



รายงานการวิจัย

การเตรียมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่:
ผลของขนาดผงเปลือกไข่และการปรับปรุงการย่อยสลายทางชีวภาพ

(Preparation of Eggshell Powder (ESP) Filled HDPE:
Effect of ESP Size and Biodegradability Improvement)

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว



รายงานการวิจัย

การเตรียมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่:
ผลของขนาดผงเปลือกไข่และการปรับปรุงการย่อยสลายทางชีวภาพ

(Preparation of Eggshell Powder (ESP) Filled HDPE:
Effect of ESP Size and Biodegradability Improvement)

คณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

รองศาสตราจารย์ ดร. วิมลลักษณ์ สุตะพันธ์

สาขาวิชาวิศวกรรมพอลิเมอร์

สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ 2555-2556

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

พฤษภาคม 2561

กิตติกรรมประกาศ

ในการดำเนินการวิจัยโครงการ “การเตรียมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่: ผลของขนาดผงเปลือกไข่และการปรับปรุงการย่อยสลายทางชีวภาพ (Preparation of Eggshell Powder (ESP) Filled HDPE: Effect of ESP Size and Biodegradability Improvement) คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ผู้สนับสนุนทุนวิจัย (ปีงบประมาณ 2555 - 2556) และ ขอขอบคุณศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี สำหรับการสนับสนุนการดำเนินงานของโครงการวิจัย



บทคัดย่อ

การศึกษานี้ เป็นการศึกษาการใช้เปลือกไข่ผงที่เตรียมจากเปลือกไข่ลอกเมมเบรนเพื่อใช้เป็นสารตัวเติม แคลเซียมคาร์บอเนตสำหรับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง เปลือกไข่ผงเตรียมในสามขนาด คือ 0.34 - 100.57 ไมโครเมตร 0.34 - 54.40 ไมโครเมตร และ 0.34 - 40.02 ไมโครเมตร ได้ตรวจสอบ อิทธิพลของปริมาณและขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่ต่อสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ สมบัติการไหล พฤติกรรมและสมบัติทางกล ทรานซิซันทางความร้อน ปริมาณผลึก และสัณฐานวิทยาของพื้นผิวแตกหัก อิทธิพลของปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตต่อปริมาณการดูดน้ำ การเสื่อมสลายทางชีวภาพ และสมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ในการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงใช้ปริมาณของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 20 30 40 50 โดยน้ำหนัก

ผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนประกอบด้วยแคลเซียมคาร์บอเนตในรูปผลึกแคลไซต์ในปริมาณไม่ต่ำกว่าร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก และมีปริมาณสารอินทรีย์ร้อยละ 3 - 4 โดยน้ำหนัก และกระบวนการบดไม่มีผลต่อรูปผลึกของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน ขนาดผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนมีผลต่อพื้นที่ผิวจำเพาะ ผงเปลือกไข่บดที่มีขนาดเล็กจะมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงกว่าผงเปลือกไข่บดที่มีขนาดใหญ่กว่า และผงเปลือกไข่บดที่มีขนาดอนุภาคเล็กจะเสื่อมสลายด้วยความร้อนที่อุณหภูมิที่ต่ำกว่าผงเปลือกไข่บดที่มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่า

ดัชนีการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนลดลงเมื่อปริมาณผงเปลือกไข่บดเพิ่มขึ้น แต่ขนาดอนุภาคของเปลือกไข่บดไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อดัชนีการไหล เมื่อปริมาณเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนเท่ากับร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนมีการเปลี่ยนแปลงจากพฤติกรรมการแตกหักแบบเหนียวไปเป็นแตกหักแบบเปราะ

พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน จะมีความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก, ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด และความทนทานต่อแรงกระแทก ลดลง แต่โมดูลัสแรงดัดและโมดูลัสของยังก็จะเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ และความทนทานต่อแรงดัดเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก, ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด โมดูลัสของยังก็โมดูลัสแรงดัด และความทนทานต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนไม่ขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาคผงเปลือกไข่ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก และผงเปลือกไข่บดมีขนาดอนุภาคในช่วง 0.34 - 40.02 ไมโครเมตรและขนาดอนุภาคเฉลี่ย 13.96 ไมโครเมตร จะสามารถปรับปรุงการยึดตัว ณ จุดขาด และความทนทานต่อแรงกระแทก

บทคัดย่อ (ต่อ)

การเพิ่มปริมาณของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนไม่มีผลต่ออุณหภูมิการการสลายตัว อุณหภูมิการหลอมเหลวและอุณหภูมิการเกิดผลึกของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนมีผลต่อการสลายตัวทางความร้อนของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ซึ่งอุณหภูมิการสลายตัวของเมทริกซ์จะเพิ่มขึ้นเมื่อขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนลดลง แต่ขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่บดไม่มีผลต่ออุณหภูมิหลอมเหลวและอุณหภูมิการเกิดผลึกของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง เมื่อเพิ่มปริมาณของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน ปริมาณผลึกของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงลดลง แต่ขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่บดไม่มีผลต่อปริมาณผลึก

ดัชนีการไหลของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก มีพฤติกรรมการแตกหักแบบเหนียว และเมื่อเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมากกว่าร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก มีผลทำให้พอลิเมอร์ผสมเกิดการแตกหักแบบเปราะ

อนุภาคกระจายของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในพอลิเมอร์ผสมที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก มีลักษณะเป็นทรงกลม และเมื่อเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เป็นร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก รูปร่างเฟสกระจายของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจะไม่สม่ำเสมอ ประกอบด้วย ทรงกลม ลักษณะที่ยึดออก และลักษณะคล้ายหนอน และที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก เฟสกระจายของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต มีลักษณะเป็นเส้นใยและบางส่วนมีลักษณะเป็นแบบต่อเนื่องร่วม ในขณะที่พอลิเมอร์ผสมที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 50 โดยน้ำหนักนั้น โครงสร้างสัณฐานวิทยาเฟสเป็นแบบต่อเนื่องร่วม

การเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีผลทำให้ โมดูลัสของยังก์ การยืดตัว ณ จุดขาดและโมดูลัสแรงดัดของพอลิเมอร์ผสมลดลง ในขณะที่ความทนแรงดึง ณ จุดขาดและความทนแรงดัดของพอลิเมอร์ผสมเพิ่มขึ้น แต่การเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ไม่มีผลต่อความเสถียรทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสม ปริมาณการดูดน้ำและการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเมอร์ผสมเพิ่มขึ้นตามปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เพิ่มขึ้น

Abstract

In this study, membrane peeled chicken eggshell was ground and sieved and the chicken eggshell powder was used as calcium carbonate filler for high density polyethylene. The eggshell powder was prepared into 3 different particle ranges, 0.34 - 100.57 μm , 0.34 - 54.40 μm and 0.34 - 40.02 μm . Particle size and particle size distribution, and BET specific surface area of eggshell powder (ESP) were determined. Effect of ESP content and particle size on physical properties like flow property, mechanical behavior and properties, thermal transitions, crystallinity and fracture surface morphology was investigated. In addition, effect of poly (butylene succinate) content on water absorption, and biodegradation, and physical properties of poly (butylene succinate) filled high density polyethylene was studied. The blend weight ratios of poly (butylene succinate) and high density polyethylene were 20/80, 30/70, 40/60 and 50/50.

Eggshell powder prepared from membrane peel eggshell contained 95 wt.% calcium carbonate with calcite polymorph and 3 - 4 wt.% organic substance. The smaller size eggshell powder had BET specific surface area higher than the larger size eggshell powder. Thermal degradation temperature of the smaller size eggshell powder was lower than that of the higher size eggshell powder.

Melt flow index of eggshell powder filled high density polyethylene decreased with increasing eggshell powder content. Eggshell particle size had no significant effect on melt flow index of the filled high density polyethylene. Ductile fracture to brittle fracture transition occurred at 30 wt.% eggshell powder.

Eggshell powder filled high density polyethylene had lower yield stress, ultimate stress, impact strength than neat high density polyethylene. However, Young's modulus and flexural modulus significantly increased with increased content of eggshell powder. Flexural strength of the filled high density polyethylene slightly improved with adding more eggshell powder. It was found that particle size of eggshell powder insignificantly affected tensile properties and flexural properties but eggshell powder having particle range of 0.34 - 40.02 with average particle size of 13.96 μm made increase of ductility and impact strength of the filled high density polyethylene.

Abstract (Continued)

Increase of eggshell powder content did not influence degradation temperature, melting temperature and crystallization temperature of the filled high density polyethylene. On the other hand, smaller particle size resulted in increased degradation temperature but unchanged melting temperature and crystallization temperature of high density polyethylene matrix. Degree of crystallinity of filled high density polyethylene decreased with increasing eggshell powder content however was not influenced by eggshell particle size.

Melt flow index of polymer blend of poly (butylene succinate) and high density polyethylene increased with increasing poly (butylene succinate) weight ratio from 20/80 to 50/50. Fracture behavior of the blend changed from ductile fracture to brittle fracture set off at poly (butylene succinate) content more than 20 wt.%.

Phase morphology of poly (butylene succinate) and high density polyethylene blend at blend ration of 20/80 was discrete type morphology with spherical shape of dispersed poly (butylene succinate). At the blend ration of 30/70, phase morphology of worm like and spherical domain occurred. Fibrillation phase morphology was obtained at the blend ratio of 40/60. Lastly, co-continuous phase morphology completely developed at the ration of 50/50.

For poly (butylene succinate) and high density polyethylene blend, increasing poly (butylene succinate) content resulted in increased ultimate stress, flexural strength but decreased Young's modulus, flexural modulus and elongation at break. Increase of poly (butylene succinate) had no significant effect on thermal stability and transitions of the blend. Water absorption and biodegradation of the blend significantly increased via increasing poly (butylene succinate) content.

สารบัญ

| | หน้า |
|---|----------|
| กิตติกรรมประกาศ..... | ก |
| บทคัดย่อ | ข |
| Abstract..... | ง |
| สารบัญ..... | ฉ |
| สารบัญตาราง..... | ฎ |
| สารบัญรูป | ฐ |
| คำอธิบายคำย่อที่ใช้ในการวิจัย | ด |
| บทที่ 1 บทนำ | 1 |
| 1.1 ความสำคัญ ที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย | 1 |
| 1.2 ทฤษฎีและกรอบแนวความคิด (Conceptual Framework) ของโครงการวิจัย | 2 |
| 1.3 การทบทวนวรรณกรรม (Reviewed Literature) ที่เกี่ยวข้อง..... | 3 |
| 1.3.1 สารตัวเติมแคลเซียมคาร์บอเนต..... | 3 |
| 1.3.2 เปลือกไข่ไก่และผงเปลือกไข่..... | 4 |
| 1.3.3 การเตรียมผงเปลือกไข่..... | 6 |
| 1.3.4 การใช้ประโยชน์เปลือกไข่ในรูปของผงเปลือกไข่..... | 6 |
| 1.3.5 การผลิตไข่ไก่ในประเทศไทย..... | 6 |
| 1.3.6 พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly (butylene succinate), PBS)..... | 6 |
| 1.3.6.1 การขึ้นรูปพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต..... | 7 |
| 1.3.6.2 การย่อยสลายทางชีวภาพ (Biodegradability) ของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต | 7 |
| 1.3.6.3 การปรับปรุงการย่อยสลายของพอลิเอทิลีนและพอลิโพรพิลีนด้วยพอลิ-บิวทิ ลีนซัคซิเนต(PBS) หรือ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตอดิเพท (PBSA)..... | 9 |
| 1.3.6.4 พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตนาโนคอมโพสิท (PBS (Nano) Composites) | 10 |
| 1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย | 10 |
| 1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ | 10 |
| 1.6 ขอบเขตของโครงการวิจัย..... | 11 |
| เอกสารอ้างอิง | 12 |

