐานดังต่อไปนี้ คือ หัวฉีด (Nozzle) สกรู กระบอกฉีด แผ่นความร้อน (Heater) กรวยเติมพลาสติก

(Hopper) กระบอกสูบและลูกสูบไฮดรอลิก (Hydraulic Cylinder and Pistol) และมอเตอร์ขับเคลื่อนสกรู (Drive Motor)

2. ส่วนชุดปิด – เปิดแม่พิมพ์ ทำหน้าที่ในการยึดแม่พิมพ์ทั้งสองส่วน เลื่อนปิด – เปิดแม่พิมพ์ ให้แรงในการปิดล็อกแม่พิมพ์ หล่อเย็นชิ้นงานฉีดพลาสติก และปลดชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์ ประกอบไปด้วยแผ่นยึดแม่พิมพ์ซึ่งมีส่วนที่เคลื่อนที่และอยู่กับที่ เฟลล่านาเลื่อน ระบบขับเคลื่อนปิด – เปิดแม่พิมพ์ และแผ่นยึดระบบขับเคลื่อน

3. ส่วนฐานของเครื่องฉีด ทำหน้าที่คอยรับน้ำหนักของชุดฉีด และชุดปิด-เปิดแม่พิมพ์ นอกจากนี้ยังทำหน้าที่ยึดติดอุปกรณ์ไฮดรอลิกทั้งหมดในเครื่อง และยังทำหน้าที่เป็นถังน้ำมันไฮดรอลิก โดยส่วนใหญ่แล้วตัวฐานเครื่อง จะทำด้วยเหล็กเหนียว ที่เชื่อมประกอบเข้าเป็นฐานเครื่อง เพื่อความแข็งแรง และสามารถรับน้ำหนักมากๆ ได้ดี



รูปที่ 2.3 เครื่อง Injection molding, Battenfeld; PLUS 350/75

2.2.4 เครื่อง Universal testing [4]

การทดสอบชิ้นงานด้วยเครื่อง universal testing เป็นเครื่องมือที่ใช้ทดสอบแรงดึง (Tensile test) ซึ่งจะทำการทดสอบโดยนำชิ้นงานมาจับยึดด้วยหัวจับบนและหัวจับล่าง หัวจับบนติดตั้งไว้ที่ crosshead ซึ่งสามารถเคลื่อนที่ขึ้น-ลงได้ด้วยกลไกการขับเคลื่อนภายในของเครื่อง ทดสอบดังแสดงในรูปที่ 2.4 หัวจับล่างยึดติดตายตัวไว้ที่แท่นเครื่องด้านล่าง ในขณะที่ทำการทดสอบ ตัวอย่างทดสอบจะถูกดึงให้ยืดออกจากด้วยความเร็วทดสอบที่กำหนดไว้ กล่าวคือวัสดุที่มีความแข็งแรงมากหรือใช้แรงดึงสูงๆจะใช้แรงดึงที่ช้า ส่วนวัสดุที่มีความแข็งแรงปานกลางถึงน้อยจะใช้ความเร็วทดสอบเพิ่มขึ้นตามลำดับ ทำการดึงชิ้นทดสอบจนกระทั่งชิ้นทดสอบขาดออกจากกัน ในขณะเดียวกันกลไกในการวัดค่าการเปลี่ยนแปลงของชิ้นงานในขณะที่ยืดตัวออกก็จะทำการแสดงผลและบันทึกค่าต่างๆเอาไว้



รูปที่ 2.4 เครื่อง Universal testing, LLOYD Instruments; LR 50K

2.2.5 เครื่อง Pendulum impact tester [1]

หลักการทำงานของเครื่อง pendulum impact tester มีดังนี้ คือ เมื่อปล่อยตุ้มน้ำหนักที่ทราบค่าที่แน่นอนให้เคลื่อนที่จาก ณ ความสูงที่กำหนด (ความสูงเริ่มต้น) มากระแทกชิ้นงานตัวอย่าง ณ จุดที่ต่ำที่สุดของการเหวี่ยง ในแนวเส้นโค้งครึ่งวงกลม หลังจากที่ถูกน้ำหนักกระแทกแล้วจะทำให้วัสดุเกิดการแตกหัก จากนั้นตุ้มน้ำหนักจะสามารถเคลื่อนที่ต่อไปได้ ซึ่งระยะความสูงที่ตุ้มน้ำหนักเคลื่อนที่ไปนั้น จะถูกนำไปคำนวณหาค่าความต้านทานต่อแรงกระแทก เครื่อง Pendulum impact tester ดังแสดงในรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 เครื่อง Pendulum impact tester, Zwick/material testing August-Nagelstr.11.D-89079 Ulm

2.2.6 เครื่องทำรอยบาก

เครื่องทำรอยบาก เครื่องที่ใช้ทำรอยบากบนชิ้นงานพอลิเมอร์ ก่อนนำไปทดสอบการทนต่อแรงกระแทก ดังแสดงในรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 เครื่องทำรอยบาก

2.2.7 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) [5]

DSC เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาปริมาณความร้อน และการเปลี่ยนแปลงความร้อนที่เกี่ยวข้องกับอุณหภูมิของพอลิเมอร์ เครื่องมือดังแสดงในรูปที่ 2.7 มีหลักการทำงานดังนี้ คือ สารตัวอย่าง และ สารอ้างอิงที่เฉื่อยต่อการเกิดปฏิกิริยา ที่บรรจุในถ้วยอะลูมิเนียมขนาดเล็ก จะถูกให้ความร้อนในบรรยากาศไนโตรเจน จากนั้นสมบัติทางความร้อนของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิจะถูกตรวจวัด และแปลผล



รูปที่ 2.7 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter, Pyris I, Perkin Elmer, USA

2.2.8 เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA) [5]

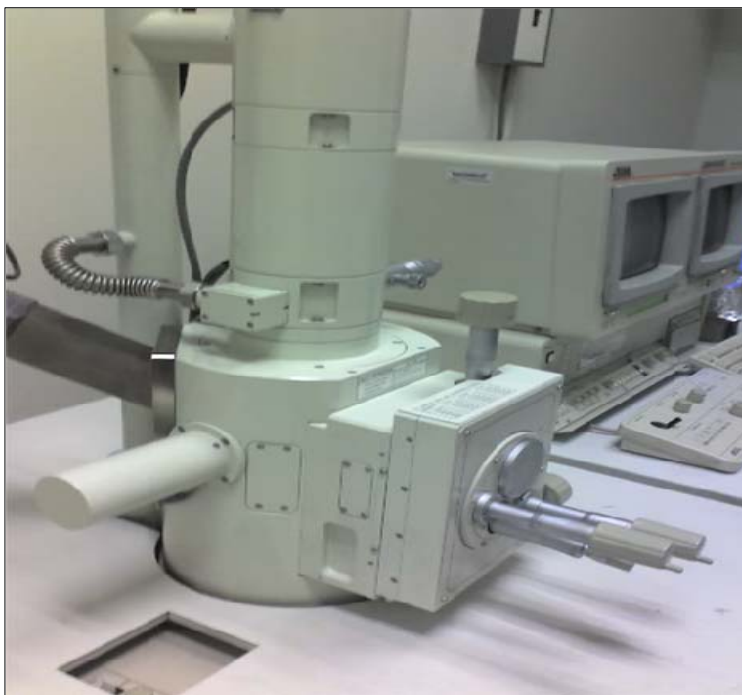
TGA เป็นวิธีเบื้องต้นในการวิเคราะห์ความเสถียรของพอลิเมอร์เมื่อได้รับความร้อน โดยใช้พื้นฐานการวัดน้ำหนักอย่างต่อเนื่องด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง (thermobalance) ในระหว่างการวิเคราะห์ อุณหภูมิของตัวอย่างซึ่งอยู่ในบรรยากาศปกติ หรือก๊าซเฉื่อยจะถูกทำให้เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ข้อมูลการวิเคราะห์จะถูกบันทึกเป็นเทอร์โมแกรมที่แสดงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตัวอย่าง และอุณหภูมิ การสูญเสียน้ำหนักในช่วงแรกของการวิเคราะห์ หรือที่อุณหภูมิต่ำอาจเกิดจากการระเหยของน้ำหรือตัวทำละลาย แต่ที่อุณหภูมิสูงมักเกิดจากการสลายตัวของพอลิเมอร์ ข้อมูลเหล่านี้ทำให้ทราบเกี่ยวกับความเสถียรต่ออุณหภูมิของพอลิเมอร์ เทคนิคนี้ยังมีประโยชน์มากในการวิเคราะห์หาสารที่ระเหย หรือสารเติมแต่งที่ใส่ลงไปในพอลิเมอร์อีกด้วย เครื่อง TGA แสดงในรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 เครื่อง Thermogravimetry Analyzer, Perkin - Elemer ; TGA 7

2.2.9 เครื่อง Scanning electron microscope (SEM) [6]

เครื่อง SEM เป็นเครื่องมือวิทยาศาสตร์ช่วยขยายตาประเภท กล้องจุลทรรศน์ ที่ใช้ลำแสงอิเล็กตรอน ฉายหรือส่องกราดไปบนผิวของตัวอย่างที่ต้องการตรวจสอบให้ได้ข้อมูลของลักษณะพื้นผิวปรากฏเป็นภาพขยายที่สามารถมองเห็น ได้ด้วยตาเปล่าหรืออาจบันทึกภาพที่บนแผ่นฟิล์มได้ เครื่อง SEM ดังแสดงในรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 เครื่อง Scanning electron microscope

2.2.10 ตู้อบสารเคมี

ตู้อบใช้ในการอบไล่ความชื้นของตัวอย่างพอลิเมอร์ก่อนการนำไปผสมเป็นชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิต ดังแสดงในรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 ตู้อบสารเคมี, memmert

2.3 วิธีการทดลองของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO

2.3.1 การเตรียมเม็ดพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO

2.3.1.1 นำเม็ดพอลิเมอร์ POM และ ผง ZnO ไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นเก็บไว้ใน desiccator เพื่อป้องกันความชื้นจากอากาศ

2.3.1.2 ชั่งน้ำหนักเม็ด POM และ ผง ZnO เพื่อเตรียมเม็ดพอลิเมอร์คอมโพสิตโดยส่วนผสมมีความเข้มข้นต่าง ๆ คือ 0%, 0.5%, 1%, 2%, 4%, 6%, และ 8% โดยน้ำหนัก

2.3.1.3 นำส่วนผสมแต่ละอัตราส่วนไปผสมกันด้วยเครื่อง twin screw extruder

2.3.1.4 นำเม็ดพอลิเมอร์ที่ผ่านการผสมเรียบร้อยแล้วไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นเก็บไว้ใน desiccator เพื่อป้องกันความชื้นจากอากาศ

2.3.2 การขึ้นรูปชิ้นงานเพื่อใช้ในการทดสอบสมบัติต่าง ๆ

2.3.2.1 การขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเครื่อง compression molding

1) นำเม็ดพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ผสมระหว่าง POM และ ZnO มาใส่ลงในแม่พิมพ์ (Mold) จนเต็ม ซึ่งสามารถขึ้นรูปชิ้นงานที่ใช้สำหรับทดสอบสมบัติแรงดึง (Tensile test) และทดสอบสมบัติการทนต่อแรงกระแทก (Impact test) ได้พร้อมกัน

2) สภาวะการทำงานของเครื่อง compression molding คือ ใช้ความร้อน 190 °C เป็นเวลา 15 นาที

3) ปิดเครื่องให้ความร้อนและรอจนอุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิ 80 °C

4) นำชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์

2.3.2.2 การขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเครื่อง injection molding

นำเม็ดพอลิเมอร์เสริมองค์ประกอบที่อบไล่ความชื้นแล้วมาบรรจุลงในเครื่อง injection molding แล้วฉีดเข้าแม่พิมพ์เพื่อขึ้นรูปเป็นชิ้นงานที่ใช้สำหรับทดสอบสมบัติแรงดึงและทดสอบสมบัติการทนต่อแรงกระแทกโดยทำการฉีดขึ้นรูปพร้อมกัน โดยสภาวะการทำงานของเครื่อง injection molding ได้แสดงดังตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 แสดงสภาวะการทำงานของเครื่อง Injection molding

พอลิเมอร์	ความเร็ว รอบสกรู	อุณหภูมิในการผสม POM กับอนุภาค ZnO		
		T ₀	T ₁	T ₂
POM	50 rpm	190 °C	185 °C	180 °C

2.3.3 การศึกษาสมบัติเชิงกล (Mechanical properties)

2.3.3.1 การทดสอบสมบัติแรงดึง (Tensile test)

วัดขนาดพื้นที่รับแรงของชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิต จากนั้นนำชิ้นงานมาทดสอบแรงดึง โดยอัตราเร็วที่ใช้ในการดึงเท่ากับ 50 มิลลิเมตรต่อนาที ใช้ load cell ขนาด 50 kN ด้วยเครื่อง universal testing ผลการทดลองได้ค่าเฉลี่ยของผลการทดสอบจำนวน 5 ค่า

2.3.3.2 การทดสอบสมบัติการทนต่อแรงกระแทก (Impact test)

นำชิ้นงานที่ได้จากการขึ้นรูปมาทำการทดสอบ โดยใช้การทดสอบแบบชาร์ปี (Charpy) ซึ่งก่อนจะทำการทดสอบต้องบากชิ้นงานด้วยเครื่องทำรอยบาก ดังแสดงในรูปที่ 2.12 และวัดพื้นที่หน้าตัดของชิ้นงานทดสอบบริเวณที่จะรับแรงกระแทกด้วยเวอร์เนียคาลิเปอร์ จากนั้นนำชิ้นงานวางบนแท่นรับในแนวนอนโดยไม่มีการจับยึด ซึ่งชิ้นงานจะรับแรงกระแทกจากลูกตุ้มทางด้านที่ไม่มีรอยบาก

2.3.4 การทดสอบสมบัติทางความร้อน (Thermal properties)

2.3.4.1 การทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง Differential scanning calorimetry (DSC)

การทดสอบด้วยวิธี DSC เป็นการศึกษาสมบัติทางความร้อนของสาร ในการทดสอบจะให้ความร้อนแก่ชิ้นงานที่ถูกอัดใน Pan ตั้งแต่ 50 – 250 °C และแสดงผลออกมาในรูปกราฟการไหลของความร้อน (Heat flow) กับอุณหภูมิที่เรียกว่า DSC Thermogram เมื่ออินทิเกรตพื้นที่ใต้พีคที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงสถานะ (Transition) ของสาร จะได้พลังงานความร้อนที่ใช้ในการเปลี่ยนสถานะ (Enthalpy of fusion, ΔH) เพื่อนำมาคำนวณหา % crystallinity ของชิ้นงาน โดยสภาวะการทดลองในแต่ละขั้นตอนมีดังนี้

- 1) ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 50 °C เป็นเวลา 1 นาที
- 2) เพิ่มอุณหภูมิจาก 50 °C จนถึง 250 °C ด้วยอัตรา 10 °C/นาที
- 3) ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 250°C เป็นเวลา 1 นาที
- 4) ลดอุณหภูมิจาก 250 °C จนถึง 50 °C ด้วยอัตรา 10 °C/นาที
- 5) ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 50 °C เป็นเวลา 1 นาที
- 6) เพิ่มอุณหภูมิจาก 50 °C จนถึง 250 °C ด้วยอัตรา 10 °C/นาที
- 7) ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 250 °C เป็นเวลา 1 นาที

2.3.4.2 การทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง thermo gravimetric analyzer (TGA)

การทดสอบด้วยวิธี TGA เป็นการศึกษาความเสถียรทางความร้อนของสาร และวิเคราะห์หาส่วนประกอบต่างๆของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่สลายตัว ซึ่งทดสอบการทดลองภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน โดยวัดน้ำหนักที่เปลี่ยนไปของสารเมื่อได้รับความร้อน ซึ่งสภาวะที่ใช้ทดสอบ คือ

- 1) ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 50 °C เป็นเวลา 1 นาที
- 2) เพิ่มอุณหภูมิจาก 100 °C จนถึง 400 °C ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 °C/นาที

2.3.5 การทดสอบโครงสร้างพื้นฐานด้วยเทคนิค Scanning electron microscope (SEM)

การตรวจสอบโครงสร้างพื้นฐานสำหรับงานวิจัยนี้จะนำตัวอย่างพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ผ่านการทดสอบสมบัติการทนต่อแรงกระแทก แล้วมาส่องดูโครงสร้างซึ่งเป็นบริเวณที่แตกหักเนื่องจากการทดสอบโดยก่อนที่จะนำตัวอย่างไปส่อง จะต้องเคลือบทองด้วยเครื่อง sputter coater 108 เป็นเวลา 2 นาที แล้วจึงนำชิ้นงานที่ได้ไปเข้าเครื่องทดสอบ SEM ภายในสุญญากาศ ใน chamber 0.001-0.0001 มิลลิบาร์ แล้วใช้สัญญาณในการจับภาพแบบ secondary electron image

2.4 วิธีการทดลองของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO₂

2.4.1 การเตรียมเม็ดพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ TiO₂

2.4.1.1 นำเม็ดพอลิเมอร์ PP และผง TiO₂ ไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นเก็บไว้ใน desiccator เพื่อป้องกันความชื้น

2.4.1.2 ชั่งน้ำหนักเม็ด PP และผง TiO₂ เพื่อเตรียมการผสม โดยส่วนผสมมีความเข้มข้นต่างๆ คือ 0%, 0.5%, 1.0%, 2.0%, 4.0%, 6.0%, 8.0% และ 12.0% โดยน้ำหนัก ในชุดแรก

2.4.1.3 นำส่วนผสมแต่ละอัตราส่วนไปผสมกันด้วยเครื่อง Twin screw extruder ให้ครบจำนวนตามน้ำหนักที่กำหนดไว้

2.4.1.4 นำเม็ดพอลิเมอร์ที่ผ่านการผสมเรียบร้อยแล้วไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นเก็บไว้ใน desiccator เพื่อป้องกันความชื้นอีกครั้ง

2.4.2 การขึ้นรูปชิ้นงานเพื่อใช้ในการทดสอบสมบัติต่าง ๆ

2.4.2.1 นำเม็ดพอลิเมอร์เสริมองค์ประกอบที่ผสมระหว่าง PP และ TiO₂ มาใส่ลงในแม่พิมพ์ (Mold) จนเต็ม ซึ่งสามารถขึ้นรูปชิ้นงานที่ใช้สำหรับทดสอบสมบัติการดึงยืด (Tensile test) และทดสอบความต้านทานแรงกระแทก (Impact test) ได้พร้อมกัน

2.4.2.2 สภาวะการทำงานของเครื่องอัดขึ้นรูปพลาสติก คือ ใช้ความร้อน 190 °C เป็นเวลา 20 นาที

2.4.2.3 ปิดเครื่องให้ความร้อนและรอจนอุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิ 80 °C

2.4.2.4 นำชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์

2.4.3 การศึกษาสมบัติเชิงกล (Mechanical properties)

2.4.3.1 การทดสอบสมบัติแรงดึง (Tensile test)

วัดขนาดพื้นที่รับแรงของชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิต จากนั้นนำชิ้นงานมาทดสอบแรงดึง โดยอัตราเร็วที่ใช้ในการดึงเท่ากับ 50 มิลลิเมตรต่อนาที ใช้ Load cell ขนาด 50 kN ด้วยเครื่อง Universal testing

2.4.3.2 การทดสอบสมบัติการทนต่อแรงกระแทก (Impact test)

นำชิ้นงานที่ได้จากการขึ้นรูปมาทำการทดสอบ โดยใช้การทดสอบแบบชาร์ปี (Charpy) ซึ่งก่อนจะทำการทดสอบต้องบากชิ้นงานด้วยเครื่องทำรอยบากและวัดพื้นที่หน้าตัดของชิ้นงานทดสอบบริเวณที่จะรับแรงกระแทกด้วยเวอร์เนียคาลิเปอร์ จากนั้นนำชิ้นงานวางบนแท่นรับในแนวนอนโดยไม่มีการจับยึด ซึ่งชิ้นงานจะรับแรงกระแทกจากลูกตุ้มทางด้านที่ไม่มีรอยบาก

2.4.4 การทดสอบสมบัติทางความร้อน (Thermal properties)

การทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA) เป็นการศึกษาความเสถียรทางความร้อนของสาร และวิเคราะห์ส่วนประกอบต่างๆของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่สลายตัว โดยวัดน้ำหนักที่เปลี่ยนไปของสารเมื่อได้รับความร้อน ซึ่งสภาวะที่ใช้ทดสอบ คือ

- 1) คงที่อุณหภูมิ 50 °C เป็นเวลา 1 นาที
- 2) เพิ่มอุณหภูมิจาก 50 °C จนถึง 550 °C ด้วยอัตรา 10 °C/นาที

2.4.5 การทดสอบโครงสร้างพื้นฐานด้วยเทคนิค Scanning electron microscope (SEM)

การตรวจสอบโครงสร้างพื้นฐานสำหรับงานวิจัยนี้จะนำตัวอย่างพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ผ่านการทดสอบ Impact testing แล้วมาส่งดูโครงสร้างซึ่งเป็นบริเวณที่แตกหักเนื่องจากการทดสอบ โดยก่อนที่จะนำตัวอย่างไปส่อง จะต้องเคลือบทองด้วยเครื่อง Sputter coater 108 เป็นเวลา 2 นาที แล้วจึงนำชิ้นงานที่ได้ไปเข้าเครื่องทดสอบ SEM ภายในสุญญากาศใน Chamber 0.001-0.0001 มิลลิบาร์ แล้วใช้สัญญาณในการจับภาพแบบ Secondary electron image