สารบัญ (ต่อ)

| | หน้า |
|---|-----------|
| บทที่ 2 การศึกษาผลของขนาดอนุภาคต่อสมบัติทางกายภาพของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน..... | 15 |
| 2.1 ระเบียบวิธีวิจัย | 15 |
| 2.2 วัตถุประสงค์ | 15 |
| 2.3 วิธีการทดลอง | 15 |
| 2.3.1 การเตรียมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนและการคัดแยกขนาด..... | 15 |
| 2.3.2 การตรวจสอบและการทดสอบสมบัติทางกายภาพของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน | 15 |
| 2.4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล..... | 17 |
| 2.4.1 ขนาดอนุภาค การกระจายขนาด และพื้นที่ผิวจำเพาะของผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3 | 17 |
| 2.4.2 ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3..... | 17 |
| 2.4.3 รูปแบบผลึกของผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3..... | 19 |
| 2.4.4 องค์ประกอบทางเคมีของผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3..... | 20 |
| 2.4.5 การเสื่อมสลายเนื่องจากความร้อนของผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3..... | 21 |
| 2.5 สรุปผลการศึกษา..... | 23 |
| เอกสารอ้างอิง | 24 |
| บทที่ 3 การศึกษาผลของปริมาณและขนาดอนุภาคต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ลอกเมมเบรน | 25 |
| 3.1 ระเบียบวิธีวิจัย | 25 |
| 3.2 วัตถุประสงค์ | 25 |
| 3.3 วิธีการทดลอง | 25 |
| 3.3.1 การเตรียมผงเปลือกไข่บด..... | 25 |
| 3.3.2 การเตรียมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บด | 26 |
| 3.3.3 การตรวจสอบและการทดสอบสมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บด..... | 26 |
| 3.4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล..... | 28 |
| 3.4.1 ผลของปริมาณผงเปลือกไข่บดต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บด | 28 |

สารบัญ (ต่อ)

| | หน้า |
|---|------|
| 3.4.1.1 สมบัติการไหล (Flow Properties)..... | 28 |
| 3.4.1.2 พฤติกรรมความเค้น - ความเครียด (Stress - Strain Behavior) | 28 |
| 3.4.1.3 สมบัติความทนต่อแรงดึง (Tensile Properties)..... | 29 |
| 3.4.1.4 สมบัติความทนต่อแรงดัด (Flexural Properties)..... | 32 |
| 3.4.1.5 ความทนต่อแรงกระแทก (Impact Resistance)..... | 34 |
| 3.4.1.6 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวแตกหัก (Morphology of Fracture Surface) | 35 |
| 3.4.1.7 การเสื่อมสลายเนื่องจากความร้อน (Thermal Degradation) | 37 |
| 3.4.1.8 อุณหภูมิ การหลอมเหลวและอุณหภูมิการเกิดผลึก (Melting and Crystallization Temperature)..... | 39 |
| 3.4.1.9 ปริมาณผลึก (Degree of Crystallinity)..... | 39 |
| 3.4.2 ผลของขนาดอนุภาคผงเปลือกไขบดต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความ- หนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไขบด | 43 |
| 3.4.2.1 สมบัติการไหล (Flow Properties)..... | 43 |
| 3.4.2.2 พฤติกรรมความเค้น - ความเครียด (Stress - Strain Behavior) | 43 |
| 3.4.2.3 สมบัติความทนต่อแรงดึง (Tensile Properties)..... | 45 |
| 3.4.2.4 สมบัติความทนต่อแรงดัด (Flexural Properties)..... | 47 |
| 3.4.2.5 ความทนต่อแรงกระแทก (Impact Resistance)..... | 48 |
| 3.4.2.6 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวแตกหัก (Morphology of Fracture Surface) | 50 |
| 3.4.2.7 การเสื่อมสลายเนื่องจากความร้อน (Thermal Degradation) | 51 |
| 3.4.2.8 อุณหภูมิ การหลอมเหลวและอุณหภูมิการเกิดผลึก (Melting and Crystallization Temperature)..... | 51 |
| 3.4.1.9 ปริมาณผลึก (Degree of Crystallinity)..... | 54 |
| 3.5 สรุปผลการศึกษา..... | 56 |
| เอกสารอ้างอิง | 57 |

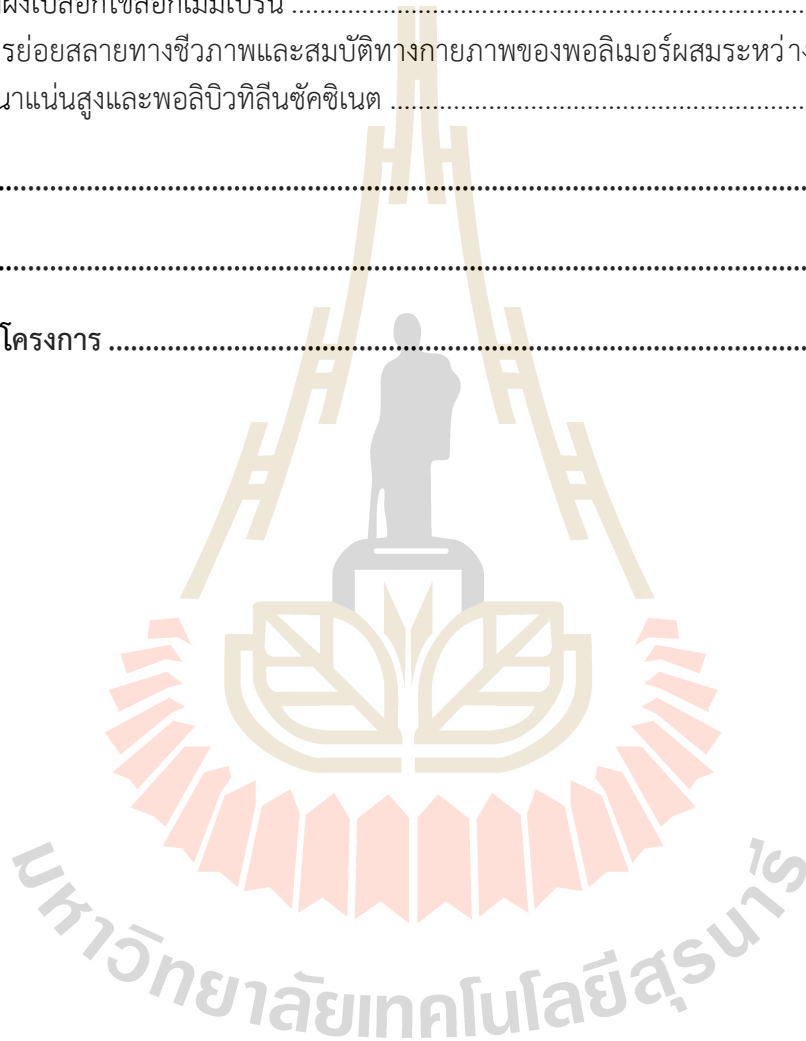
สารบัญ (ต่อ)

หน้า

| | |
|--|-----------|
| บทที่ 4 การศึกษาการย่อยสลายทางชีวภาพและสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต..... | 58 |
| 4.1 ระเบียบวิธีวิจัย | 58 |
| 4.2 วัตถุประสงค์ | 58 |
| 4.3 วิธีการทดลอง | 58 |
| 4.3.1 การเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต..... | 58 |
| 4.3.2 การตรวจสอบและการทดสอบสมบัติทางกายภาพ..... | 58 |
| 4.4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล..... | 62 |
| 4.4.1 สมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต..... | 62 |
| 4.4.1.1 สมบัติการไหล (Flow Properties)..... | 62 |
| 4.4.1.2 พฤติกรรมความเค้น - ความเครียด (Stress - Strain Behavior) และลักษณะ สัณฐานวิทยาเฟส (Phase Morphology)..... | 62 |
| 4.4.1.3 สมบัติความทนต่อแรงดึง (Tensile Properties)..... | 66 |
| 4.4.1.4 สมบัติความทนต่อแรงดัด (Flexural Properties)..... | 69 |
| 4.4.1.5 ความทนต่อแรงกระแทก (Impact Resistance)..... | 71 |
| 4.4.1.6 การเสื่อมสลายเนื่องจากความร้อน (Thermal Degradation)..... | 72 |
| 4.4.1.7 อุณหภูมิการหลอมเหลวและอุณหภูมิการเกิดผลึก (Melting and Crystallization Temperature)..... | 75 |
| 4.4.2 ปริมาณการดูดน้ำและการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีน- ความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต | 81 |
| 4.4.2.1 ปริมาณการดูดน้ำ (Water Absorption) | 81 |
| 4.4.2.2 การย่อยสลายทางชีวภาพ (Biodegradation)..... | 83 |
| 4.5 สรุปผลการศึกษา..... | 87 |
| เอกสารอ้างอิง | 88 |

สารบัญ (ต่อ)

| | หน้า |
|--|------|
| บทที่ 5 บทสรุปการวิจัย | 90 |
| 5.1 การศึกษาผลของขนาดอนุภาคต่อสมบัติทางกายภาพของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน | 90 |
| 5.2 การศึกษาผลของปริมาณและขนาดอนุภาคต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ลอกเมมเบรน | 90 |
| 5.3 การศึกษาการย่อยสลายทางชีวภาพและสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต | 91 |
| บรรณานุกรม | 92 |
| ประวัติผู้วิจัย | 97 |
| ผลงานเผยแพร่ของโครงการ | 98 |