บทที่ 3

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

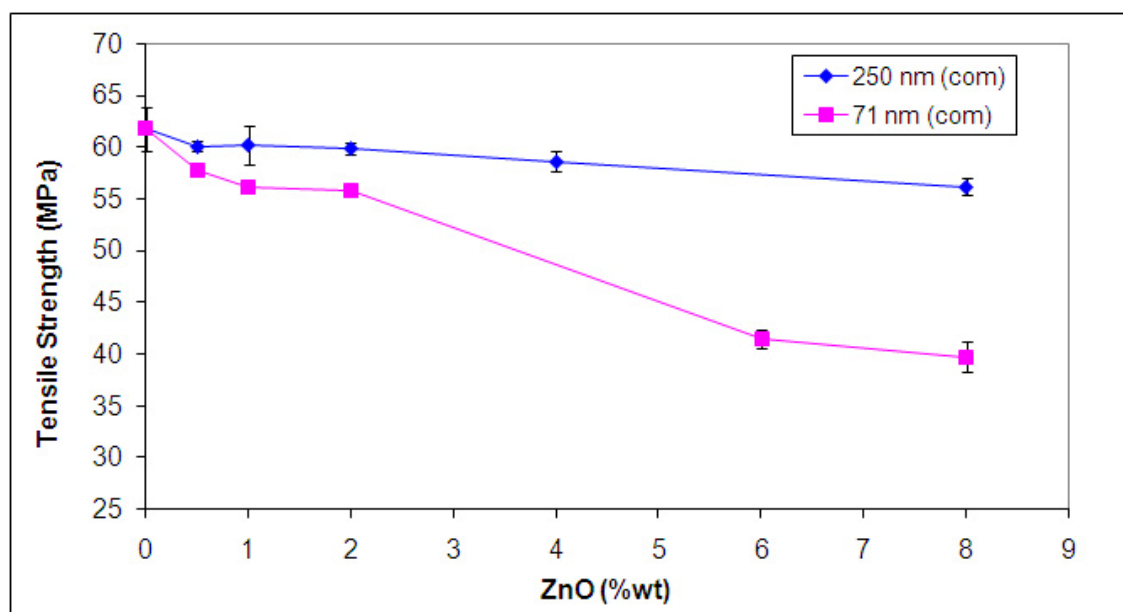
ส่วนที่ 1 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO

3.1 สมบัติทางกลของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO

3.1.1 สมบัติการทนต่อแรงดึง (Tensile strength)

3.1.1.1 ผลของขนาดอนุภาค ZnO ที่มีต่อค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิต ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป

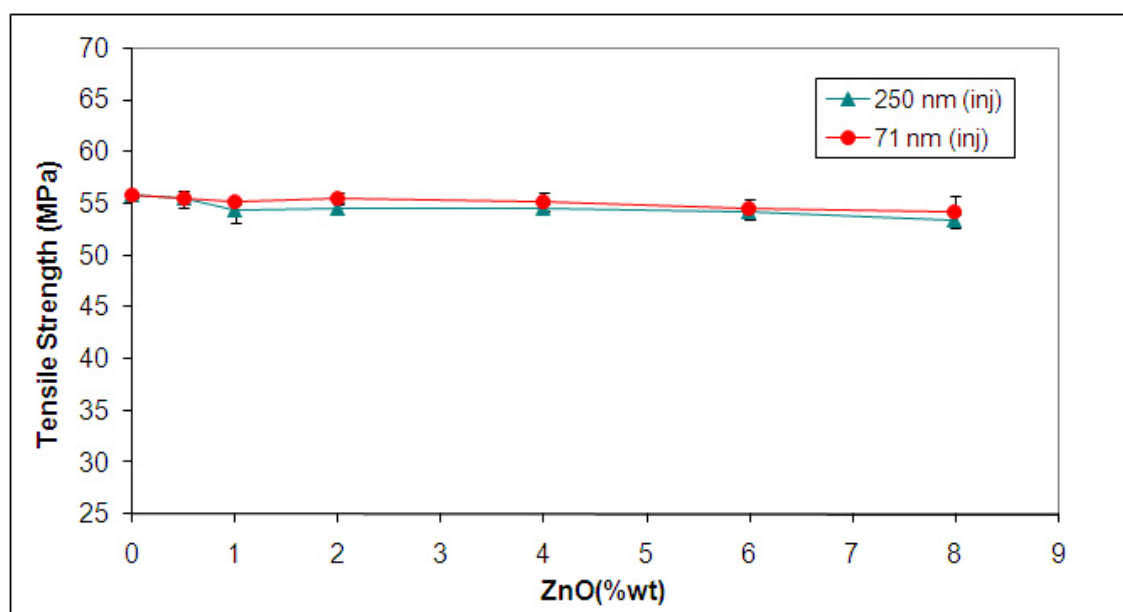
จากการเปรียบเทียบขนาดของอนุภาค ZnO ที่ใช้เติมลงในพอลิเมอร์คอมโพสิต ซึ่งขึ้นรูปขึ้นงานด้วยวิธีเดียวกันคือ การอัดเข้าแม่พิมพ์นั้น พบว่า ค่า Tensile strength มีแนวโน้มลดลงเมื่อเติมอนุภาค ZnO ในปริมาณที่เพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 3.1 ซึ่งสาเหตุที่ค่า Tensile strength มีแนวโน้มลดลงเกิดเนื่องจากเมื่อเติม ZnO ในปริมาณที่เพิ่มขึ้น อนุภาค ZnO จะเกิดการรวมกลุ่มกันภายในชิ้นงานพอลิเมอร์ ส่งผลให้ชิ้นงานสามารถรับแรงดึงได้น้อยลง แต่เมื่อเปรียบเทียบขนาดอนุภาค พบว่าเมื่อเติม ZnO ขนาด 71 nm แล้วค่า Tensile strength จะลดลงมากกว่าเมื่อเติม ZnO ขนาด 250 nm ซึ่งเกิดเนื่องจาก ZnO ที่มีขนาดอนุภาคเล็กจะเกิดการรวมกลุ่มได้ง่ายกว่า ทำให้เกิดกลุ่มก้อนของ ZnO จำนวนมาก ซึ่งจะแสดงให้เห็นได้จากรูป SEM [7-9]



รูปที่ 3.1 แสดงค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่มีขนาดอนุภาค 71 nm และ 250 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป

3.1.1.2 ผลของขนาดอนุภาค ZnO ที่มีต่อค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิต ที่ขึ้นรูปโดยวิธีฉีดขึ้นรูป

จากผลการทดสอบพบว่าค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิต ที่ขึ้นรูปโดยวิธีฉีดขึ้นรูป มีแนวโน้มลดลงทั้งคู่ เมื่อเติมอนุภาค ZnO ที่มีขนาด 71 nm และ 250 nm ในปริมาณที่มากขึ้น แต่ค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่เติม ZnO ขนาด 250 nm จะมีค่าต่ำกว่า เมื่อเติม ZnO ในปริมาณที่เท่ากัน ดังแสดงในรูปที่ 3.2 ซึ่งเหตุที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากการขึ้นรูปแบบฉีดเข้าแม่พิมพ์นั้น สารโพลิเมอร์จะเกิดการเรียงตัวเป็นเส้นตรงตามแนวยาวของชิ้นงาน ซึ่งเมื่อเติม ZnO ขนาด 71 nm ลงไปแล้วจะขัดขวางการจัดเรียงตัวของสารโพลิเมอร์น้อยกว่า จึงส่งผลให้ชิ้นงานสามารถรับแรงได้ดี ค่า Tensile strength จึงมีค่าสูงกว่า [7-8]

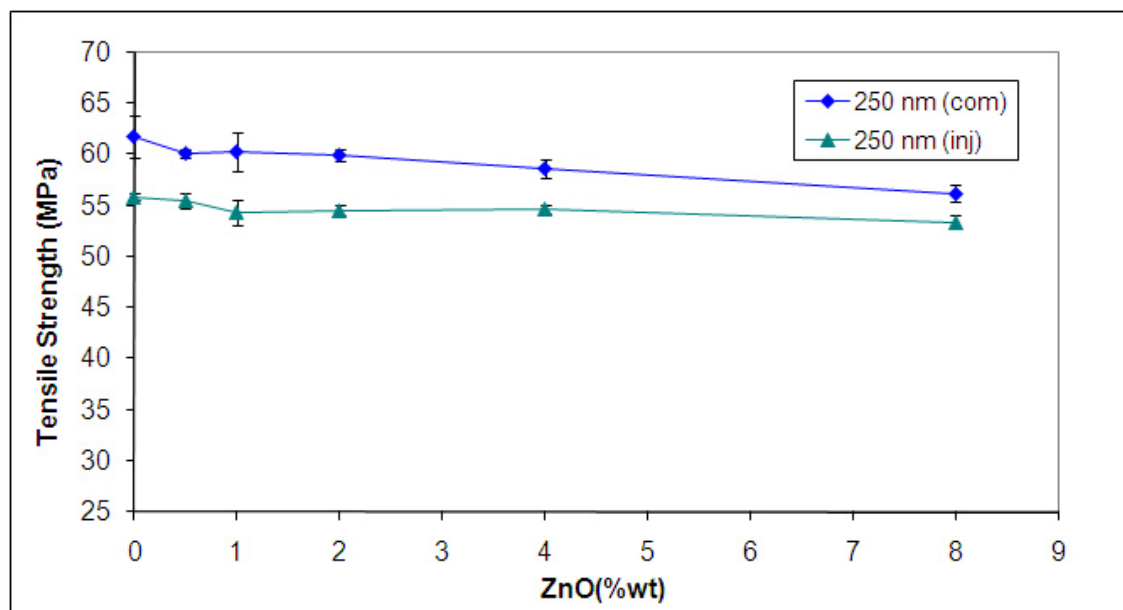


รูปที่ 3.2 แสดงค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่มีขนาดอนุภาค 71 nm และ 250 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีฉีดขึ้นรูป

3.1.1.3 ผลของวิธีการขึ้นรูปที่มีต่อค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิต ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาด 250 nm

รูปที่ 3.3 เป็นการเปรียบเทียบวิธีการขึ้นรูปชิ้นงานระหว่างการขึ้นรูปแบบอัดเข้าแม่พิมพ์กับวิธีฉีดเข้าแม่พิมพ์ ซึ่งขนาดของอนุภาค ZnO ที่เติมเข้าป้อนนั้นมีค่าเท่ากัน คือ 250 nm พบว่าค่า Tensile strength มีแนวโน้มลดลงทั้งคู่ เมื่อปริมาณอนุภาค ZnO ที่เติมลงไปนั้นมีค่ามากขึ้น แต่โดยทั่วไปแล้วค่า Tensile strength ของชิ้นงานที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดเข้าแม่พิมพ์นั้น จะมีค่าสูงกว่า การขึ้นรูปโดยวิธีฉีดเข้าแม่พิมพ์ที่เติมอนุภาค ZnO ลงในชิ้นงานพอลิเมอร์ในปริมาณที่เท่ากัน ซึ่งสาเหตุเกิดเนื่องจากการขึ้นรูปแบบฉีดเข้าแม่พิมพ์นั้น สายโพลิเมอร์จะถูกตัดให้สั้นลงด้วยแรง

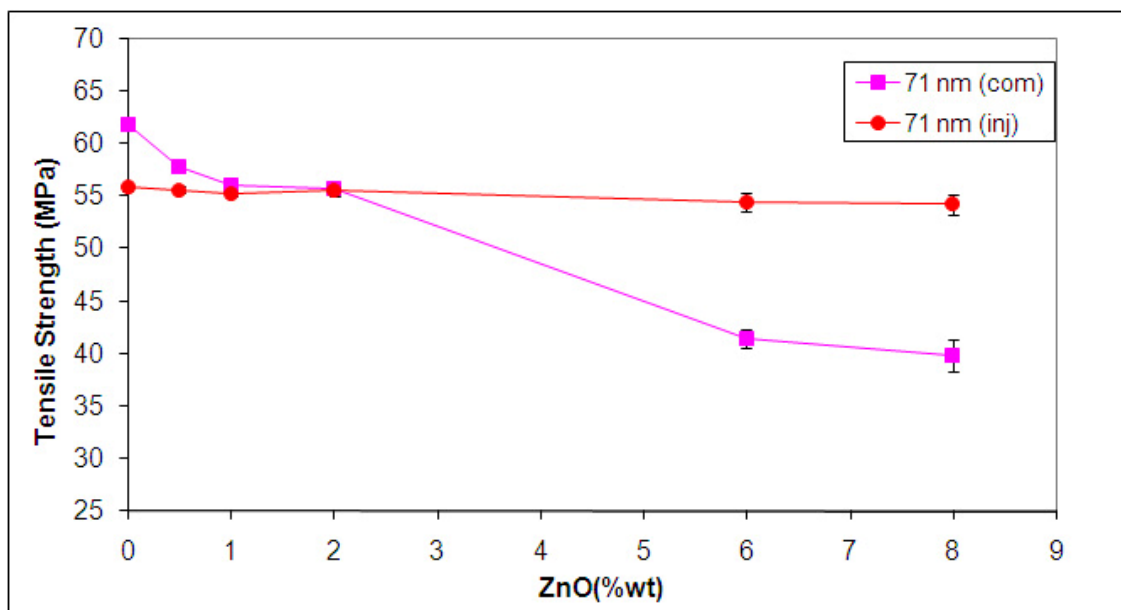
หมุนของสกรู ทำชิ้นงานมีความแข็งแรงน้อยกว่า ดังนั้นค่า Tensile strength จึงมีค่าต่ำลงด้วย [10]



รูปที่ 3.3 แสดงค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาดอนุภาค 250 nm

3.1.1.4 ผลของวิธีการขึ้นรูปที่มีต่อค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิต ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาด 71 nm

จากผลการทดสอบหาค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิต ที่ถูกเติมด้วยอนุภาค ZnO ที่มีขนาด 71 nm นั้น พบว่า เมื่อทำการขึ้นรูปด้วยวิธีอัดเข้าแม่พิมพ์นั้น ค่า Tensile strength จะลดลงอย่างรวดเร็วเมื่อปริมาณของอนุภาค ZnO ที่เติมลงไปมีค่าเพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 3.4 ซึ่งเกิดเนื่องจากการขึ้นรูปแบบอัดเข้าแม่พิมพ์นั้นไม่สามารถทำให้อนุภาค ZnO ที่มีขนาด 71 nm กระจายตัวได้อย่างสม่ำเสมอ จึงเกิดการเกาะกลุ่มเป็นก้อน ชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตจึงรับแรงดึงได้ลดลง ส่วนการขึ้นรูปด้วยวิธีฉีดเข้าแม่พิมพ์นั้น ค่า Tensile strength จะลดลงเพียงเล็กน้อย เมื่อปริมาณ ZnO ที่เติมลงไปมีค่ามากขึ้น [10]



รูปที่ 3.4 แสดงค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาดอนุภาค 71 nm

3.1.2 สมบัติ Young's modulus

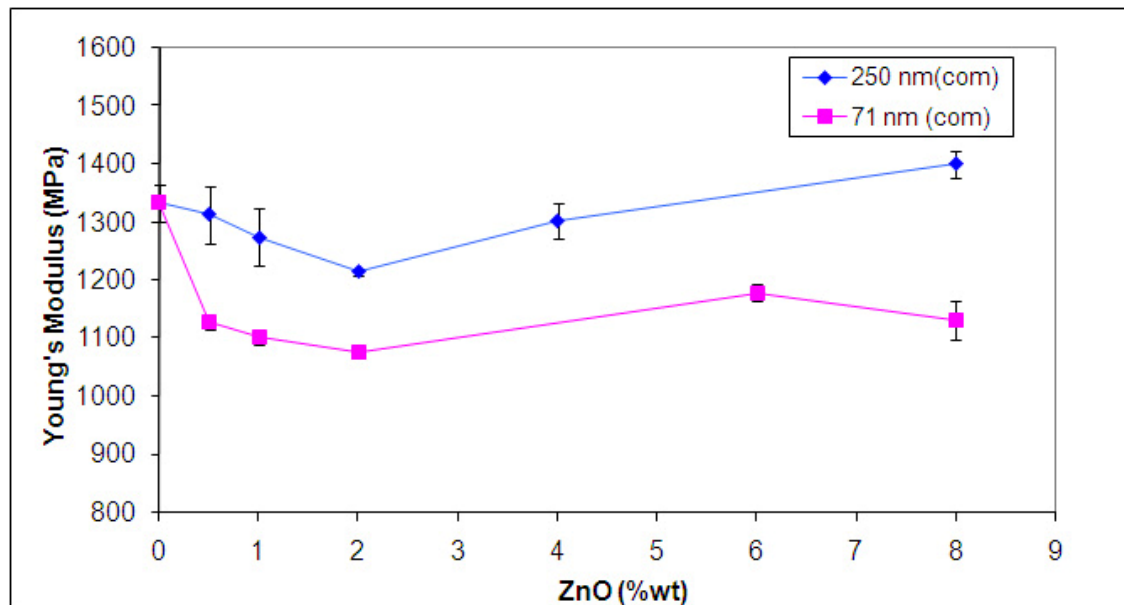
3.1.2.1 ผลของขนาดอนุภาค ZnO ที่มีต่อค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป

รูปที่ 3.5 แสดงค่า Young's modulus ของการทดสอบชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ขึ้นรูปด้วยการอัดขึ้นรูป พบว่า เมื่อเติมอนุภาค ZnO ทั้งที่มีขนาด 71 nm และ 250 nm ลงไปในปริมาณเพียงเล็กน้อย คือ 0.5%, 1%, และ 2% โดยน้ำหนัก จะส่งผลให้ค่า Young's modulus มีค่าลดลง แต่เมื่อเพิ่มปริมาณของ ZnO ที่ 4% โดยน้ำหนักขึ้นไปแล้ว แนวโน้มของค่า Young's modulus นั้นจะมีค่าสูงขึ้น ยกเว้นแต่เมื่อเติมอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm ลงไป 8% โดยน้ำหนักจะส่งผลให้ค่า Young's modulus ลดลง และเมื่อเปรียบเทียบขนาดของอนุภาค ZnO ที่เติมลงไปพบว่า เมื่อเติมอนุภาค ZnO ที่มีขนาด 250 nm จะมีค่า Young's modulus สูงกว่าที่เติมอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm เนื่องจากอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm ที่ถูกเติมลงในเนื้อพอลิเมอร์นั้นสามารถกระจายตัวได้ดี เกิดการเกาะกลุ่มกันจำนวนน้อย [11]

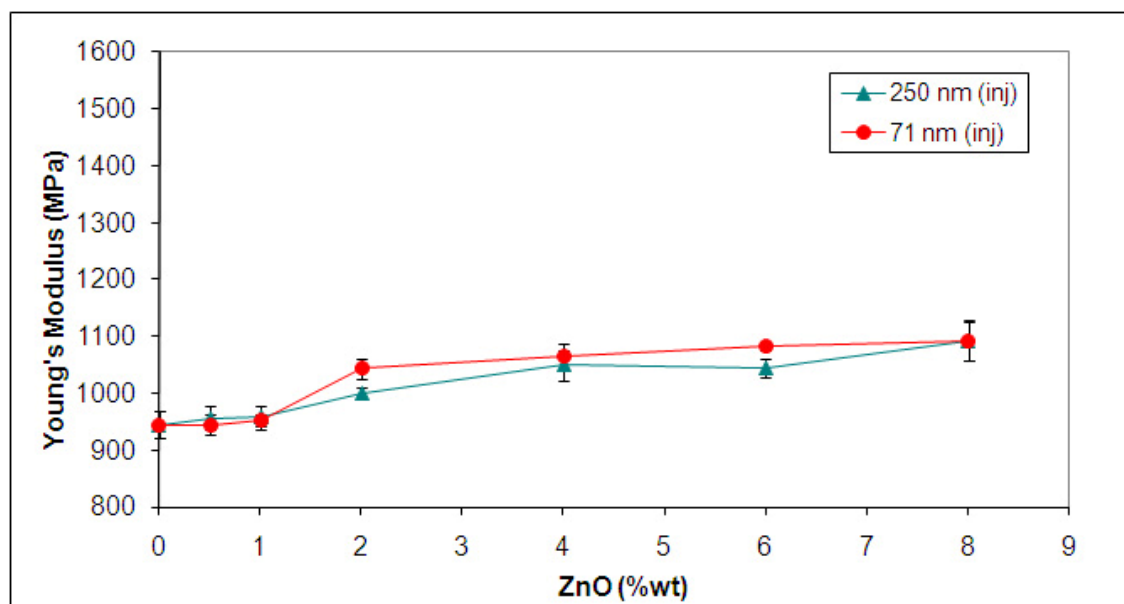
3.1.2.2 ผลของขนาดอนุภาค ZnO ที่มีต่อค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ขึ้นรูปโดยวิธีฉีดขึ้นรูป

รูปที่ 3.6 แสดงผลของอนุภาค ZnO ที่มีต่อค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ขึ้นรูปด้วยวิธีฉีดขึ้นรูป จะพบว่า ค่า Young's modulus มีแนวโน้มสูงขึ้นตามปริมาณ ZnO ที่เติมลงไป แต่เมื่อเปรียบเทียบขนาดของอนุภาค พบว่า เมื่อเติมอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm จะให้ค่า Young's modulus ที่สูงกว่าการเติม ZnO ขนาด 250 nm ซึ่งสาเหตุที่ผลเป็นเช่นนี้

เนื่องจากการขึ้นรูปแบบฉีดเข้าแม่พิมพ์นั้น สารโพลิเมอร์จะเกิดการเรียงตัวเป็นเส้นตรงตามแนวยาวของชิ้นงาน ซึ่งเมื่อเติม ZnO ขนาด 71 nm ลงไปแล้วจะขัดขวางการจัดเรียงตัวของสายโพลิเมอร์น้อยกว่า จึงส่งผลให้ค่า Young's modulus มีค่าสูงกว่า [11-12]



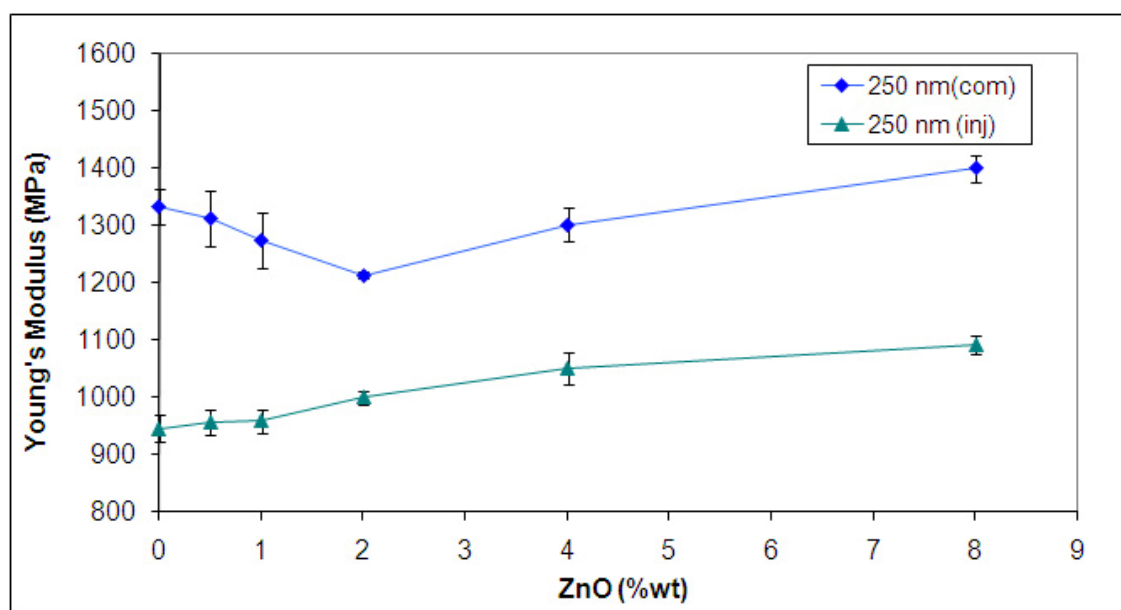
รูปที่ 3.5 แสดงค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่มีขนาดอนุภาค 71 nm และ 250 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป



รูปที่ 3.6 แสดงค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่มีขนาดอนุภาค 71 nm และ 250 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีฉีดขึ้นรูป

3.1.2.3 ผลของวิธีการขึ้นรูปที่มีต่อค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิต ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาด 250 nm

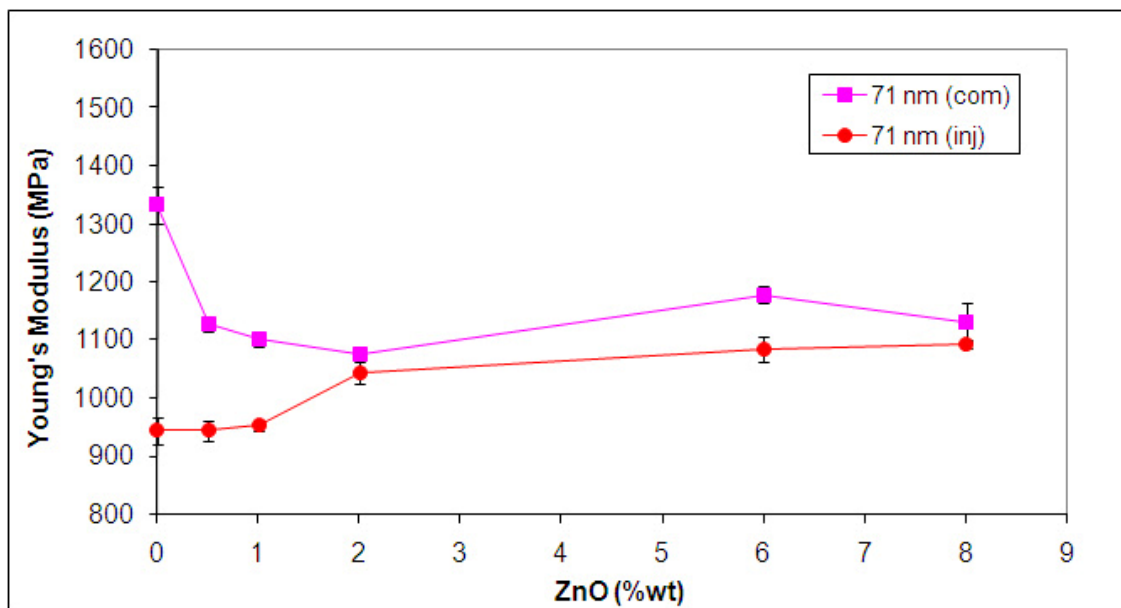
จากรูปที่ 3.7 แสดงผลการทดสอบพอลิเมอร์คอมโพสิต โดยเปรียบเทียบค่า Young's modulus ที่ได้จากการทดสอบชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป ซึ่งอนุภาคที่เติมลงไปมีขนาดเท่ากัน คือ 250 nm พบว่า ค่า Young's modulus ที่ได้จากวิธีอัดขึ้นรูปจะมีค่าสูงกว่าค่า Young's modulus ที่ได้จากวิธีฉีดขึ้นรูป ซึ่งสาเหตุเกิดเนื่องจากการขึ้นรูปด้วยวิธีฉีดเข้าแม่พิมพ์นั้น สารโพลิเมอร์จะถูกตัดให้สั้นลงด้วยแรงหมุนของสกรูภายในเครื่องฉีดเข้าแม่พิมพ์ จึงส่งผลให้ค่า Young's modulus มีค่าต่ำกว่า



รูปที่ 3.7 แสดงค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาดอนุภาค 250 nm

3.1.2.4 ผลของวิธีการขึ้นรูปที่มีต่อค่า Young's Modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิต ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาด 71 nm

จากผลการทดลองพบว่า เมื่อนำเม็ดพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ถูกเติมด้วย ZnO ขนาด 71 nm มาทำการขึ้นรูปด้วยวิธีอัดขึ้นรูป จะให้ค่า Young's modulus สูงกว่า การขึ้นรูปด้วยวิธีการฉีดขึ้นรูป ดังแสดงในรูปที่ 3.8 ซึ่งสาเหตุเกิดเนื่องจากการขึ้นรูปด้วยวิธีฉีดเข้าแม่พิมพ์นั้น สารโพลิเมอร์จะถูกตัดให้สั้นลงด้วยแรงหมุนของสกรู จึงส่งผลให้ชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตเปลี่ยนรูปได้ง่าย ทำให้ค่า Young's modulus มีค่าต่ำกว่า

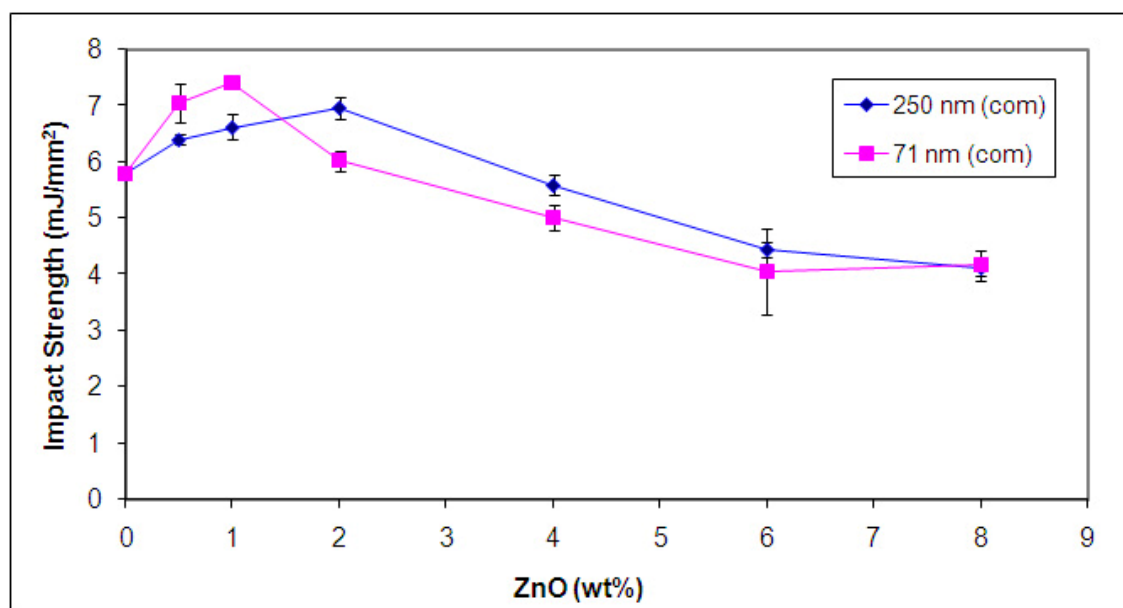


รูปที่ 3.8 แสดงค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาดอนุภาค 71 nm

3.1.3 สมบัติการทนต่อแรงกระแทก (Impact strength)

3.1.3.1 ผลของขนาดอนุภาค ZnO ที่มีต่อค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป

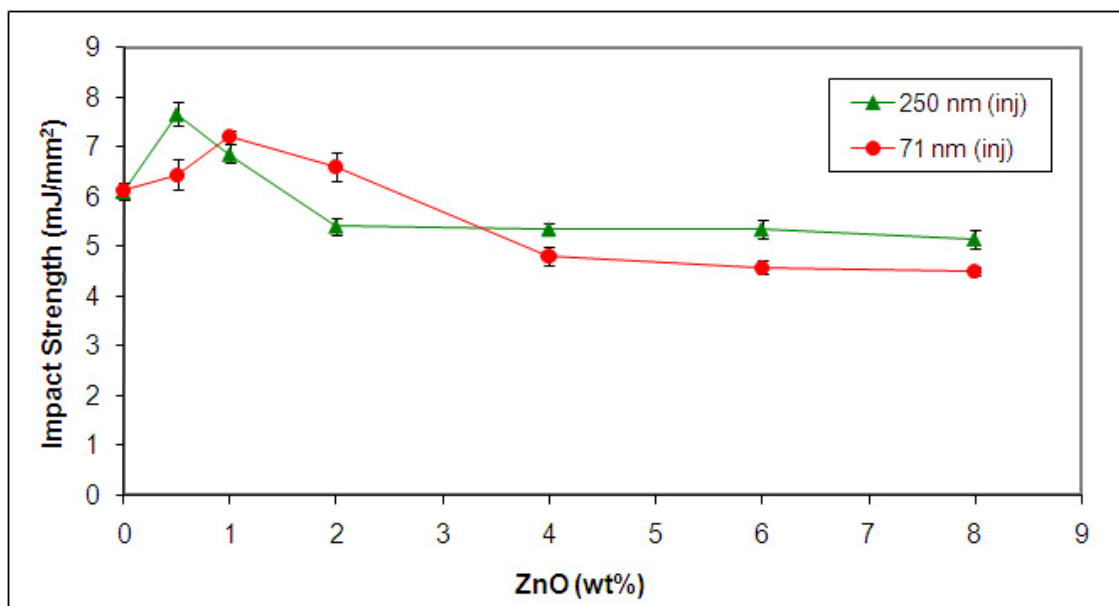
จากการทดลองพบว่าเมื่อเติมอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm ลงไปในเนื้อพอลิเมอร์ในปริมาณเล็กน้อย จะส่งผลให้ค่า Impact strength มีค่าสูง และมีค่าสูงสุดเมื่อเติมอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm ลงไป 1% โดยน้ำหนัก แต่เมื่อเพิ่มปริมาณการเติมอนุภาค ZnO ลงไปมากกว่านี้ จะส่งผลให้ค่า Impact strength ลดต่ำลง ดังแสดงในรูปที่ 3.9 ซึ่งเกิดขึ้นจากเมื่อเติมอนุภาค ZnO ลงไปในปริมาณน้อย อนุภาค ZnO จะกระจายตัวได้อย่างสม่ำเสมอ ดังนั้นเมื่อชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตได้รับแรงกระแทกจากลูกตุ้ม จึงสามารถส่งถ่ายแรงไปยังตัวอนุภาค ZnO ที่กระจายอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์ได้อย่างสม่ำเสมอทั่วทั้งชิ้นงาน ซึ่งตัวอนุภาค ZnO จะสามารถดูดซับแรงได้มากกว่า ทำให้ชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตสามารถรับแรงได้มากขึ้น แต่เมื่อเพิ่มปริมาณอนุภาค ZnO ที่เติมตั้งแต่ 2% โดยน้ำหนักขึ้นไปแล้วจะส่งผลให้เกิดการเกาะกลุ่มของ ZnO ภายในชิ้นงาน ทำให้เมื่อได้รับแรงกระแทกจากลูกตุ้มแล้วไม่สามารถกระจายแรงได้อย่างสม่ำเสมอ ซึ่งส่งผลให้ชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตแตกหักได้ง่ายขึ้น ดังนั้นค่า Impact strength จึงลดลง แต่เมื่อมาพิจารณาการเติมอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm พบว่าชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ถูกเติมด้วย ZnO ในปริมาณน้อย คือตั้งแต่ 0.5-2% โดยน้ำหนักจะมีค่า Impact strength สูงขึ้น และจะลดต่ำลงเมื่อเติมอนุภาค ZnO ในปริมาณมากขึ้น ซึ่งมีสาเหตุเดียวกับการเติมอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm [7-8,11]



รูปที่ 3.9 แสดงค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่มีขนาดอนุภาค 71 nm และ 250 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป

3.1.3.2 ผลของขนาดอนุภาค ZnO ที่มีต่อค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ขึ้นรูปโดยวิธีฉีดขึ้นรูป

จากผลการทดลองพบว่าเมื่อทำการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยวิธีฉีดเข้าแม่พิมพ์ ค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่เติมอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm จะมีค่าสูงที่สุดเมื่อเติมลงไป ในปริมาณ 0.5% โดยน้ำหนัก และค่า Impact strength จะลดลงเมื่อเติมอนุภาค ZnO ในปริมาณมากขึ้น แต่เมื่อพิจารณาพอลิเมอร์คอมโพสิตที่เติมอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm จะมีค่า Impact strength สูงสุดเมื่อเติมอนุภาค ZnO ลงไปในปริมาณ 1% โดยน้ำหนัก และค่า Impact strength จะลดลงเมื่อเติมอนุภาค ZnO ในปริมาณมากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 3.10 ซึ่งจากผลการทดลองจะเห็นว่าแนวโน้ม ค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่เติมอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm และ 250 nm มีค่าเหมือนกัน คือ ที่ความเข้มข้นต่ำ ๆ ค่า Impact strength จะมีค่าสูง เนื่องจากอนุภาค ZnO กระจายตัวในเนื้อพอลิเมอร์ได้ดี จึงสามารถรับแรงกระแทกได้มาก แต่เมื่อเติมปริมาณของอนุภาค ZnO เพิ่มขึ้นค่า Impact strength จะลดต่ำลง เนื่องจากเกิดการเกาะกลุ่มของอนุภาค ZnO [8,11]



รูปที่ 3.10 แสดงค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่มีขนาดอนุภาค 71 nm และ 250 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีฉีดขึ้นรูป

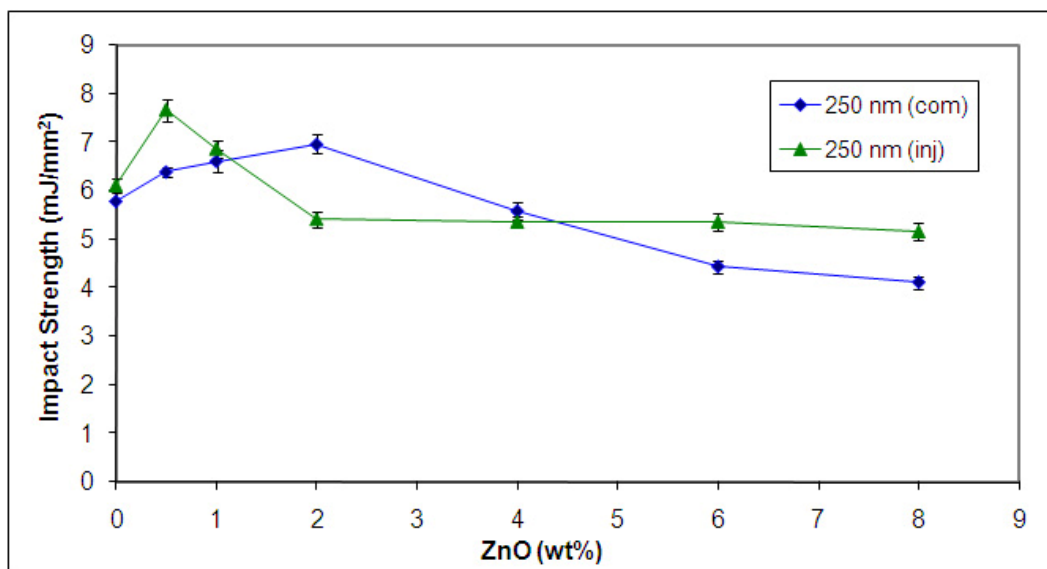
3.1.3.3 ผลของวิธีการขึ้นรูปที่มีต่อค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิต ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาด 250 nm

จากรูปที่ 3.11 แสดงค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ถูกเติมด้วยอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm พบว่าเมื่อทำการขึ้นรูปโดยวิธีฉีดเข้าแม่พิมพ์ค่า Impact strength จะมีค่าสูงที่สุดเมื่อเติมอนุภาค ZnO ในปริมาณ 0.5% โดยน้ำหนักและค่า Impact strength จะมีค่าลดลงเมื่อเติมอนุภาค ZnO ในปริมาณมากขึ้น ซึ่งแสดงว่าที่ความเข้มข้นต่ำ การขึ้นรูปแบบฉีดเข้าแม่พิมพ์สามารถทำให้อนุภาค ZnO กระจายตัวได้ดี เพราะปริมาณของอนุภาค ZnO มีน้อยทำให้เกิดการเกาะกลุ่มได้ยาก ส่วนการขึ้นรูปโดยวิธีอัดเข้าแม่พิมพ์นั้นค่า Impact strength จะมีค่าสูงเมื่อเติมอนุภาค ZnO ในปริมาณมากขึ้นและมีค่าสูงสุดเมื่อเติมอนุภาค ZnO ในปริมาณ 2% โดยน้ำหนัก และค่า Impact strength จะลดลงเมื่อเติมอนุภาค ZnO ในปริมาณเพิ่มมากขึ้นไปอีก ซึ่งแสดงให้เห็นว่าที่ความเข้มข้นต่ำการกระจายตัวของอนุภาคเกิดขึ้นได้ดีทำให้สามารถรับแรงกระแทกได้มาก ดังค่า Impact strength จึงมีค่าสูง ส่วนเมื่อเพิ่มปริมาณอนุภาค ZnO ให้มากขึ้นจะทำให้เกิดการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อน ทำให้ชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตรับแรงกระแทกได้น้อยลง

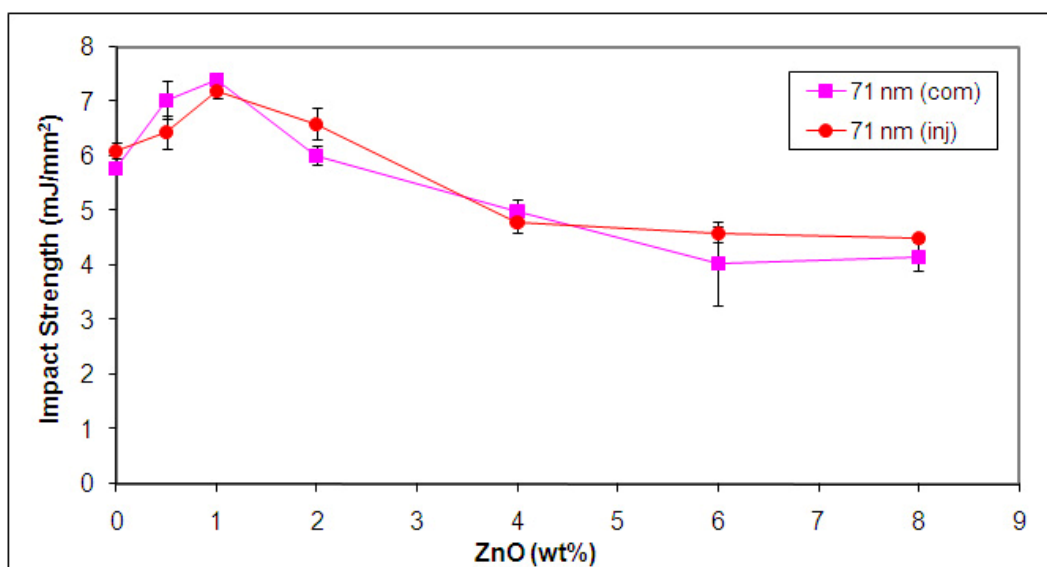
3.1.3.4 ผลของวิธีการขึ้นรูปที่มีต่อค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิต ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาด 71 nm

จากผลการทดลองพบว่าเมื่อทำการเติมอนุภาค ZnO ขนาดอนุภาค 71 nm ลงในพอลิเมอร์คอมโพสิต ซึ่งขึ้นรูปขึ้นงานโดยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป พบว่าแนวโน้มของผลการทดสอบมีค่าไปในแนวทางเดียวกัน คือ เมื่อเติมอนุภาค ZnO ลงในปริมาณเล็กน้อย ค่า Impact strength

จะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ซึ่งมีค่าสูงสุดเมื่อเติมอนุภาค ZnO ลงไป 1% โดยน้ำหนัก แต่เมื่อเติมอนุภาค ZnO ในปริมาณเพิ่มมากขึ้น ตั้งแต่ 2% โดยน้ำหนักขึ้นไป ค่า Impact strength จะมีแนวโน้มลดลง ดังแสดงในรูปที่ 3.12 ซึ่งแสดงว่าการขึ้นรูปทั้งสองวิธีนี้ สามารถทำให้อนุภาค ZnO ขนาด 71 nm กระจายตัวอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์ได้ดีพอกัน ผลการทดสอบค่า Impact strength จึงมีค่าใกล้เคียงกันมาก