สารบัญตาราง

| ตารางที่ | หน้า |
|---|------|
| 1.1 ราคาและผลิตภัณฑ์แคลเซียมคาร์บอเนตในประเทศไทย จำแนกตามคุณภาพและราคา | 4 |
| 1.2 ส่วนประกอบของเปลือกไข่ไก่ | 4 |
| 1.3 สมบัติทางกายภาพของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (poly (butylene succinate) (PBS)) และพอลิเอทิลีน (polyethylene (PE))..... | 8 |
| 2.1 ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดและพื้นที่ผิวจำเพาะของผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 | 17 |
| 2.2 วัตถุประสงค์ประกอบของผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3..... | 20 |
| 2.3 อุณหภูมิการเสื่อมสลายทางความร้อนและน้ำหนักที่สูญเสียของผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 | 21 |
| 3.1 ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดและพื้นที่ผิวจำเพาะของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน ESP1, ESP2, และ ESP3 | 26 |
| 3.2 ดัชนีการไหล (melt flow index) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก | 28 |
| 3.3 มอดูลัสของยังก์ ร้อยละการยืดออก ณ จุดขาด ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด มอดูลัสแรงดัด และความทนทานต่อแรงดัด ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก | 33 |
| 3.4 ความทนทานต่อแรงกระแทก (impact strength) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก | 34 |
| 3.5 อุณหภูมิการเสื่อมสลาย (Td) อุณหภูมิการหลอมเหลว (Tm) อุณหภูมิการเกิดผลึก (Tc) ความร้อนของการหลอมละลาย (ΔH_f) และปริมาณผลึก (X_c) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก | 42 |
| 3.6 ดัชนีการไหล (melt flow index) พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก | 43 |
| 3.7 มอดูลัสของยังก์ ร้อยละการยืดตัว ณ จุดขาด ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด มอดูลัสแรงดัด ความทนทานต่อแรงดัด และความทนทานต่อแรงกระแทก ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก..... | 49 |

สารบัญตาราง (ต่อ)

| ตารางที่ | หน้า |
|---|------|
| 3.8 อุณหภูมิการหลอมเหลว (T_m), อุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) ความร้อนของการหลอมละลาย (ΔH_f) และปริมาณผลึก (X_c) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไขบด ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก 55 | 55 |
| 4.1 ดัชนีการไหล (melt flow index) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิ-บิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก 62 | 62 |
| 4.2 มอดุลัสของย้งก์ ร้อยละการยืดออก ณ จุดขาด ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด มอดุลัสแรงดัด และความทนทานต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ในปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก 70 | 70 |
| 4.3 ความทนทานต่อแรงกระแทก (impact strength) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก 71 | 71 |
| 4.4 อุณหภูมิการสลายตัว (T_{peak}) ช่วงอุณหภูมิการสลายตัว (T_d , range) และน้ำหนักที่สูญเสียไปจากการสลายตัวทางความร้อน (Weight loss) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่มีพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในปริมาณร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก 74 | 74 |
| 4.5 อุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) และอุณหภูมิเกิดผลึก (T_c) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก 80 | 80 |
| 4.6 ระยะเวลาการทดสอบและปริมาณการดูดน้ำเมื่อเข้าสู่สมดุลของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก 82 | 82 |
| 4.7 การย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก 84 | 84 |

สารบัญรูป

| รูปที่ | หน้า |
|--------|--|
| 1.1 | โครงสร้างของเปลือกไข่ไก่.....5 |
| 2.1 | ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (x300 และ x2000) อนุภาคของผงเปลือกไข่ ESP1 (a1) ESP2 (b1) และ ESP3 (c1) และกราฟการกระจายขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่ ESP1 (a2) ESP2 (b2) และ ESP3 (c2)..... 18 |
| 2.2 | รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ ผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 และผงแคลเซียมคาร์บอเนต 19 |
| 2.3 | กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3..... 22 |
| 3.1 | กราฟระหว่างความเค้นดึง (tensile stress) และร้อยละการยืดออก (elongation) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก 29 |
| 3.2 | กราฟระหว่างมอดุลัสของยังก์ (Young's modulus) และการยืดตัว ณ จุดขาด และปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 30 |
| 3.3 | กราฟระหว่างความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก (yield strength) และความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด (tensile stress at break) และปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 31 |
| 3.4 | กราฟระหว่างมอดุลัสแรงดัด (flexural modulus) และความทนทานต่อแรงดัด (flexural strength) และปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 32 |
| 3.5 | ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (x300 (_1) และ x1000 (_2) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (a) และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 (b), ร้อยละ 20 (c) และ ร้อยละ 30 (d) ร้อยละ 40 (e) โดยน้ำหนัก..... 36 |
| 3.6 | กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก 38 |
| 3.7 | กราฟ DSC thermogram ที่ได้จากกระบวนการให้ความร้อนครั้งแรก (first heating scan) (a) และการให้ความร้อนครั้งที่สอง (second heating scan) (b) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก..... 40 |

สารบัญรูป (ต่อ)

| รูปที่ | หน้า |
|---|------|
| 3.8 กราฟ DSC thermogram จากกระบวนการทำให้เย็นตัวครั้งแรก (first cooling scan) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก | 41 |
| 3.9 กราฟระหว่างความเค้นดึง (tensile stress) และร้อยละการยืดออก (elongation) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก..... | 44 |
| 3.10 กราฟระหว่างความเค้นดึง (tensile stress) และร้อยละการยืดออก (elongation) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก..... | 45 |
| 3.11 กราฟความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดครากและความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก..... | 46 |
| 3.12 กราฟมอดุลัสแรงดัดและความทนทานต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก..... | 47 |
| 3.13 กราฟความทนทานต่อแรงกระแทกของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก | 48 |
| 3.14 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยาย (x1000) พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (a) และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1 (b), ESP2 (c) และ ESP3 (d) ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก..... | 50 |
| 3.15 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก | 52 |
| 3.16 กราฟ DSC thermogram ของการให้ความร้อนครั้งแรก (first heating scan) (a) และการให้ความร้อนครั้งที่สอง (second heating scan) (b) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก | 53 |
| 3.17 กราฟ DSC thermogram ที่ได้รับจากการหล่อเย็นครั้งแรก (first cooling scan) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก..... | 54 |