รูปที่ 3.11 แสดงค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาดอนุภาค 250 nm

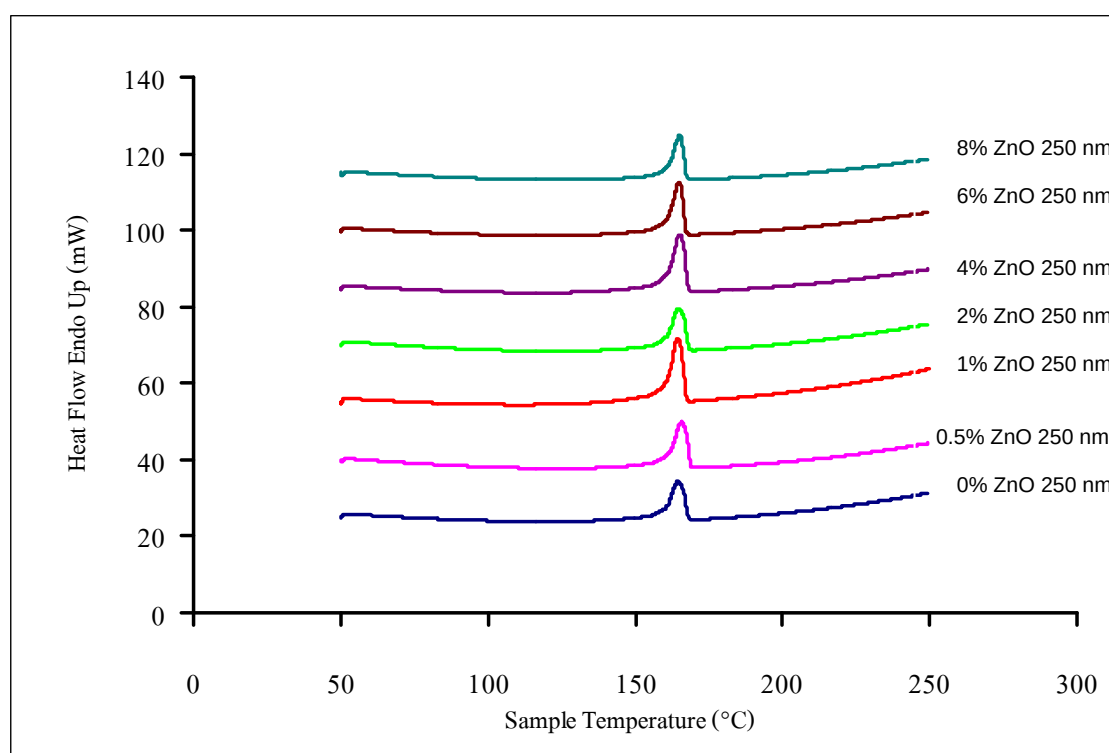


รูปที่ 3.12 แสดงค่า Impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูปและฉีดขึ้นรูป ซึ่งอนุภาค ZnO ที่เติมมีขนาดอนุภาค 71 nm

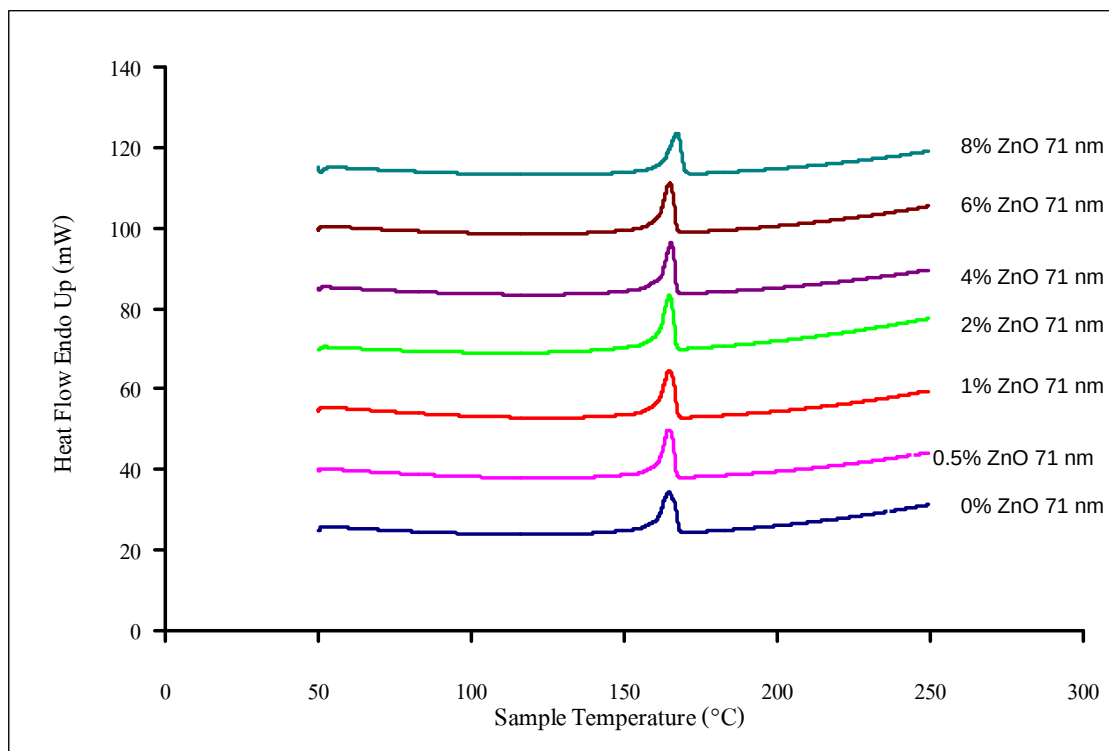
3.2 สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO

3.2.1 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตด้วยเครื่อง DSC

จากรูปที่ 3.13 และรูปที่ 3.14 แสดงให้เห็นว่า เมื่อเติมอนุภาค ZnO ทั้งที่มีขนาด 71 nm และ 250 nm ลงในเนื้อพอลิเมอร์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ จะไม่ส่งผลให้อุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิเมอร์คอมโพสิตเปลี่ยนแปลงไปจากอุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิเมอร์บริสุทธิ์ คือ มีอุณหภูมิคงที่ที่ประมาณ 164.97 ± 0.38 °C ซึ่งสาเหตุที่เป็นเช่นนี้เนื่องจาก อนุภาค ZnO ที่ถูกเติมลงในเนื้อพอลิเมอร์นั้นมีอุณหภูมิหลอมเหลวที่สูงมาก ดังนั้นเมื่อพอลิเมอร์คอมโพสิตได้รับความร้อน จะมีเพียงเนื้อของพอลิเมอร์เท่านั้นที่เกิดการหลอมเหลว ทำให้อุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีแนวโน้มคงที่



รูปที่ 3.13 แสดงค่าอุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิเมอร์ที่ถูกเติมด้วยอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ



รูปที่ 3.14 แสดงค่าอุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิเมอร์ที่ถูกเติมด้วยอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ

3.2.2 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตด้วยเครื่อง TGA

จากผลการทดลองพบว่า เมื่อเติมอนุภาค ZnO ลงในพอลิเมอร์ในปริมาณเพิ่มขึ้น จะส่งผลให้ค่าอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่าสูงขึ้น ซึ่งเกิดเนื่องจากเมื่อให้ความร้อนแก่ชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตแล้ว อนุภาค ZnO ที่กระจายตัวอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์ จะทำหน้าที่ดูดซับพลังงานความร้อนนั้นเอาไว้ ทำให้ต้องเพิ่มปริมาณความร้อนจนอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่าสูงขึ้น [13] ซึ่งข้อมูลอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ แสดงอยู่ในตารางที่ 3.1 และตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 แสดงอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติม ZnO ขนาด 250 nm

ความเข้มข้น	อุณหภูมิที่พอลิเมอร์คอมโพสิตสลายตัว ($^{\circ}\text{C}$)	
	5% โดยน้ำหนัก	50% โดยน้ำหนัก
0% ZnO 250 nm	297.2	350.4
0.5% ZnO 250 nm	305.8	360.2
1% ZnO 250 nm	306.7	360.8
2% ZnO 250 nm	307.3	361.1
4% ZnO 250 nm	318.3	364.1
6% ZnO 250 nm	321.6	365.4

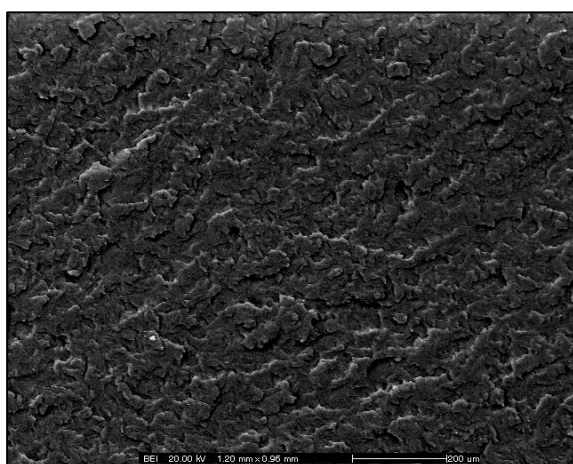
ตารางที่ 3.2 แสดงอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติม ZnO ขนาด 71 nm

ความเข้มข้น	อุณหภูมิที่พอลิเมอร์คอมโพสิตสลายตัว ($^{\circ}\text{C}$)	
	5% โดยน้ำหนัก	50% โดยน้ำหนัก
0.5% ZnO 71 nm	272.8	309.4
1% ZnO 71 nm	289.0	335.3
2% ZnO 71 nm	307.5	357.4
4% ZnO 71 nm	314.5	361.4
6% ZnO 71 nm	317.1	364.7
8% ZnO 71 nm	320.2	366.0

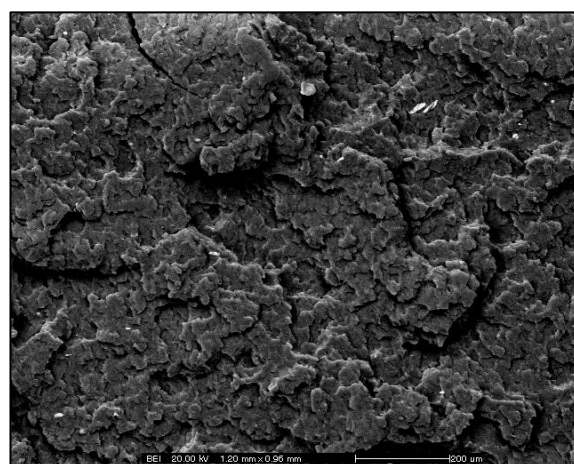
3.3 การศึกษาลักษณะที่ผิวของ fractured surface ของชิ้นงานตัวอย่าง ด้วยเครื่อง SEM

3.3.1 รูปแสดงโครงสร้างของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติมอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm โดยขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีดเข้าแม่พิมพ์

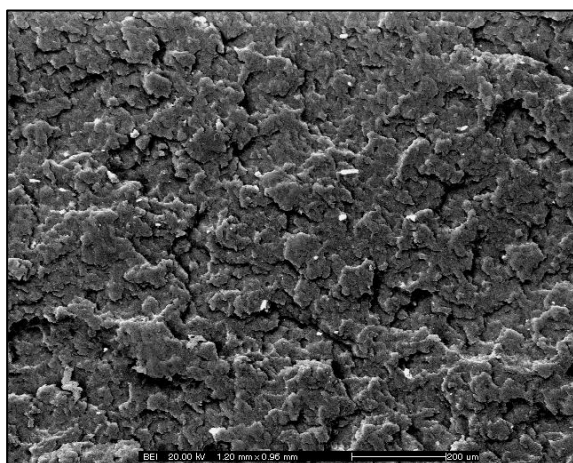
จากรูปที่ 3.15 แสดงให้เห็นว่าอนุภาคของ ZnO ขนาด 71 nm มีการกระจายตัวที่ดีพอสมควร แต่อนุภาค ZnO บางส่วนจะเกิดการรวมกลุ่มเป็นก้อนฝังตัวอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์คอมโพสิต ซึ่งกลุ่มก้อน ZnO จะมีขนาดใหญ่และจำนวนมากขึ้น ตามปริมาณของอนุภาค ZnO ที่เติมมากขึ้น ซึ่งสาเหตุที่เกิดขึ้นเนื่องจาก เมื่อเติม ZnO ในปริมาณที่มาก อนุภาค ZnO มีโอกาสที่จะจับตัวกันเป็นก้อนได้ง่ายขึ้น เนื่องจากอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm จะมีแรงดึงดูดค่อนข้างสูงทำให้การกระจายตัวของอนุภาค ZnO เป็นไปได้ยาก



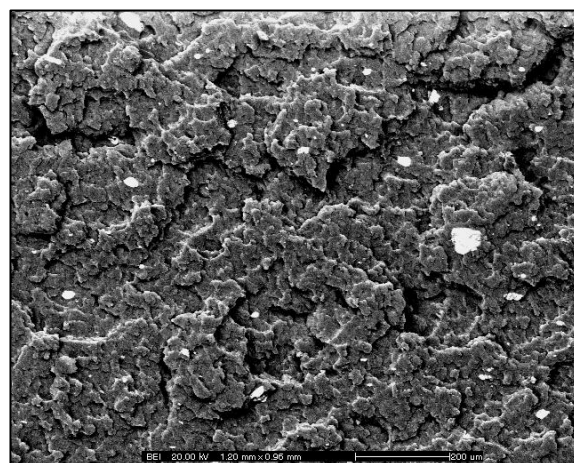
ก. 0%ZnO / POM



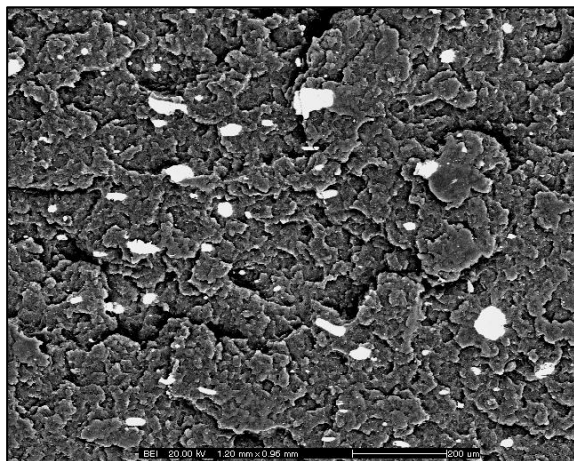
ข. 0.5%ZnO / POM



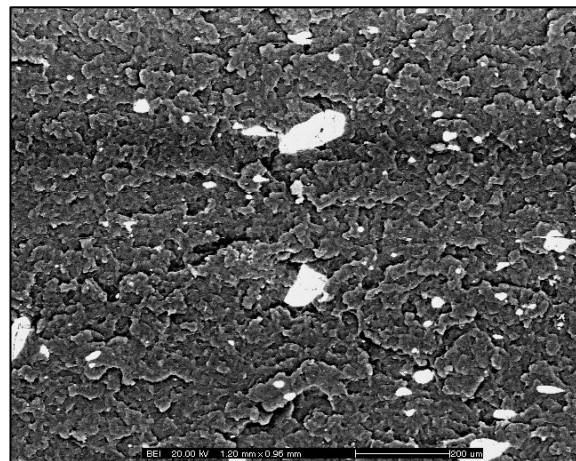
ค. 1%ZnO / POM



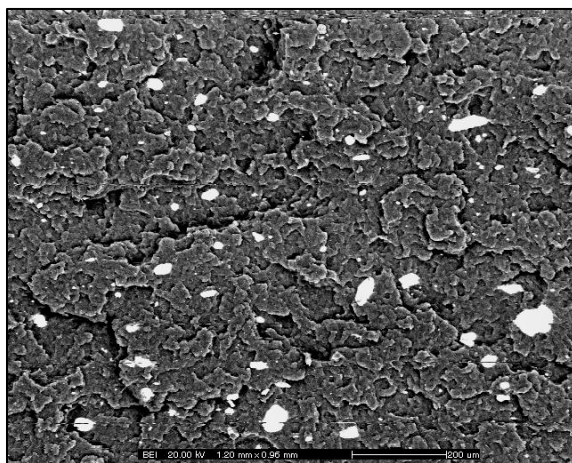
ง. 2%ZnO / POM



จ. 4%ZnO / POM



ฉ. 6%ZnO / POM

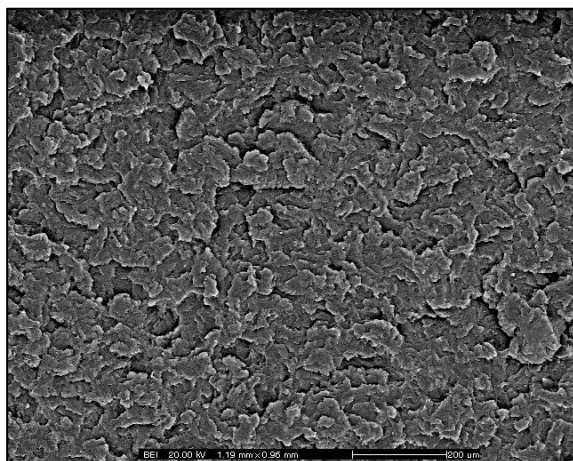


ช. 8%ZnO / POM

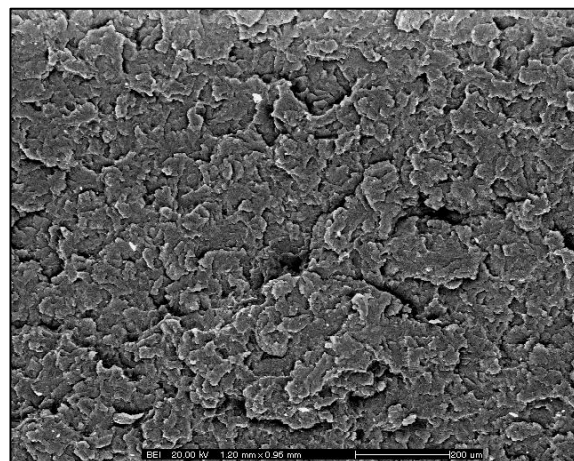
รูปที่ 3.15 แสดงการกระจายตัวของอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm ภายในชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ และขึ้นรูปโดยวิธีฉีดเข้าแม่พิมพ์

3.3.2 รูปแสดงโครงสร้างของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติมอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm โดยขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดเข้าแม่พิมพ์

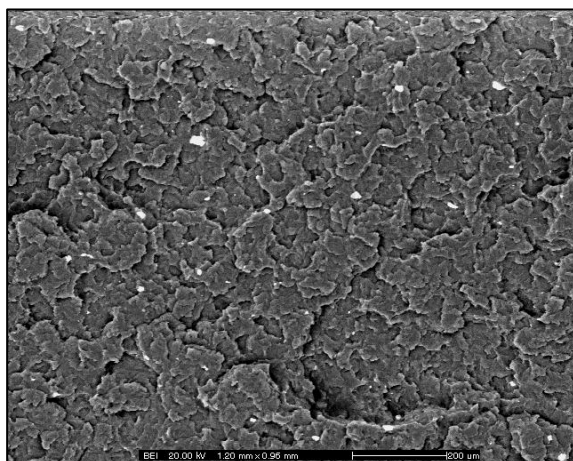
จากรูปที่ 3.16 แสดงให้เห็นว่าอนุภาคของ ZnO ขนาด 71 nm มีการกระจายตัวที่ดีพอสมควร แต่ก็มึอนุภาค ZnO บางส่วนเกิดการรวมกลุ่มเป็นก้อนและฝังตัวอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์คอมโพสิต ซึ่งกลุ่มก้อน ZnO จะมีขนาดใหญ่และมากขึ้น ตามปริมาณของ ZnO ที่เติมมากขึ้น