สารบัญรูป (ต่อ)

| รูปที่ | หน้า |
|--|------|
| 4.1 ลักษณะการจัดเรียงชั้นตัวอย่างสำหรับการทดสอบความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพด้วยการฝังดิน..... | 60 |
| 4.2 กราฟระหว่างความเค้นดึง (tensile stress) และร้อยละการยืดออก (elongation) และลักษณะสัณฐานวิทยา ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (a) และ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (b)..... | 63 |
| 4.3 กราฟระหว่างความเค้นและร้อยละการยืดตัว และลักษณะสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 (a) 30 (b) 40 (c) และ 50 (d) โดยน้ำหนัก..... | 65 |
| 4.4 กราฟระหว่างมอดุลัสของยังก์ (Young's modulus) และ ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต..... | 66 |
| 4.5 กราฟระหว่างร้อยละการยืดตัว ณ จุดขาดและปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต | 67 |
| 4.6 กราฟระหว่าง ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก (yield strength) และความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด (stress at break) และปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต | 68 |
| 4.7 กราฟระหว่างมอดุลัสแรงดัด (flexural modulus) และความทนทานต่อแรงดัด (flexural strength) และ ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต | 69 |
| 4.8 แผนภาพแบบจำลองแสดงการเพิ่มความทนทานแรงกระแทกของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก ซึ่งสัณฐานวิทยาของเฟสกระจายมีรูปร่างแบบเส้นใย..... | 72 |
| 4.9 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่มีปริมาณพอลิ-บิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก..... | 73 |
| 4.10 กราฟ DSC thermogram ของการให้ความร้อนครั้งแรก ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก | 76 |
| 4.11 กราฟ DSC thermogram ที่ได้จากการหลอมเย็นครั้งแรกของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก | 77 |

สารบัญรูป (ต่อ)

| รูปที่ | หน้า |
|---|-------|
| 4.12 กราฟ DSC thermogram จากการให้ความร้อนครั้งที่สอง (second cooling scan) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก..... | 79 |
| 4.13 กราฟระหว่างปริมาณการดูดน้ำและระยะเวลาการทดสอบ (immersion time) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก..... | 82 |
| 4.14 กราฟระหว่างการสูญเสียน้ำหนักและระยะเวลาการฝังดิน (burial time) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก..... | 83 |
| 4.15 ภาพถ่ายแสดงลักษณะของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก หลังจากการทดสอบการฝังดินที่ระยะเวลา 0 - 120 วัน..... | 85-86 |

คำอธิบายคำย่อที่ใช้ในการวิจัย

| | |
|------|---------------------------|
| ESP | Eggshell Powder |
| HDPE | High Density Polyethylene |
| PBS | Poly (butylene succinate) |



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญ ที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

สารตัวเติม (filler) นิยมใช้สำหรับวัสดุพอลิเมอร์ในวัตถุประสงค์หลักคือ เพื่อลดต้นทุนวัตถุดิบ และในขณะเดียวกันมีผลในปรับปรุงสมบัติทางกลบางประการได้แก่ โมดูลัสของยังก์ ความทนทานต่อแรงดึง เป็นต้น แคลเซียมคาร์บอเนต (calcium carbonate) เป็นสารตัวเติมที่ใช้สำหรับพอลิเอทิลีนในสัดส่วนที่สูงกว่าสารตัวเติมชนิดอื่น ๆ โดยที่แคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้เป็นสารตัวเติมนี้ส่วนใหญ่เป็นชนิด GCC (Ground Calcium Carbonate) มีความบริสุทธิ์ประมาณร้อยละ 98 โดยน้ำหนัก มีรูปผลึกแบบแคลไซต์ และมีขนาดอนุภาคระหว่าง 1-3 ไมโครเมตร มีการใช้ GCC ในวัตถุประสงค์ต่าง ๆ เช่น สารตัวเติมเสริมแรง (reinforcing filler) สารเสริมความทนต่อการกระแทก (impact modifier) ตัวส่งเสริมการแทรกผ่าน (permeable promoter) ของก๊าซและไอรอะเหย สารเพิ่มเนื้อ (extender) และ ใช้เพื่อลดการหดตัวของพลาสติก [1] อย่างไรก็ตาม ทรัพยากรธรรมชาติที่ใช้เพื่อผลิตแคลเซียมคาร์บอเนต คือ ชอล์ค (chalk) หินปูน (limestone) และ หินอ่อน (mable) [2] เป็นทรัพยากรธรรมชาติที่ใช้แล้วหมดไปไม่มีทดแทนใหม่หรือใช้เวลานานในการเกิดขึ้นใหม่

เปลือกไข่ไก่เป็นผลิตภัณฑ์จากธรรมชาติที่หาได้ง่ายภายในประเทศ ถือเป็นวัสดุเหลือใช้จากอุตสาหกรรมการเลี้ยงไก่ แต่เปลือกไข่ทั้งจากการฟักลูกไก่และจากการใช้ไข่เป็นอาหารถูกทิ้งเป็นขยะซึ่งมีต้นทุนในการกำจัดและเป็นมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม โดยเปลือกไข่ที่ถูกทิ้งเป็นขยะเหล่านี้ยังมีมูลค่าในตัวเองเนื่องจากองค์ประกอบหลักของเปลือกไข่คือ แคลเซียมคาร์บอเนต ในปริมาณร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก และมีรูปผลึกแบบแคลไซต์ (calcite) ซึ่งปริมาณแคลไซต์ที่มีอยู่ใกล้เคียงกับความบริสุทธิ์ของแคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้เป็นสารตัวเติม (filler) สำหรับวัสดุพอลิเมอร์ เปลือกไข่เป็นวัสดุจากธรรมชาติ และใช้แล้วมีทดแทนใหม่ เกือบจะอยู่ในรูปพร้อมใช้ต้องการเพียงการทำสะอาด บดให้เป็นผง และคัดแยกขนาด ก็จะอยู่ในรูปของเปลือกไข่ผงที่นำไปใช้เป็นสารตัวเติมสำหรับวัสดุพอลิเมอร์ เหมาะที่จะใช้เป็นสารตัวเติมชีวภาพที่มีสมบัติใกล้เคียงกับสารตัวเติมแคลเซียมคาร์บอเนต

จากงานวิจัยที่ได้ศึกษาการใช้ผงเปลือกไข่เป็นสารตัวเติมสำหรับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (HDPE) เปรียบเทียบกับการใช้ผงแคลเซียมคาร์บอเนต โดยขนาดของผงทั้งสองอยู่ในช่วง 1 - 100 ไมโครเมตร D [0,5] เท่ากับ 20 ไมโครเมตร และ D [4,3] เท่ากับ 25 ไมโครเมตร) [1, 2] และพบว่าสมบัติการไหล (flow properties) และ สมบัติทางกล ได้แก่ ความทนต่อแรงดึง ความทนต่อการตัดโค้ง ความทนต่อแรงกระแทก ความแข็ง (hardness) อุณหภูมิการบิดงอ (HDT) ของพอลิเอทิลีนที่เติมผงเปลือกไข่ ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญกับพอลิเอทิลีนที่เติมผงแคลเซียมคาร์บอเนต แต่ขนาดผงเปลือกไข่ที่ใช้มีขนาดใหญ่กว่าขนาดของแคลเซียมคาร์บอเนตที่ปกติใช้เป็นสารตัวเติมซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 2 ไมโครเมตร การศึกษาสภาวะการบดที่เหมาะสมเพื่อให้ได้ผง-เปลือกไข่ที่มีขนาดเล็กและสามารถใช้ได้ในทางอุตสาหกรรมจึงเป็นเรื่องสำคัญที่ควรดำเนินการวิจัยต่อไป

แม้สมบัติทางกลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่จะไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญจากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมแคลเซียมคาร์บอเนต แต่สมบัติที่ต่างกันคือ สมบัติทางความร้อนอันเนื่องมาจากองค์ประกอบส่วนน้อยในรูปสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในผงเปลือกไข่ สารอินทรีย์นี้ประกอบด้วยโปรตีน

หลายชนิดที่ย่อยสลายได้ในทางชีวภาพ ดังนั้นสมบัติที่สำคัญและควรมีการศึกษาเชิงเปรียบเทียบคือ การย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเอทิลีนที่เติมผงเปลือกไข่และเติมผงแคลเซียมคาร์บอเนต ซึ่งอาจจะมีลักษณะที่ต่างกันได้จากองค์ประกอบส่วนน้อยที่ต่างชนิดกัน

ประเด็นต่อมาคือ พอลิเอทิลีนเป็นพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ยากในสภาพธรรมชาติ ซึ่งในปัจจุบันการย่อยสลายยากของบรรจุภัณฑ์พลาสติกเป็นปัญหาทางด้านสิ่งแวดล้อมของสังคม โดยมี 3 แนวทางปฏิบัติเบื้องต้นที่ทำให้ขยะพลาสติกลดน้อยลง คือ ใช้ซ้ำ เลิกการใช้ นำกลับมาใช้ใหม่ อย่างไรก็ตามแนวปฏิบัติทั้ง 3 แบบนี้สามารถลดปริมาณขยะได้ปริมาณจำกัดเท่านั้น วิธีแก้ปัญหาดังกล่าวโดยตรงคือ การทำให้บรรจุภัณฑ์พลาสติกนั้นย่อยได้ในทางชีวภาพ ด้วยวิธีต่าง ๆ ได้แก่ การปรับแต่งโครงสร้างทางเคมี การใช้สารเติมแต่ง การผสมกับพอลิเมอร์ชีวภาพ (พอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ในทางชีวภาพ) เป็นต้น การปรับปรุงการย่อยสลายด้วยการผสมกับ พอลิเมอร์ชีวภาพเป็นวิธีที่สะดวกวิธีหนึ่ง ดังนั้นในการปรับปรุงการย่อยสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงจะใช้วิธีการผสมกับพอลิเมอร์ชีวภาพที่มีสมบัติการไหลและสมบัติทางกลที่ใกล้เคียงกับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ในที่นี้ คือพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (poly (butylene succinate), PBS) พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเป็นพอลิเมอร์ชีวภาพที่มีสมบัติการไหลและสมบัติทางกลใกล้เคียงกับพอลิเอทิลีน

ดังนั้นในงานวิจัยนี้เป็นการเตรียมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ที่มีขนาดใกล้เคียงกับสารตัวเติมแคลเซียมคาร์บอเนต และศึกษาในด้านการเพิ่มการย่อยสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงโดยใช้พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