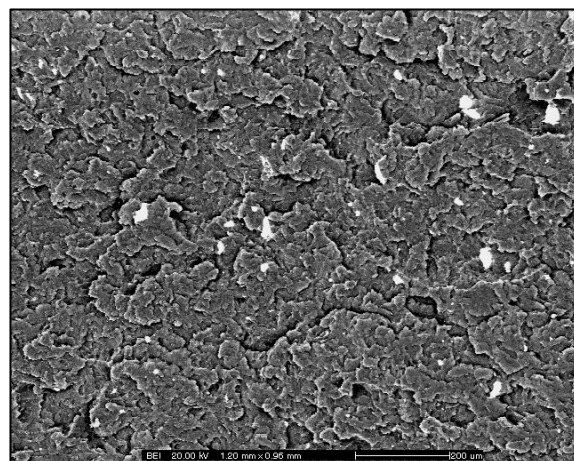
ก. 0%ZnO / POM



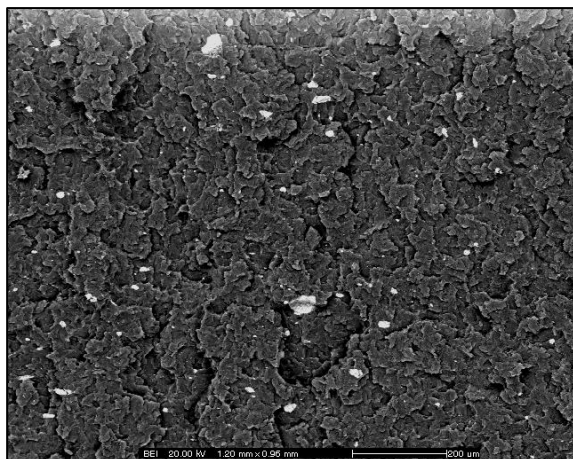
ข. 0.5%ZnO / POM



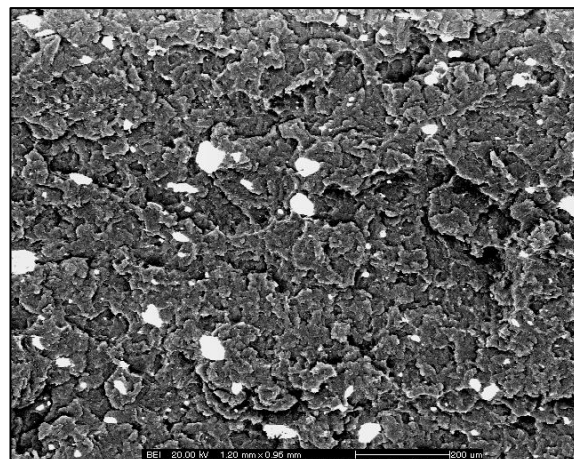
ค. 1%ZnO / POM



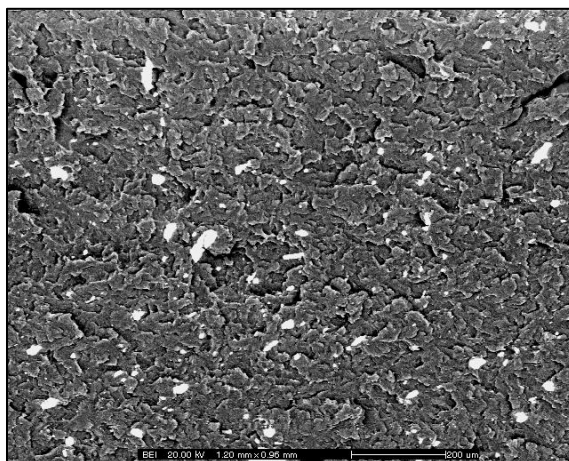
ง. 2%ZnO / POM



จ. 6%ZnO / POM



ฉ. 6%ZnO / POM

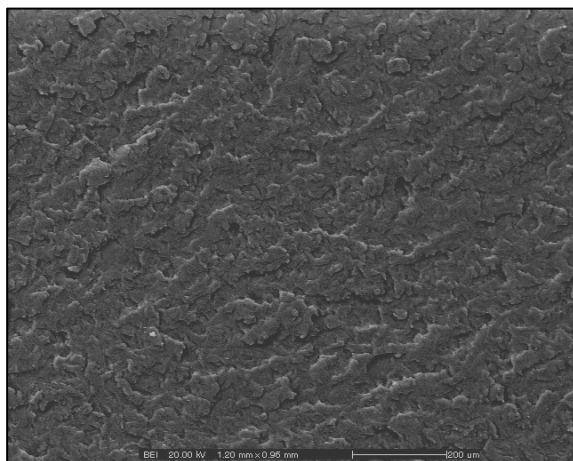


ช. 8%ZnO / POM

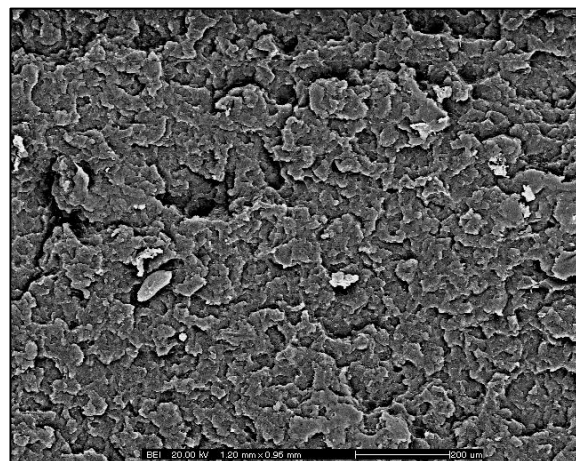
รูปที่ 3.16 แสดงการกระจายตัวของอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm ภายในชั้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ และขึ้นรูปโดยวิธีอัดเข้าแม่พิมพ์

3.3.3 รูปแสดงโครงสร้างของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติมอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm โดยขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีดเข้าแม่พิมพ์

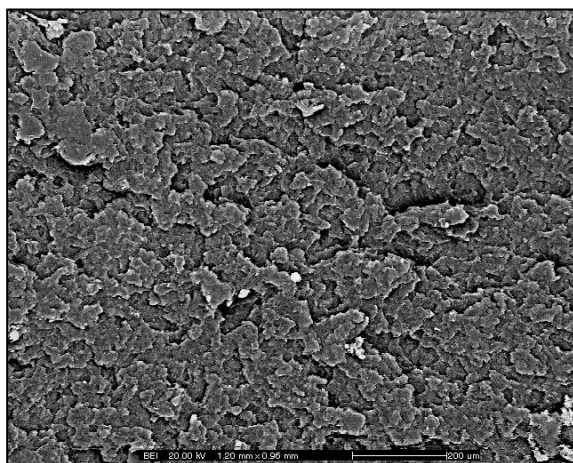
จากรูปที่ 3.17 แสดงให้เห็นว่าอนุภาคของ ZnO ขนาด 250 nm จะมีการกระจายตัวของอนุภาคได้ดี แต่จะเกิดกลุ่มก้อนของอนุภาค ZnO ในจำนวนมากขึ้นเล็กน้อยตามของปริมาณของอนุภาค ZnO ที่เติมมากขึ้น



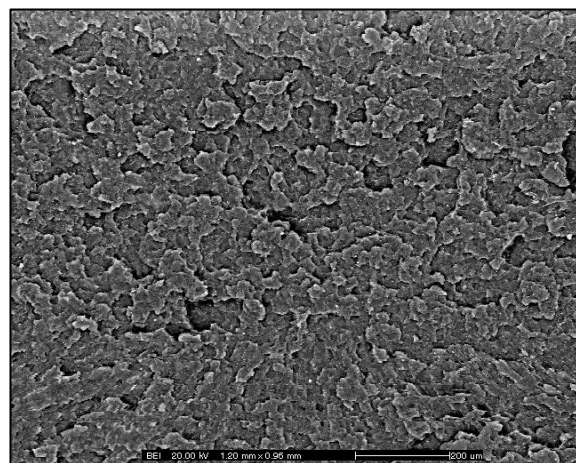
ก. 0%ZnO / POM



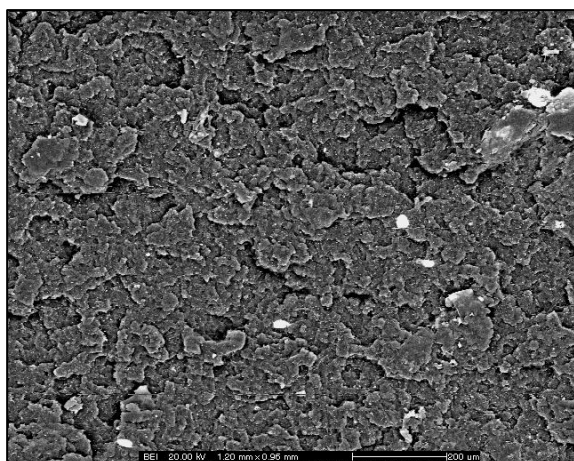
ข. 0.5%ZnO / POM



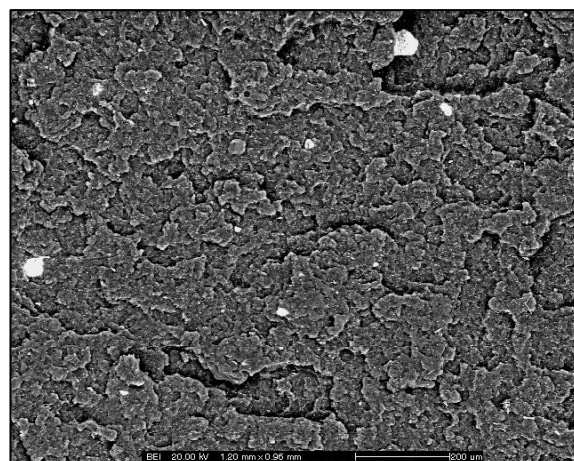
ค. 1%ZnO / POM



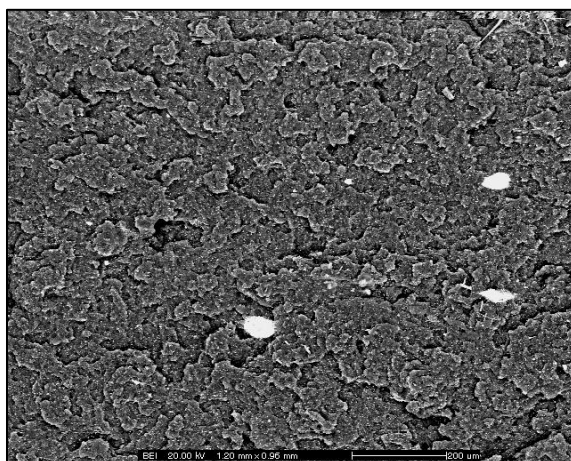
ง. 2%ZnO / POM



จ. 4%ZnO / POM



ฉ. 6%ZnO / POM

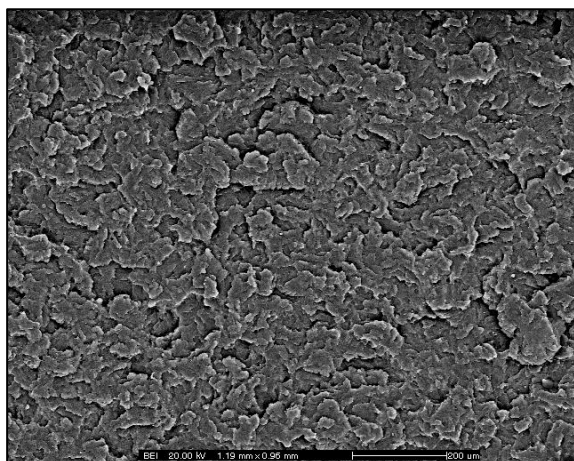


ช. 8%ZnO / POM

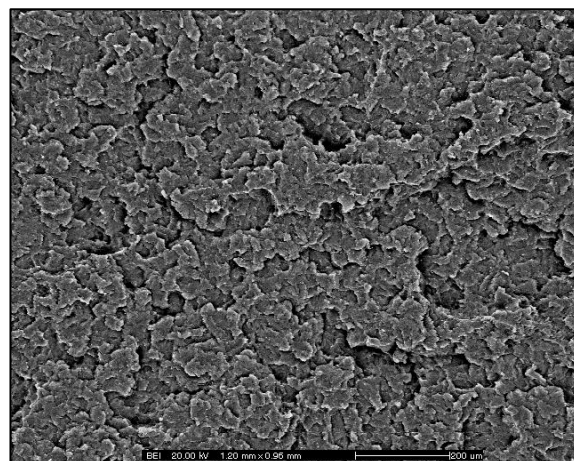
รูปที่ 3.17 แสดงการกระจายตัวของอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm ภายในชั้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ และขึ้นรูปโดยวิธีฉีดเข้าแม่พิมพ์

3.3.4 รูปแสดงโครงสร้างของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติมอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm โดยขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดเข้าแม่พิมพ์

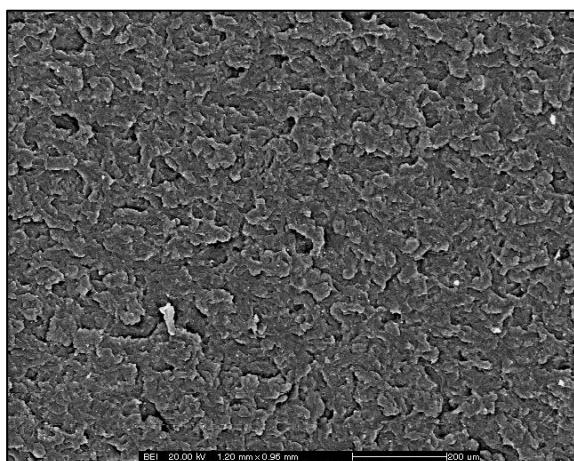
จากรูปที่ 3.18 แสดงให้เห็นว่าอนุภาคของ ZnO ขนาด 250 nm จะเกิดการรวมกลุ่มเป็นก้อนและฝังตัวอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์คอมโพสิต ซึ่งกลุ่มก้อน ZnO จะมีจำนวนมากขึ้นตามปริมาณของอนุภาค ZnO ที่เติมลงไปเนื้อพอลิเมอร์



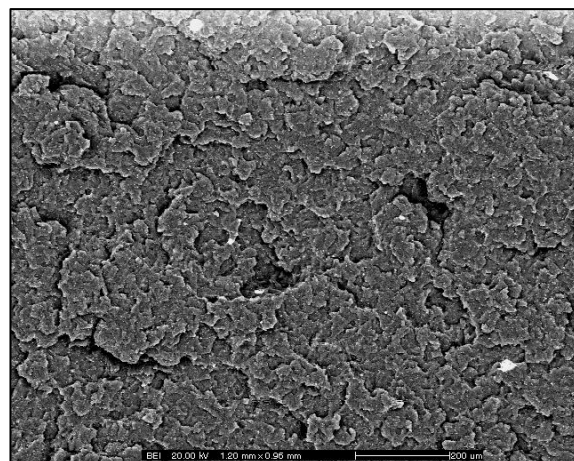
ก. 0%ZnO / POM



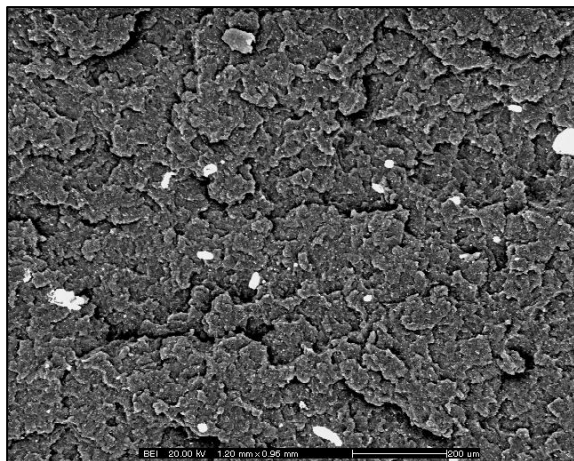
ข. 0.5%ZnO / POM



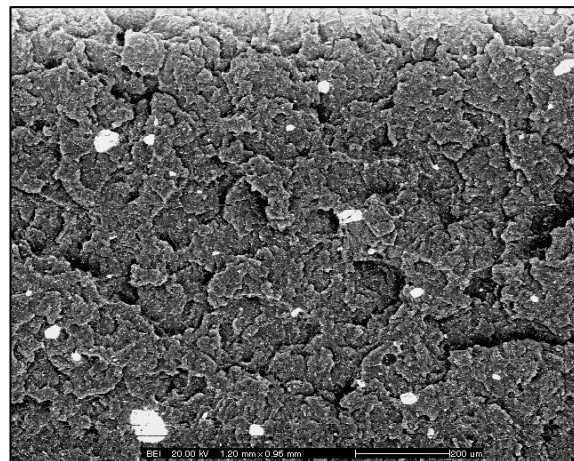
ค. 1%ZnO / POM



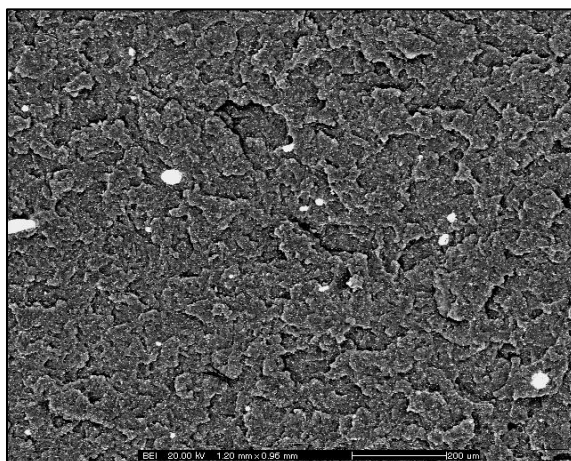
ง. 2%ZnO / POM



จ. 4%ZnO / POM



ฉ. 6%ZnO / POM



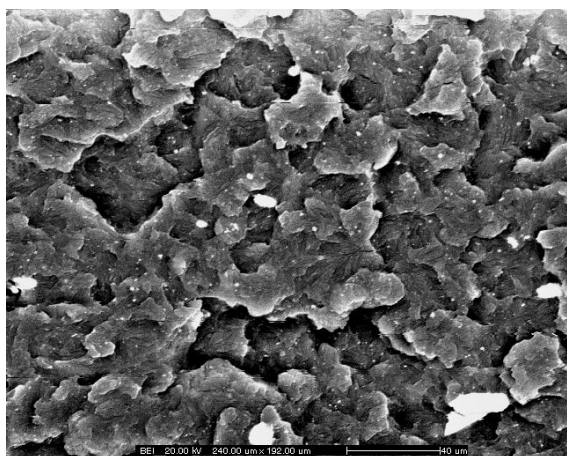
ช. 8%ZnO / POM

รูปที่ 3.18 แสดงการกระจายตัวของอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm ภายในชั้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ และขึ้นรูปโดยวิธีอัดเข้าแม่พิมพ์

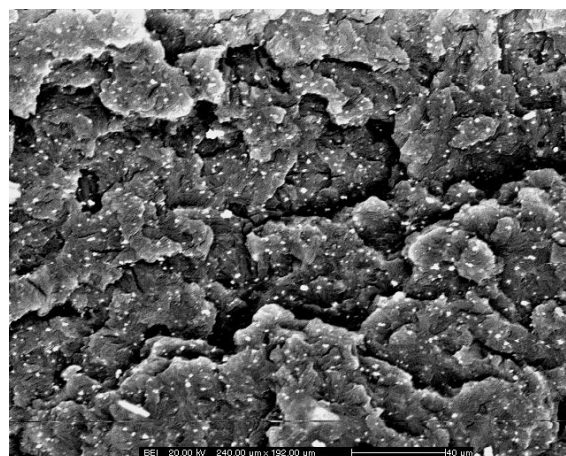
3.3.5 รูปแสดงการเปรียบเทียบโครงสร้างของพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งเติมอนุภาค ZnO

ขนาด 71 nm และ 250 nm โดยขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีดเข้าแม่พิมพ์ และกระบวนการอัดเข้าแม่พิมพ์

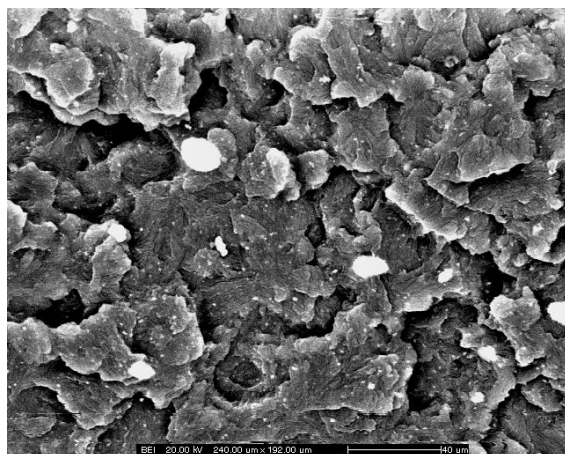
จากรูปที่ 3.19 แสดงให้เห็นว่าอนุภาคของ ZnO ขนาด 250 nm ที่ขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีดเข้าแม่พิมพ์ และกระบวนการอัดเข้าแม่พิมพ์จะมีการกระจายตัวของอนุภาคได้ดีกว่าเมื่อทำการเปรียบเทียบกับ การกระจายตัวของอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm ที่ทำการขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีดเข้าแม่พิมพ์ และกระบวนการอัดเข้าแม่พิมพ์ตามลำดับ ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากอนุภาค ZnO ขนาด 250 nm มีแรงดึงดูดกันระหว่างอนุภาคน้อย เพราะพื้นที่ต่อน้ำหนักของ ZnO มีค่าน้อยกว่า ส่งผลให้เกิดการรวมกลุ่มกันได้ยากกว่า และเมื่อทำการเปรียบเทียบกระบวนการขึ้นรูปพบว่า กระบวนการอัดเข้าแม่พิมพ์มีผลทำให้เกิดการกระจายตัวของอนุภาค ZnO มากกว่าการขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีดเข้าแม่พิมพ์



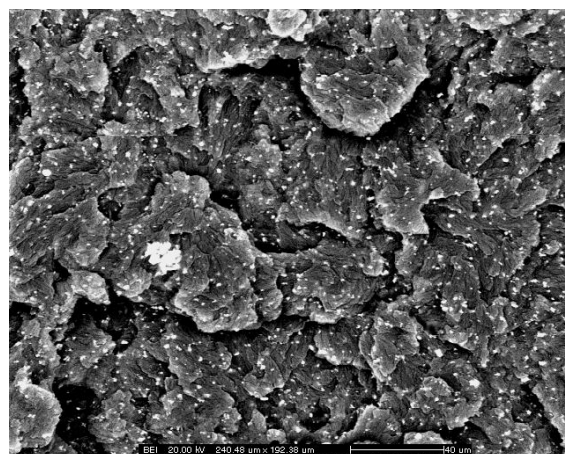
ก. 6%ZnO (71 nm) / POM [inj]



ข. 6%ZnO (250 nm) / POM [inj]



ค. 6%ZnO (71 nm) / POM [com]



ง. 6%ZnO (250 nm) / POM [com]

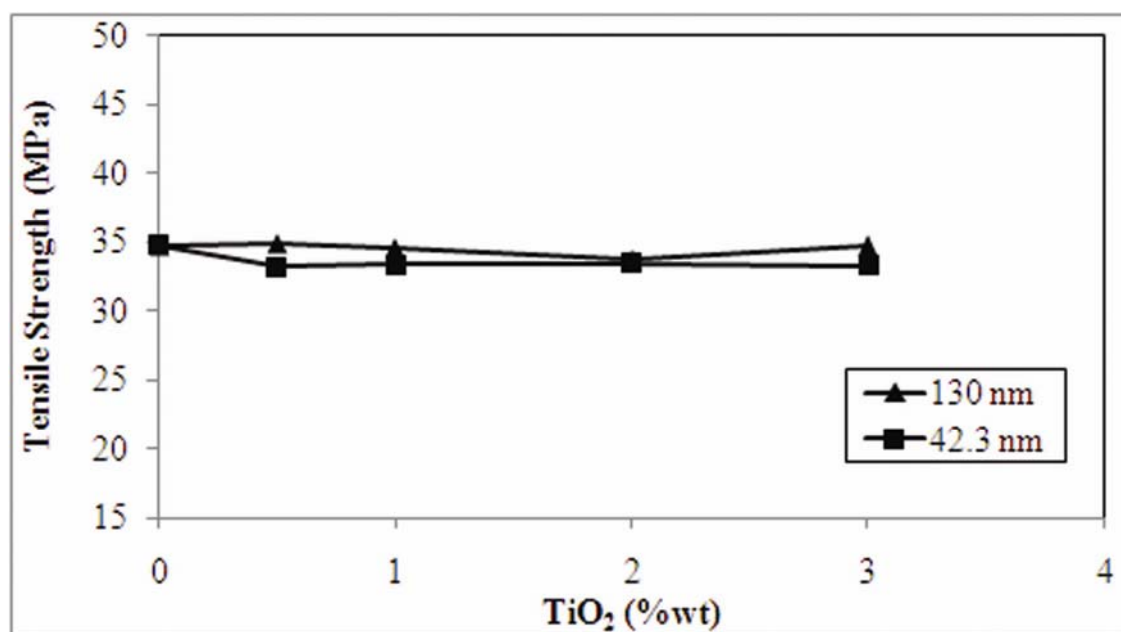
รูปที่ 3.19 แสดงการเปรียบเทียบการกระจายตัวของอนุภาค ZnO ขนาด 71 nm และ 250 nm ภายในชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิต ที่ขึ้นรูปด้วยกระบวนการฉีดเข้า และกระบวนการอัดเข้าแม่พิมพ์

ส่วนที่ 2 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO_2

3.4 ผลของขนาดอนุภาค TiO_2 ที่มีต่อค่าสมบัติทางกลของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO_2 ที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป (Compression molding)

3.4.1 สมบัติการทนต่อแรงดึง (Tensile strength)

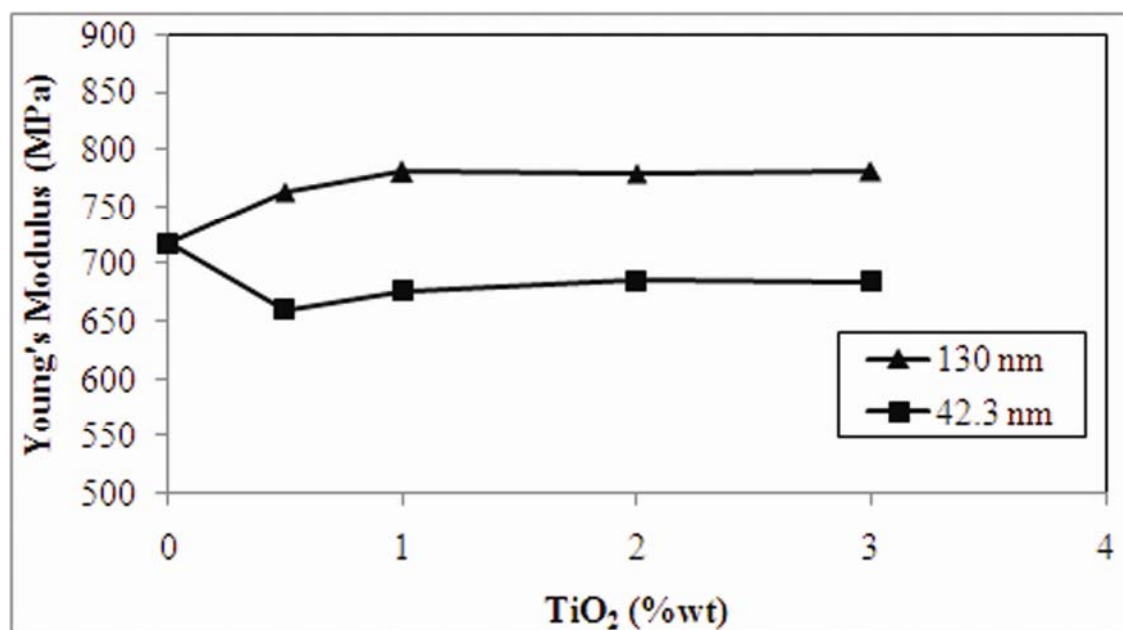
จากการเปรียบเทียบขนาดของอนุภาค TiO_2 ที่ใช้เติมลงในพอลิเมอร์คอมโพสิต พบว่าเมื่อเติม TiO_2 ขนาด 42.3 nm แล้วค่า Tensile strength จะลดลงมากกว่าเมื่อเติม TiO_2 ขนาด 130 nm ในทุกอัตราส่วนดังแสดงในรูปที่ 3.20 ซึ่งเกิดเนื่องจาก TiO_2 ที่มีอนุภาคขนาดเล็กจะเกิดการจับกลุ่มกันเป็นก้อนได้ง่ายกว่าอนุภาคขนาดใหญ่ เพราะ พื้นที่สัมผัสของอนุภาค 42.3 nm มีมากกว่าอนุภาค 130 nm และเนื่องจาก TiO_2 ขนาด 130 nm มีการกระจายที่ดีกว่า TiO_2 ขนาด 42.3 nm



รูปที่ 3.20 ค่า Tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO_2 ที่มีขนาดอนุภาค 42.3 nm และ 130 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป

3.4.2 สมบัติที่มีผลต่อ Young's modulus

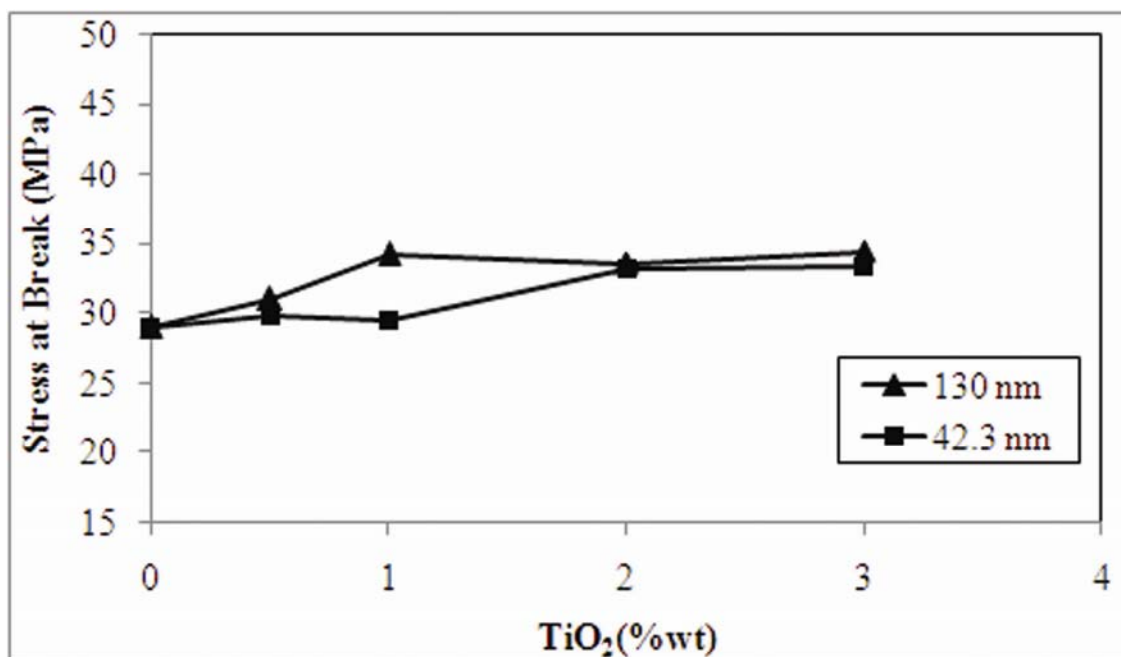
จากผลการทดสอบชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดขึ้นรูป พบว่าเมื่อเติมอนุภาค TiO_2 ทั้งที่มีขนาด 42.3 nm และ 130 nm ลงไปในปริมาณ 0.5-3.0 %โดยน้ำหนัก เพื่อเปรียบเทียบกับกันดังแสดงในรูปที่ 3.21 จะพบว่าค่า Young's modulus มีค่าเพิ่มขึ้นสำหรับขนาด 130 nm แต่เมื่อเพิ่มปริมาณของ TiO_2 ขนาด 42.3 nm จะทำให้มีแนวโน้มลดลง เพราะอนุภาค TiO_2 ขนาด 130 nm ที่ถูกเติมลงในเนื้อพอลิเมอร์มีขนาดใหญ่กว่า ไม่เกาะกลุ่มรวมกัน และสามารถกระจายตัวได้ดีกว่า ในขณะที่เดียวกันการเติมอนุภาค TiO_2 ขนาด 42.3 nm ที่เล็กกว่า ทำให้ค่า Young's modulus ลดลง เนื่องด้วยการกระจายตัวที่แย่กว่าเมื่ออนุภาคเล็กลง



รูปที่ 3.21 ค่า Young's modulus ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO_2 ขนาด 42.3 nm และ 130 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป

3.4.3 สมบัติที่มีผลต่อ Stress at break

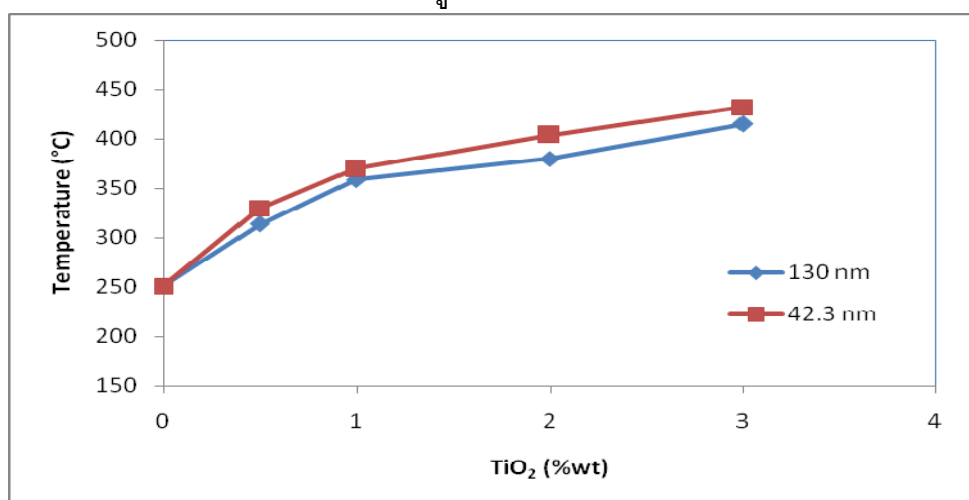
จากผลการทดสอบชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดขึ้นรูป พบว่าเมื่อเติมอนุภาค TiO_2 ทั้งที่มีขนาด 42.3 nm และ 130 nm จะส่งผลให้ค่า Stress at break มีค่าเพิ่มขึ้นทั้ง 2 อนุภาค โดยอนุภาค TiO_2 ขนาด 130 nm จะมีค่า Stress at break ดีกว่าอนุภาค TiO_2 ขนาด 42.3 nm ดังแสดงในรูปที่ 3.22 เนื่องจากอนุภาค TiO_2 ขนาด 130 nm ที่ถูกเติมลงในเนื้อพอลิเมอร์นั้นสามารถกระจายตัวได้ดี เกิดการเกาะกลุ่มกันจำนวนน้อยกว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่านั่นเอง



รูปที่ 3.22 ค่า Stress at break ของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO₂ ขนาด 42.3 nm และ 130 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป

3.5 เปรียบเทียบขนาดของอนุภาค TiO₂ ที่มีผลต่อสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO₂

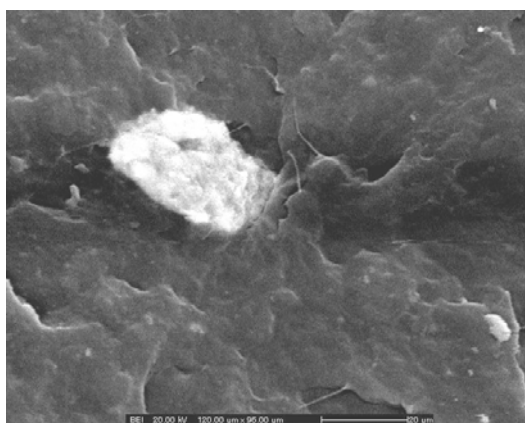
จากการทดลองเราจะพบว่าเมื่อขนาด TiO₂ 42.3 nm จะทำให้ค่าอุณหภูมิการสลายตัวมากกว่าขนาดอนุภาค 130 nm เป็นเพราะว่าขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าจะทำให้มีพื้นที่ผิวรอบนอกในการดูดซับและมีสมบัติทนทานต่อความร้อนได้มากกว่า จึงทำให้อุณหภูมิการสลายตัวมีที่สูงกว่าอนุภาคขนาด 130 nm เล็กน้อย ดังแสดงในรูปที่ 3.23



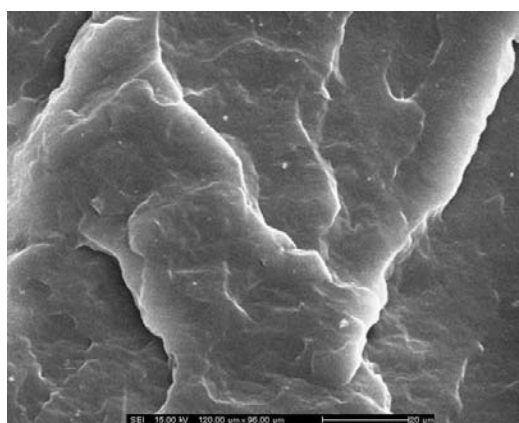
รูปที่ 3.23 แสดงค่าอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO₂ ที่มีขนาดอนุภาค 130 nm และ 42.3 nm ซึ่งขึ้นรูปโดยวิธีอัดขึ้นรูป

3.6 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของ fractured surface ของชิ้นงานตัวอย่าง ด้วยเครื่อง SEM

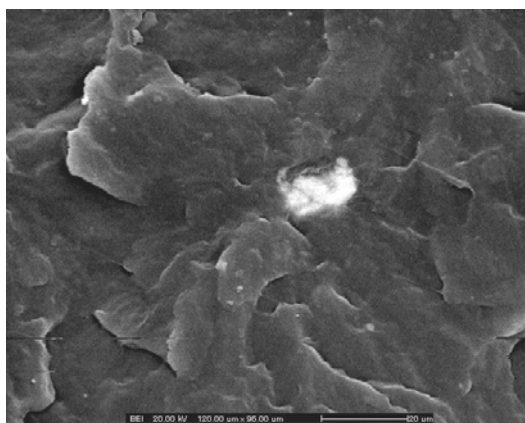
จากรูปที่ 3.24 แสดงลักษณะพื้นผิวที่แตกเนื่องแรงกระแทกของ PP หลังการผสมกับ TiO_2 ที่มีขนาดอนุภาค 42.3 nm และ 130 nm ที่ความเข้มข้น 0.5, 1 และ 3 % โดย จะพบว่าการกระจายตัวของ TiO_2 ขนาด 130 nm จะกระจายตัวได้ดีกว่าขนาด 42.3 nm และการกระจายตัว TiO_2 ที่มีขนาดอนุภาค 42.3 nm จะเกิดการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนภายในเนื้อพอลิเมอร์มากกว่า TiO_2 ที่มีขนาดอนุภาค 130 nm ยิ่งกว่านั้นการเกาะกันเป็นก้อนจะเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของ TiO_2 ซึ่งการเกาะกันเป็นก้อนจะมีผลต่อสมบัติทางกล



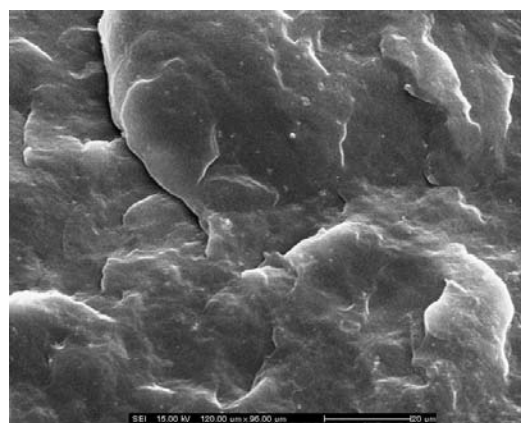
ก. PP ผสม 0.5% TiO_2 ขนาด 42.3 nm



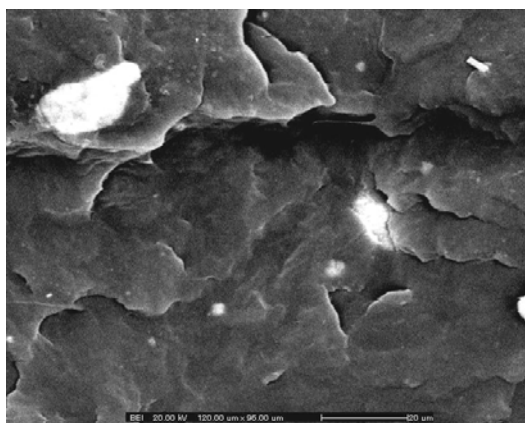
ข. PP ผสม 0.5% TiO_2 ขนาด 130 nm



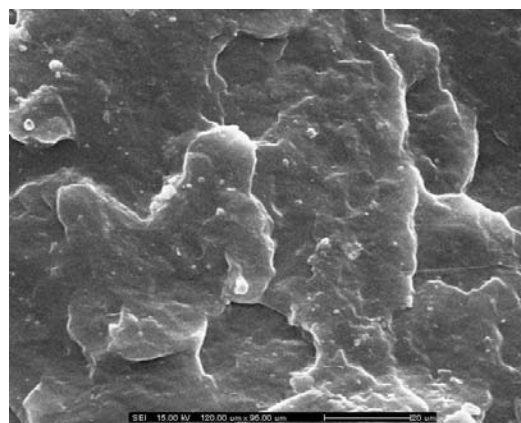
ค. PP ผสม 1% TiO_2 ขนาด 42.3 nm



ง. PP ผสม 1% TiO_2 ขนาด 130 nm



จ. PP ผสม 3% TiO_2 ขนาด 42.3 nm



ฉ. PP ผสม 3% TiO_2 ขนาด 130 nm

รูปที่ 3.24 แสดงการเปรียบเทียบผลของขนาดอนุภาค TiO_2 ที่มีต่อการกระจายตัวของอนุภาค TiO_2 ที่มีขนาดอนุภาค 130 nm และ 42.3 nm

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

ส่วนที่ 1 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง POM และ ZnO

การศึกษาสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ POM ที่มีการใช้ ZnO ขนาด 71 nm และ 250 nm เป็นสารเติมแต่ง พบว่า การเติมอนุภาค ZnO ทั้งที่มีขนาด 71 nm และ 250 nm ลงในเนื้อพอลิเมอร์ จะส่งผลให้ค่า Tensile strength มีแนวโน้มลดลง ส่วนค่า Young's modulus มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่อเติมอนุภาค ZnO ในปริมาณมาก และเมื่อเติมอนุภาค ZnO ทั้งที่มีขนาด 71 nm และ 250 nm ลงในเนื้อพอลิเมอร์ในปริมาณเพียงเล็กน้อย จะส่งผลให้ค่า impact strength มีค่าสูงขึ้น และค่า impact strength จะมีค่าลดลงเมื่อเติมอนุภาค ZnO ในปริมาณมากขึ้น และเมื่อทำการเปรียบเทียบวิธีการขึ้นรูปพบว่า การขึ้นรูปขึ้นงานด้วยวิธีอัดขึ้นรูปจะส่งผลให้แนวโน้มของค่าสมบัติเชิงกลมีค่าสูงกว่าการขึ้นรูปแบบฉีดเข้าแม่พิมพ์

การเติมอนุภาค ZnO ทั้งที่มีขนาด 71 nm และ 250 nm ลงในเนื้อของพอลิเมอร์ จะไม่ส่งผลต่ออุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิเมอร์คอมโพสิตให้เกิดการเปลี่ยนแปลง แต่จะส่งผลให้อุณหภูมิการสลายตัวมีค่าสูงขึ้นตามปริมาณของอนุภาค ZnO ที่เติมลงไป และเมื่อเติมอนุภาค ZnO ทั้งที่มีขนาด 71 nm และ 250 nm ลงในเนื้อพอลิเมอร์ จะส่งผลให้เกิดเกาะกลุ่มกันของอนุภาค ZnO มากขึ้นตามปริมาณการเติมอนุภาค ZnO

ส่วนที่ 2 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO₂

ในการทดสอบแรงดึงเราจะพบว่าขนาดอนุภาค TiO₂ ขนาดอนุภาค 130 nm ส่งผลให้สมบัติทางกลมีค่าสูงกว่า TiO₂ ขนาด 130 nm ดังนั้นแสดงให้เห็นว่า TiO₂ ขนาดอนุภาค 130 nm สามารถใช้ปรับปรุงสมบัติทางกลได้ เนื่องจากอนุภาคของ TiO₂ ที่เล็กกว่าเกิดการจับตัวเป็นกลุ่มก้อนได้ดีกว่า ไม่สามารถกระจายตัวได้ทั่วถึงใน PP ทำให้ชิ้นงานรับแรงได้ไม่ดี

บทที่ 5

ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต

เนื่องจากการเติมพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่าง PP และ TiO_2 ไม่สามารถทำให้อนุภาค TiO_2 ทั้งสองขนาดกระจายตัวได้ดี และเกิดการเกาะกลุ่มเป็นก้อนของอนุภาค TiO_2 เมื่อเติมอนุภาค TiO_2 ในปริมาณเพิ่มมากขึ้น ดังนั้นในการทดลองในภายภาคหน้า ควรมีการเคลือบหรือปรับแต่งพื้นผิวของสารเติมแต่งด้วยสารประสาน [14] ซึ่งจะทำให้ตัวอนุภาคสารเติมแต่งกระจายตัวในเนื้อของพอลิเมอร์ได้ดีขึ้น ซึ่งอาจจะส่งผลให้ค่าสมบัติในด้านต่างๆของพอลิเมอร์เสริมคอมโพสิตมีค่าที่ดีขึ้น

เอกสารอ้างอิง

1. http://www.thapra.lib.su.ac.th/objects/thesis/fulltext/snamcn/Onuma_Santawitee/Chapter3.pdf.
2. http://rubber.sc.mahidol.ac.th/rubbertech/terminology_5.htm.
3. http://www.em-roup.co.th/index.php?option=com_content&task=view&id=27&Itemid=31.
4. <http://bsid.dip.go.th/ipmd/HTML/UTM.asp>.
5. http://angsila.compsci.buu.ac.th/~sc443183/Polymer_Chemistry/image_files/chapter5_2.html.
6. <http://202.151.43.196/learn/courses/5513101/termwork/sem/pong/1.html>.
7. N. Uthaman, A. Majeed, Pandurangan, "Impact modification of polyoxymethylene", **e - Polymers** 2006; 034.
8. S. Bose, P. A. Mahanwar, "Effect of particle size of filler on properties of nylon-6", **Journal of Mineral & Engineering** 2004; 3(1): 23- 31.
9. X. Wang, X. Cui, "Effect of ionomers on mechanical properties, morphology, and rheology of polyoxymethylene and its blends with methyl methacrylate – styrene – butadiene", **European Polymer Journal** 2005; 41: 871-880.
10. J. Mohanraj, M. J. Bonner, D. C. Barton, I. M. Ward, "Physical and mechanical characterization of oriented polyoxymethylene produced by die-drawing and hydrostatic extrusion", **Polymer** 2006; 47: 5897-5908.
11. K. Yang, Q. Yang, G. Li, Y. Sun, D. Feng, "Mechanical properties and morphologies of polypropylene with different size of calcium carbonate particles", **Polymer Composites** 2006; 27: 443- 450.
12. C. Wu, M. Q. Zhang, M. Z. Rong, K. Friedrich, "Tensile performance improvement of low nanoparticles filled – polypropylene composites", **Composites Science and Technology** 2002; 62: 1327- 1340.
13. C. C. M. Ma, Y. J. Chen, H. C. Kuan, "Polystyrene nanocomposite materials : preparation, morphology, and mechanical, electrical, and thermal Properties", **Journal of Applied Polymer Science** 2005; 98: 2266-2273.
14. M. Modesti, A. Lorenzetti, D. Bon, S. Besco, "Effect of processing conditions on morphology and Mechanical properties of compatibilized polypropylene nanocomposites", **Polymer** 2005; 46: 10237-10245.

Output จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจาก สกว.

ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติที่มีค่า Impact factor

- 1) **Sirirat Wacharawichanant**, Supakanok Thongyai, Akaraphol Phutthaphan, Chaturong Eiamsam-ang, “Effect of Particle Sizes of Zinc Oxide on Mechanical, Thermal and Morphological Properties of Polyoxymethylene/Zinc Oxide Nanocomposites”, *Polymer Testing*, 27 (2008) 971–976.
Impact factor 2007 = 1.357

การเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการ

- 1) **Sirirat Wacharawichanant**, Supakanok Thongyai, Tanakorn Siripattanasak, Tunya Tipsri, “Effect of Particle Sizes of Titanium Dioxide on Mechanical Properties of Polypropylene/Titanium Dioxide Nanocomposites”, 5th Thailand Materials Science and Technology Conference, Bangkok, September 16-19, 2008.

ภาคผนวก



Material Properties

Effect of particle sizes of zinc oxide on mechanical, thermal and morphological properties of polyoxymethylene/zinc oxide nanocomposites

Sirirat Wacharawichanant^{a,*}, Supakanok Thongyai^b, Akaraphol Phutthaphan^a, Chaturong Eiamsam-ang^a

^a Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University, Nakorn Pathom 73000, Thailand

^b Center of Excellence on Catalysis and Catalytic Reaction Engineering, Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Chulalongkorn University, Bangkok 10330, Thailand

ARTICLE INFO

Article history:

Received 6 June 2008

Accepted 21 August 2008

Keywords:

Polymer nanocomposites

Polyoxymethylene

Zinc oxide

Mechanical properties

ABSTRACT

The effects of particle size of zinc oxide (ZnO) on mechanical, thermal and morphological properties of pure polyoxymethylene (POM) and POM/ZnO nanocomposites were investigated. POM/ZnO nanocomposites with varying concentration of ZnO were prepared by a melt mixing technique in a twin screw extruder. The dispersion of ZnO particles in POM composites was studied by scanning electron microscopy (SEM). The agglomeration of ZnO71 (71 nm) particles in the polymer matrix increased with increasing ZnO content. The POM/ZnO71 and POM/ZnO250 (250 nm) nanocomposites showed decrease in tensile strength with increasing filler content. Young's modulus and stress at break of POM/ZnO71 and POM/ZnO250 nanocomposites increased with increasing filler contents. The impact strength of POM nanocomposites increased up to a ZnO content of 1.0 wt%. However, the POM/ZnO71 nanocomposites had higher mechanical properties than the POM/ZnO250 nanocomposites. The degradation temperature of POM/ZnO71 nanocomposites was higher than that of POM/ZnO250 nanocomposites.

© 2008 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

Developing nanocomposites based on polymers and nanoscale fillers has been an attractive approach to achieving good properties [1]. Various nanoscale fillers, including montmorillonite [2,3], silica [4–6], calcium carbonate [1,7–9], aluminum oxide [10] and titanium dioxide [11,12], have been reported to enhance mechanical and thermal properties of polymers, such as toughness, stiffness and heat resistance [9,13–15]. The properties of particulate filled polymer composites

depend on the particle size, shape and loading, together with distribution of filler particles in the matrix polymer and good adhesion at the interface surface [16–18]. POM is one of the major engineering thermoplastics because of its high strength, stiffness and excellent chemical resistance. However, its poor impact resistance limits its range of applications [19]. Ma et al. [20] investigated the effects of nanoscale zinc oxide (ZnO) on the electrical and physical characteristics of the polystyrene (PS) nanocomposites. It was reported that the addition of ZnO nanopowder increased the flexural modulus and reduced the flexural strength. The glass-transition temperatures and thermal degradation temperatures of the ZnO/PS nanocomposites increased with ZnO content. Tang et al. [21] studied the effects of

* Corresponding author. Tel./fax: +66 034 219 368.

E-mail address: iamsirirat@yahoo.com (S. Wacharawichanant).

organic nucleating agents and ZnO nanoparticles on isotactic polypropylene (iPP). It was found that the nonisothermal crystallization temperature of isotactic polypropylene increases by 7 °C when an aliphatic triamine was distributed efficiently within the polymeric matrix by coating this nucleating agent onto ZnO nanoparticles. Chae and Kim [22] prepared PS/ZnO nanocomposites by solution mixing and investigated the effects of ZnO nanoparticles on the physical properties of PS. They found that the thermal stability of PS was enhanced with increasing ZnO content. Liufu et al. [23] investigated the thermal degradation behaviour of polyacrylate and its zinc oxide composites by differential scanning calorimetry (DSC), thermogravimetry (TG) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). Filler-free polyacrylate exhibited one DSC peak, indicating that the polymer was degraded with only one stage of weight loss. Polyacrylate/ZnO composites underwent two minor weight losses as well as the major weight loss. ZnO stabilized or destabilized the polymer molecules according to the temperature region.

This work studied the influence of particle sizes of ZnO on morphology, mechanical and thermal properties of POM/ZnO nanocomposites. POM/ZnO nanocomposites with varying concentration of ZnO were prepared by a melt mixing technique in a twin screw extruder.

2. Experimental

2.1. Materials

Polyoxymethylene (POM) was supplied with the trade name of “DURACON” by Polyplastics Co., Ltd. The melting temperature of the POM was around 165 °C. ZnO in the form of a white powder with average particle sizes of 71 nm (ZnO71) and 250 nm (ZnO250) was purchased from Aldrich and S.R. LAB Co., Ltd, respectively.

2.2. Sample preparation

POM pellets and ZnO particles were dried in an oven at 70 °C for 3 h before melt extrusion. The POM/ZnO nanocomposites were melt-compounded in the desired compositions in a twin screw extruder at temperatures in the range of 170–200 °C and a screw speed of 50 rpm. After compounding, the nanocomposites were injection-molded into standard dumb-bell tensile bars and rectangular bars.

2.3. Sample characterization

Tensile tests were conducted according to ASTM D 638 (ISO 527) with a universal tensile testing machine LR 50k from Lloyd instruments. The tensile tests were performed at a crosshead speed of 50 mm/min. Charpy impact strength tests were performed according to D 6110-06 (ISO 179) at room temperature. Each value reported represents the average of five samples.

Thermal properties were studied by thermogravimetric analysis (TGA) with a Perkin Elmer instrument, TGA 7. The samples were cut into small pieces and then heated from room temperature to 400 °C at a heating rate of 10 °C/min under a nitrogen atmosphere.

Scanning electron microscopy (SEM) was used to study the morphology of the impact fracture surfaces of the POM/ZnO nanocomposites and to evaluate the dispersion quality of the ZnO particles. All specimens were coated with gold before SEM study.

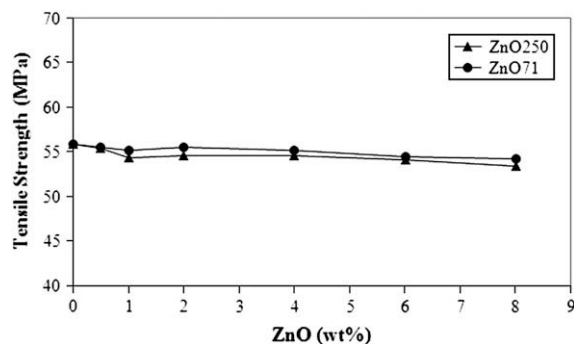


Fig. 1. Tensile strength of pure POM and POM/ZnO nanocomposites at various particle sizes of ZnO.

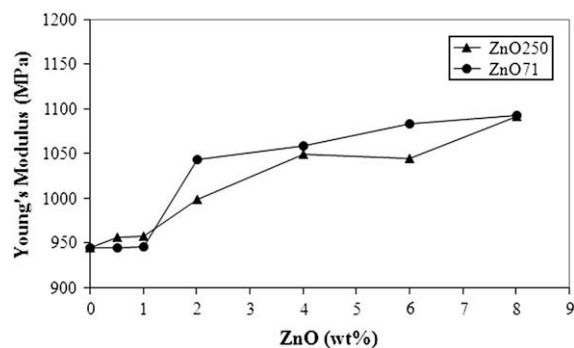


Fig. 2. Young's modulus of pure POM and POM/ZnO nanocomposites at various particle sizes of ZnO.

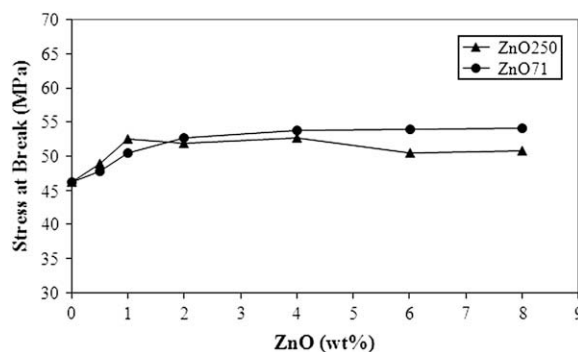


Fig. 3. Stress at break of pure POM and POM/ZnO nanocomposites at various particle sizes of ZnO.

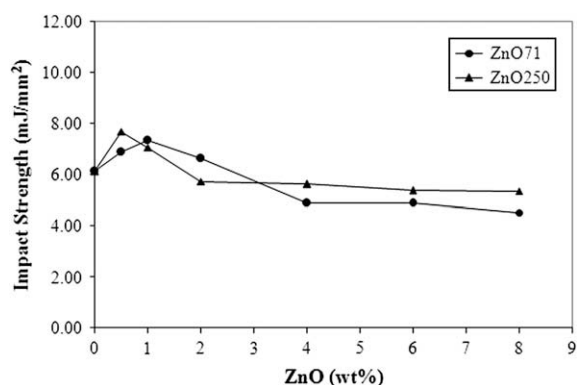


Fig. 4. Impact strength of pure POM and POM/ZnO nanocomposites at various particle sizes of ZnO.

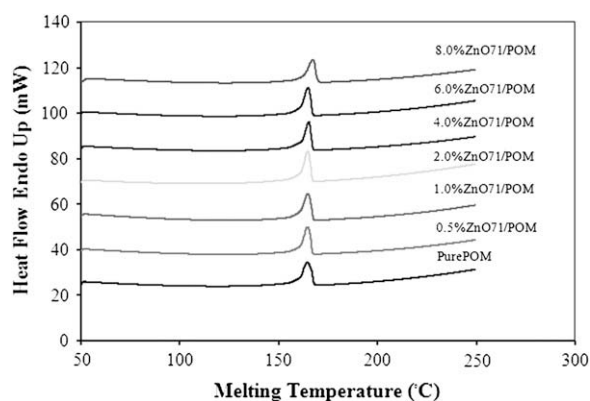


Fig. 5. Melting temperatures of pure POM and POM/ZnO71 nanocomposites.

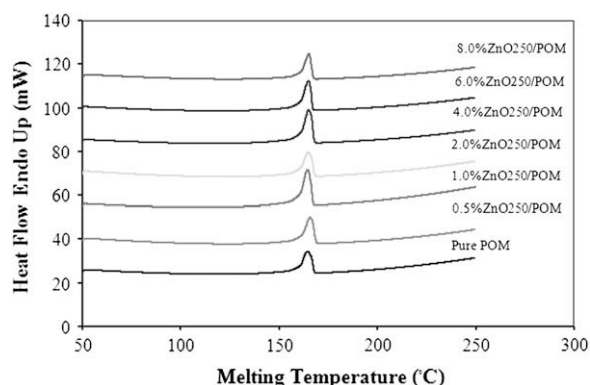


Fig. 6. Melting temperatures of pure POM and POM/ZnO250 nanocomposites.

3. Results and discussion

3.1. Effect of particle size of ZnO on mechanical properties

The tensile strength and stress at break for the nanocomposites of POM/ZnO250 and POM/ZnO71 as a function

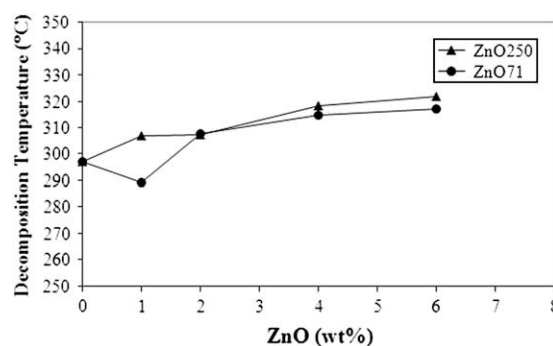


Fig. 7. Decomposition temperatures of pure POM and POM/ZnO nanocomposites at various particle sizes of ZnO.

of composite composition are represented in Figs. 1–3. The trend in variation of the tensile strength of POM/ZnO composites at various particle sizes of ZnO is presented in Fig. 1. The values of tensile strength decreased with increasing ZnO content and, hence, ZnO does not improve the tensile strength of POM specimens prepared by injection molding. This is due to the decrease in the degree of crystallinity with increasing ZnO content.

Young's modulus of POM/ZnO nanocomposites is presented in Fig. 2. It can be seen that Young's modulus of POM/ZnO increased with increasing filler content. This may be due to the increased interfacial area in the nanocomposite with filler. The POM/ZnO71 nanocomposites had higher Young's modulus than POM/ZnO250 nanocomposites.

Fig. 3 presents the variation in the stress at break with varying concentrations of ZnO. It is observed that in POM/ZnO nanocomposites the stress at break increased with increasing ZnO content. The POM/ZnO71 nanocomposites had higher stress at break than POM/ZnO250 nanocomposites. A significant increase in Young's modulus and stress at break has been observed in nanocomposites containing ZnO due to the polar nature of the filler and the polymer promoting good interaction and dispersion between them.

The Charpy impact strength for the composites of POM/ZnO is shown in Fig. 4. It is seen that the impact strength increases up to a ZnO content of 1.0 wt% for POM/ZnO composites, the improvement being due to increased energy absorption during the impact process [24]. Addition of ZnO beyond this level drastically decreases the impact strength.

3.2. Effect of particle size of ZnO on thermal properties

Figs. 5 and 6 show melting temperature of pure POM, POM/ZnO71 and POM/ZnO250 nanocomposites at various filler contents. The results showed that the melting temperatures were not significantly changed when ZnO71 or ZnO250 was incorporated into the polymer matrix.

The effect of ZnO71 and ZnO250 on the degradation temperature of all nanocomposites is shown in Fig. 7. The degradation temperature was measured by TGA

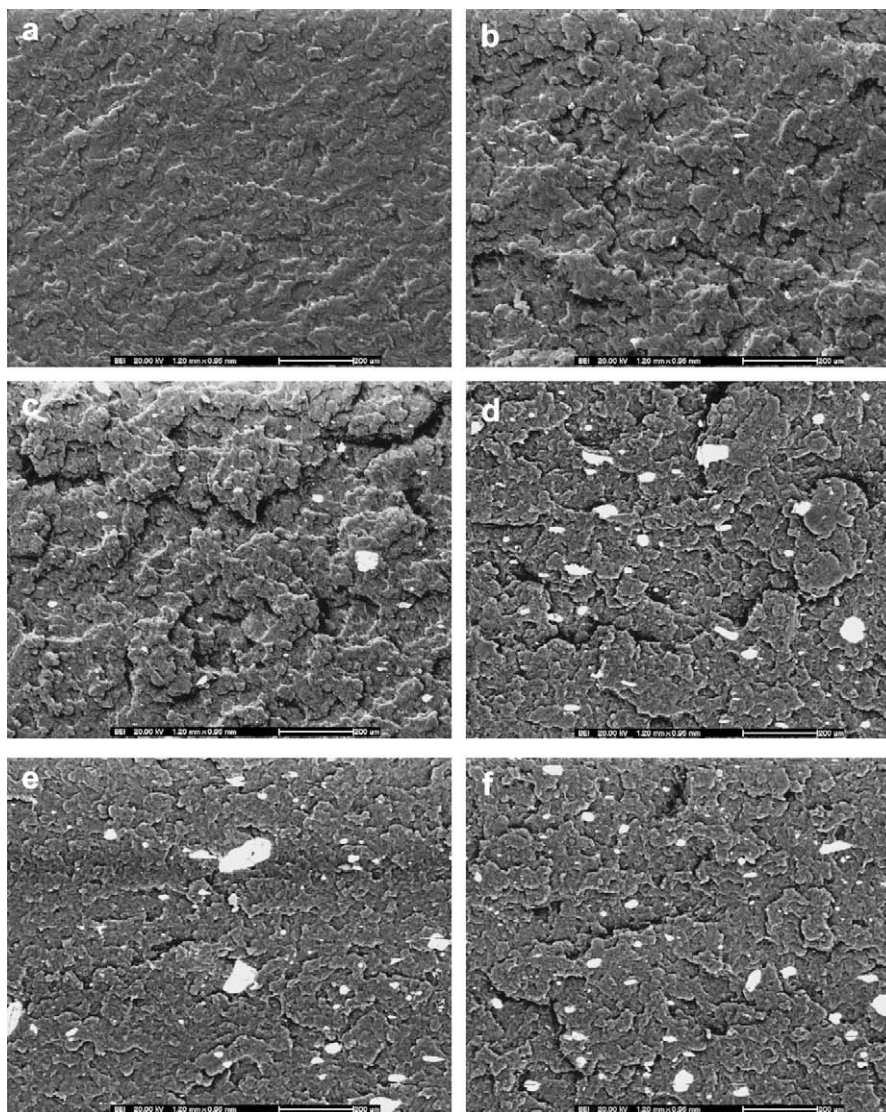


Fig. 8. SEM micrographs (a) pure POM, (b) POM after adding 1.0 wt% of ZnO71, (c) POM after adding 2.0 wt% of ZnO71, (d) POM after adding 4.0 wt% of ZnO71, (e) POM after adding 6.0 wt% of ZnO71 and (f) POM after adding 8.0 wt% of ZnO71.

and was calculated at 5% weight loss of the nanocomposites. It can be seen that the degradation temperature of the ZnO nanocomposites increased with increasing filler content and was higher than the degradation temperature of pure POM, which showed lower thermal stability than the nanocomposites. In comparison between the POM/ZnO71 and POM/ZnO250 degradation temperatures, the degradation temperatures did not show great differences.

3.3. Effect of particle sizes of ZnO on morphology

The morphology of fracture surfaces of impact specimens of the nanocomposites was examined by SEM. Fig. 8(a) shows the micrographs of the impact fracture surface of pure POM while Fig. 8(b–f) show the

micrographs of the impact fracture surfaces of POM nanocomposites filled with 1.0, 2.0, 4.0, 6.0 and 8.0 wt% of ZnO71, respectively. It is observed that the dispersion of the ZnO71 on the polymer surface was non-uniform. This non-uniform dispersion led to local agglomeration of ZnO71 within the polymer. Fracture surfaces and the surface roughness of POM/ZnO71 nanocomposites and pure POM were similar. Moreover, the aggregation of ZnO71 particles in the polymer matrix increased with increasing ZnO71 content, and the dispersion of ZnO71 particles could have an influence on the mechanical properties of POM composites.

The SEM micrographs of the impact-fractured surfaces of POM/ZnO250 nanocomposites at various filler contents together with pure POM are represented in Fig. 9. The SEM micrographs show that the

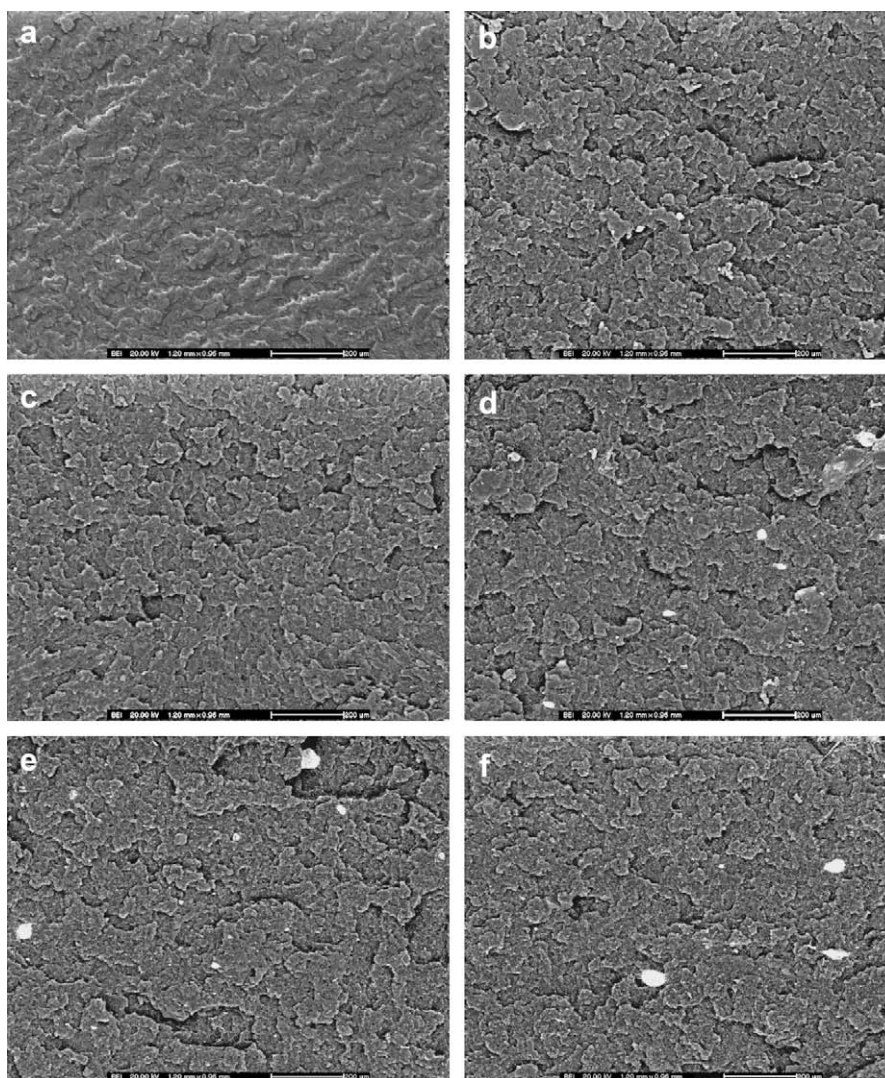


Fig. 9. SEM micrographs (a) pure POM, (b) POM after adding 1.0 wt% of ZnO250, (c) POM after adding 2.0 wt% of ZnO250, (d) POM after adding 4.0 wt% of ZnO250, (e) POM after adding 6.0 wt% of ZnO250 and (f) POM after adding 8.0 wt% of ZnO250.

dispersion of the ZnO250 particles was relatively good, only few aggregations exist as shown in Fig. 9(b–f). It can be seen that, there was good adhesion inside POM/ZnO250 nanocomposites. These observations support the results of the tensile tests where the POM/ZnO250 nanocomposites displayed higher Young's modulus than the pure POM.

Fig. 10 shows a comparison of the micrographs of the impact-fractured surfaces of POM/ZnO250 and POM/ZnO71 nanocomposites at various filler content. It can be seen that the POM/ZnO71 nanocomposites had more agglomeration than POM/ZnO250 nanocomposites.

4. Conclusions

POM/ZnO nanocomposites were prepared by melt compounding in a twin screw extruder. The POM/ZnO71

and POM/ZnO250 nanocomposites showed a decrease in tensile strength with increasing filler content. Young's modulus of POM/ZnO71 nanocomposite and POM/ZnO250 nanocomposites increased with increasing filler content. The impact strength of POM nanocomposites increased up to a ZnO content of 1.0 wt%. The degradation temperature of POM/ZnO71 and POM/ZnO250 nanocomposites increased with increasing filler contents. In addition, the degradation temperatures of POM/ZnO71 nanocomposites were slightly higher than that of POM/ZnO250 nanocomposites.

Acknowledgements

The authors thank the Thailand Research Fund (TRF) and Commission on Higher Education for the financial support of this project.

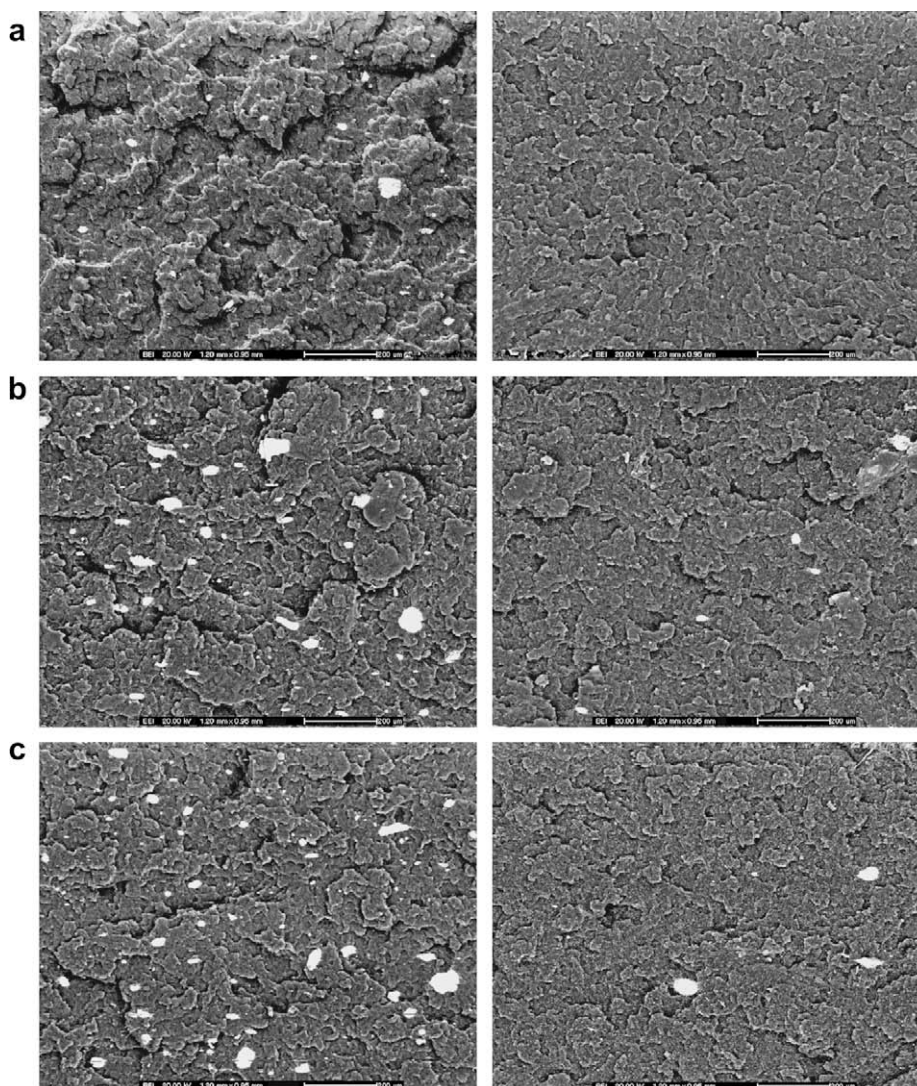


Fig. 10. SEM micrographs comparing the impact fractured surfaces of between POM/ZnO71 nanocomposites and POM/ZnO250 nanocomposites at (a) 2.0 wt% (b) 4.0 wt% and (c) 8.0 wt%.

References

- [1] N. Chen, C. Wan, Y. Zhang, Y. Zhang, *Polymer Test.* 23 (2004) 169.
- [2] Y. Tang, Y. Hu, L. Song, R. Zong, Z. Gui, Z. Chen, W. Fan, *Polym. Degrad. Stab.* 82 (2003) 127.
- [3] J. Gai, H. Li, J. Appl. Polym. Sci. 106 (2007) 3023.
- [4] R. Uotila, U. Hippel, S. Paavola, J. Seppälä, *Polymer* 46 (2005) 7923.
- [5] C. Hub, S.E. Harton, M.A. Hunt, R. Fink, H. Ade, J. Polym. Sci., Part B: Polym. Phys. 45 (2007) 2270.
- [6] C.L. Wu, M.Q. Zhang, M.Z. Rong, K. Friedrich, *Compos. Sci. Technol.* 65 (2005) 635.
- [7] S. Tiemprateeb, K. Hemachandra, J. Suwanprateeb, *Polymer Test.* 19 (2000) 329.
- [8] P. Supaphol, W. Harnsiri, J. Junkasem, J. Appl. Polym. Sci. 92 (2004) 201.
- [9] C.-M. Chan, J. Wu, J.-X. Li, Y.-K. Cheung, *Polymer* 43 (2002) 2981.
- [10] S. Siengchin, J. Karger-Kocsis, R. Thomann, *Appl. Polym. Sci.* 105 (2007) 2963.
- [11] E. Džunuzović, K. Jeremić, J.M. Nedeljković, *Eur. Polym. J.* 43 (2007) 3719.
- [12] P. Supaphol, P. Thanomkiat, J. Junkasem, R. Dangtungee, *Polymer Test.* 26 (2007) 20.
- [13] W.C.J. Zuiderduin, C. Westzaan, J. Huetink, R.J. Gaymans, *Polymer* 44 (2003) 261.
- [14] J. Suwanprateeb, *Composites: A* 31 (2000) 353.
- [15] M. Modesti, A. Lorenzetti, D. Bon, S. Besco, *Polymer* 46 (2005) 10237.
- [16] S. Bose, P.A. Mahanwar, J. Appl. Polym. Sci. 99 (2006) 266.
- [17] R.D.K. Misra, P. Nerikar, K. Bertrand, D. Murphy, *Mater. Sci. Eng., A* 384 (2004) 284.
- [18] S. Bose, P.A. Mahanwar, J. Miner. Mater. Charact. Eng. 3 (2004) 65.
- [19] N. Uthaman, A. Majeed, Pandurangan, *e-Polymers* 034 (2006) 1.
- [20] C.C.M. Ma, Y.J. Chen, H.C. Kuan, J. Appl. Polym. Sci. 98 (2005) 2266.
- [21] J. Tang, Y. Wang, H. Liu, L.A. Belfiore, *Polymer* 45 (2004) 2081.
- [22] D.W. Chae, B.C. Kim, *Polym. Adv. Technol.* 16 (2006) 846.
- [23] S.-C. Liufu, H.-N. Xiao, Y.-P. Li, *Polym. Degrad. Stab.* 87 (2005) 103.
- [24] C. Domenici, G. Levita, V. Frosini, J. Appl. Polym. Sci. 34 (1987) 2285.



5th Thailand Materials Science and Technology Conference

“Materials Technology for Climate Change”

In conjunction with

- Seminar on Corrosion and its Prevention
- Tutorial on Powder X-ray Diffraction: The Rietveld Method applied to Quantitative Analysis and Microstructural Characterization
- Tutorial on Materials and Characterization for Advanced Solid Oxide Fuel Cells
- Thainox Metallurgy Award 2008

Organized by



September 16-19, 2008
Miracle Grand Convention Hotel, Bangkok, Thailand
www.mtec.or.th/MSAT-5

Platinum Sponsors



Award Sponsors



Effect of Particle Sizes of Titanium Dioxide on Mechanical Properties of Polypropylene/Titanium Dioxide Nanocomposites

Sirirat Wacharawichanant¹, Supakanok Thongyai², Tanakorn Siripattanasak¹ and Tunya Tipsri¹

¹Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University, Nakorn Pathom 73000, Thailand

Phone 0-3421-9364 – 66 Ext. 1609, Fax. 0-3421-9368, E-Mail: iamsirirat@yahoo.com

²Center of Excellence on Catalysis and Catalytic Reaction Engineering, Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Chulalongkorn University, Bangkok 10330, Thailand

Abstract

The paper studies the effect of particle sizes of titanium dioxide (TiO₂) on mechanical properties of polypropylene(PP)/TiO₂ nanocomposites. PP/TiO₂ nanocomposites were prepared by melt mixing technique in a twin screw extruder. The results found that the tensile strength of PP nanocomposites after adding TiO₂ 130 nm (TD130) and TiO₂ 42.3 nm (TD42.3) decreased with increasing TiO₂ content and stress at break increased after adding TD130 and TD42.3. Moreover, the addition of TD130 beyond 3.0 wt% increased the impact strength. The effect of particle sizes showed that TD130 improved mechanical properties of PP more than TD42.3.

1. Introduction

The purpose of adding inorganic mineral fillers are used to fulfill a functional rule, such as increasing the stiffness, dimension stability, heat distortion temperature, hardness and toughening of the polymers [1-4]. The properties of particulate filled polymer composites depend on the particle size, shape, loading, dispersion, interfacial bonding and surface treatment of the fillers [5-8]. PP as one of the most important commodity polymers is widely used in technical applications. Because of its good processability, relatively high mechanical properties, great recyclability, and low

cost. PP has found a wide range of applications in the household goods, packaging, and automobiles [9].

Starkova et al. [10] studied the long-term tensile creep of polyamide 66 and its nanocomposites filled with 1 vol.% TiO₂ nanoparticles 21 and 300 nm in diameter. The creep isochrones obtained show that the materials exhibit a nonlinear viscoelastic behaviour and the degree of nonlinearity is reduced significantly by incorporation of the nanoparticles. Džunuzović et al. [11] prepared poly (methyl methacrylate) (PMMA)/TiO₂ nanocomposites by in situ radical polymerization of methyl methacrylate (MMA) in a toluene solution of TiO₂/6-palmitate ascorbic acid (6-PAA). The influence of the TiO₂ nanoparticles on the thermal properties of the PMMA matrix was investigated using thermogravimetric analysis and differential scanning calorimetry. The glass transition temperature of the polymer was not influenced by the presence of the nanoparticles while the thermal stability was significantly improved.

This work studies the effect of particle sizes of TiO₂ on mechanical properties of polypropylene (PP)/TiO₂ nanocomposites.

2. Experimental

2.1 Materials

Pure PP (Mophen HP400K) was supplied by HMC Polymers Co, Ltd. The melt flow rate of PP is 4 dg/min. TiO_2 with an average particle size 42.3 nm (TD42.3) and 130 nm (TD130) purchased from Aldrich and S.R.LAB Co., Ltd, respectively. TiO_2 is in form of a white powder.

2.2 Polymer Nanocomposites Preparation

Pure PP pellets and TiO_2 nanoparticles were dried in an oven at 100 °C for 3 hrs before melt extrusion. The PP pellets and TiO_2 nanoparticles were melt-compounding in desired compositions in a twin screw extruder at temperatures in a range of 160-220 °C and a screw speed of 50 rpm. The extrudates were pelletized at the die exit. After compounding, the blends were compression molded into standard dumb-bell tensile bars and rectangular bars. The mold temperature was kept at 190 °C.

2.3 Polymer Nanocomposites Characterization

Tensile tests were conducted according to ASTM D 638 with a universal tensile testing machine LR 50k from Lloyd instruments. The tensile tests were performed at crosshead speed of 50 mm/min. Each value obtained represented the average of five samples. Charpy impact strength tests were performed according to D 6110-06 standard at room temperature. Each value obtained represented the average of five samples.

3. Results and discussion

In consideration of the effect of particle sizes of TiO_2 on mechanical properties in Figures 1-4, it can be seen that the values of tensile strength of PP/TD130 and PP/TD42.3 nanocomposites were not quite different and small decreased with increasing TiO_2 content. The PP/TD130 nanocomposites exhibited higher Young's modulus and stress at break than PP/TD42.3 nanocomposites. This may be due to difference in a polarity miss match of fillers and polymer matrix, because TD42.3 has higher surface area

than that of TD130. This may induce agglomeration as shown in Figure 5 and poor adhesion between TD42.3 and polymer matrix and subsequently decrease the Young's modulus and impact strength. Moreover, it can be seen that impact strength of PP/TD130 was higher than PP/TD42.3 nanocomposites.

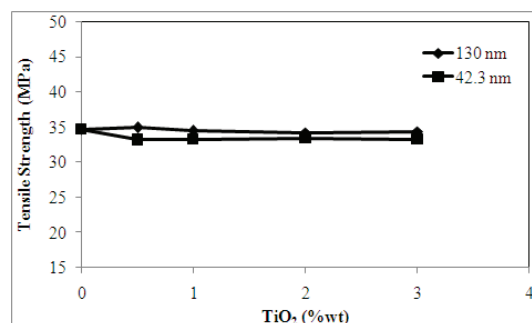


Figure 1. Tensile strength of neat PP and PP after adding TD42.3 and TD130.

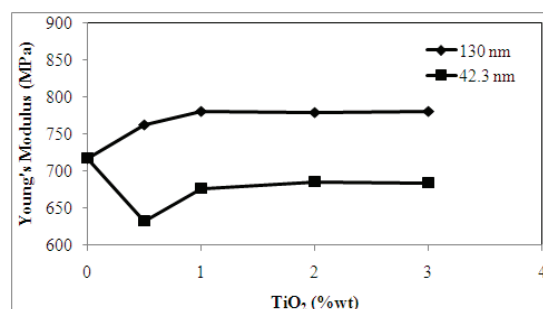


Figure 2. Young's modulus of neat PP and PP after adding TD42.3 and TD130.

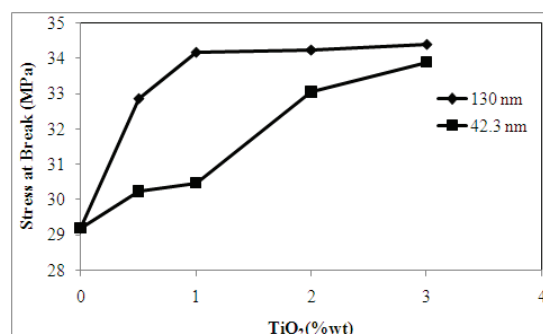


Figure 3. Stress at break of neat PP and PP after adding TD42.3 and TD130.

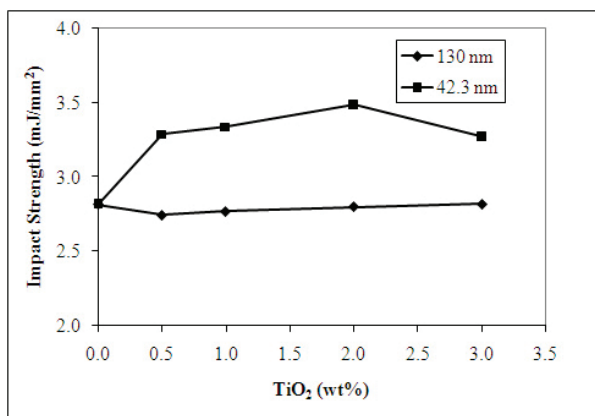


Figure 4. Impact strength of neat PP and PP after adding TD42.3 and TD130.

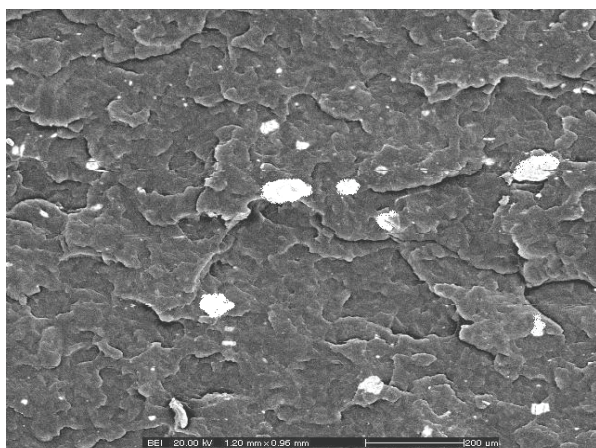


Figure 5. SEM micrograph of PP after adding 2.0 wt% of TD42.3.

4. Conclusions

The pure PP, PP/TD130 nanocomposites with increasing TD130 contents showed small change tensile strength. Young's modulus, the stress at break and impact strength of PP/TD130 nanocomposites increased with increasing TD130 contents. The PP/TD130 nanocomposites exhibited higher Young's modulus and stress at break than PP/TD42.3 nanocomposites.

5. Acknowledgements

The authors thank the Thailand Research Fund (TRF) and Commission on Higher Education for the financial support of this project.

References

- [1] W. C. J. Zuiderduin, C. Westzaan, J. Huetink, R. J. Gaymans, *Polymer*, 44, 261 (2003).
- [2] C. Chan, J. Wu, J. Li, Y. Cheung, *Polymer*, 43, 2981 (2002).
- [3] J. Suwanprateeb, *Composites: A*, 31, 353 (2000).
- [4] M. Modesti, A. Lorenzetti, D. Bon, S. Besco, *Polymer*, 46, 10237 (2005).
- [5] R. D. K. Misra, P. Nerikar, K. Bertrand, D. Murphy, *Materials Science and Engineering A*, 384, 284 (2004).
- [6] S. Bose, P. A. Mahanwar, *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*, 3, 65 (2004).
- [7] P. Supaphol, P. Thanomkiat, J. Junkasem, R. Dangtungee, *Polymer Testing*, 26, 20 (2007).
- [8] R. Dangtungee, J. Yun, P. Supaphol, *Polymer Testing*, 24, 2 (2005).
- [9] K. Yang, Q. Yang, G. Li, Y. Sun, D. Feng, *Materials Letters*, 60, 805 (2006).
- [10] O. Starkova, J. Yang, Z. Zhang, *Composites Science Technology*, 67, 2691 (2007).
- [11] E. Džunuzović, K. Jeremić, J. M. Nedeljković, *European Polymer Journal*, 43, 3719 (2007).