1.2 ทฤษฎีและกรอบแนวความคิด (Conceptual Framework) ของโครงการวิจัย

ในการใช้เปลือกไข่สำหรับพอลิเมอร์คอมพอสิต เปลือกไข่ควรอยู่ในรูปของผงขนาดเล็กมีขนาดอนุภาคใกล้เคียงกับแคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้เป็นสารตัวเติมสำหรับพอลิเอทิลีน ซึ่งสมบัติทางกายภาพของผงเปลือกไข่ที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์คอมพอสิต คือ ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของขนาด รูปร่างของอนุภาค และความเป็นกลุ่มก้อน (agglomerates) วิธีการหนึ่งที่ใช้ในการลดขนาดของของแข็ง คือการใช้เครื่องบด ball mill ซึ่ง ปริมาณสารที่ต้องการบด ขนาดของ milling chamber และ milling ball ความเร็วรอบของการบด ระยะเวลาของการบด และ อุณหภูมิขณะบด เป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อขนาดอนุภาคและการกระจายอนุภาค ซึ่งนอกจากจะสามารถลดขนาดของวัสดุได้ ประโยชน์อีกประการหนึ่งของการบดผงเปลือกไข่โดยวิธี ball milling เป็นวิธีที่สะดวกและไม่ต้องใช้สารเคมี และรูปผลึกแคลเซียมคาร์บอเนตไม่เปลี่ยนไปอยู่ในรูปอื่น

การใช้สารตัวเติมสำหรับผลิตผลิตภัณฑ์พลาสติกนั้น ปัจจัยจากสารตัวเติมที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพและทางกลต่อผลิตภัณฑ์ คือ ปริมาณ ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาด รูปร่างอนุภาค ความเป็นขั้วและลักษณะพื้นผิว ลักษณะการกระจายของอนุภาคในพอลิเมอร์เมทริกซ์

การใช้สารตัวเติมต้องใช้ในปริมาณที่เหมาะสม ถ้าใช้ในปริมาณที่สูงเกินไปจะส่งผลให้พฤติกรรมการแตกหักของพลาสติกที่เหนียวเปลี่ยนจากการแตกหักแบบเหนียวเป็นการแตกหักแบบเปราะ ซึ่งปริมาณสารตัวเติม ณ จุดเปลี่ยนพฤติกรรมนี้มีความสำคัญต่อปริมาณการใช้สารตัวเติม และเป็นเกณฑ์อย่างหนึ่งของการเลือกใช้งานของผลิตภัณฑ์พลาสติก นอกจากนี้ปริมาณสารตัวเติมยังมีผลในการเพิ่มหรือลดของพฤติกรรมทางกลด้านอื่น ๆ อีก ได้แก่ ความทนต่อแรงดึง ความทนต่อการตัดโค้ง ความทนต่อการตกกระแทก ซึ่งการใช้สารตัวเติมเพื่อจุดประสงค์หลักในการลดต้นทุนวัตถุดิบและต้องไม่ส่งผลในทางลบต่อความแข็งแรงทางกล สมบัติการไหล และสมบัติทางความร้อนของผลิตภัณฑ์นั้น ๆ อย่างมีนัยสำคัญ

การปรับปรุงการย่อยสลายโดยการผสมกับพอลิเมอร์ชีวภาพต้องไม่มีผลทำให้สมบัติทางกายภาพและทางกลของวัสดุพอลิเมอร์ที่ถูกปรับปรุงนั้นด้อยลงอย่างมีนัยสำคัญ ดังนั้นพอลิเมอร์ชีวภาพที่ใช้ปรับปรุงการย่อยสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ต้องมีสมบัติทางกายภาพและหรือสมบัติทางกลใกล้เคียงกับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ซึ่งพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ที่มีสมบัติเช่นนี้คือ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

ปริมาณของพอลิเมอร์ชีวภาพที่ใช้เป็นปัจจัยอีกประการที่ต้องคำนึงถึง เนื่องจากปริมาณจะมีผลต่อสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางกล สมบัติทางความร้อน และ สันฐานวิทยา โดยปริมาณที่เพิ่มขึ้นของพอลิเมอร์ชีวภาพอาจไม่ได้มีผลในการเพิ่มขนาดของเฟสกระจายเพียงอย่างเดียว คืออาจมีผลต่อการเปลี่ยนรูปร่างลักษณะของเฟสกระจายได้อีกทางหนึ่ง ซึ่งรูปร่างของเฟสกระจายจะมีผลต่อสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางกล และสมบัติทางความร้อน สมบัติเหล่านี้จะเกี่ยวข้องกับการการนำวัสดุไปใช้งาน

ดังนั้นในการวิจัยนี้จึงเตรียมเปลือกไข่ผงโดยการบดด้วยเครื่อง ball mill โดยจะศึกษาผลของขนาด milling ball และเวลาของการบด ต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค สันฐานวิทยา องค์ประกอบเคมี และสมบัติทางความร้อนของผงเปลือกไข่ที่ได้ และใช้พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในการปรับปรุงการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ เนื่องจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเป็นพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ และมีสมบัติทางกายภาพและทางกลใกล้เคียงกับพอลิเอทิลีน

1.3 การทบทวนวรรณกรรม (Reviewed Literature) ที่เกี่ยวข้อง

1.3.1 สารตัวเติมแคลเซียมคาร์บอเนต

แคลเซียมคาร์บอเนต ใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น อุตสาหกรรมพลาสติก ยาง และสี อุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมวัสดุก่อสร้าง และอื่น ๆ อัตราเติบโตของการใช้แคลเซียมคาร์บอเนตในประเทศไทย ปัจจุบันอยู่ในอัตรา 10% ต่อปี กำลังการผลิตรวมภายในประเทศอยู่ที่ 8 แสนตันต่อปี [3] และร้อยละ 95 ของกำลังการผลิตป้อนให้กับอุตสาหกรรมในประเทศ บริษัทสุรินทร์ ออมย่า เคมีคอล (ประเทศไทย) จำกัด เป็นผู้ผลิตและจำหน่ายแคลเซียมคาร์บอเนตที่มีกำลังการผลิตมากที่สุดในประเทศไทย ด้วยกำลังการผลิต 3.6 แสนตันต่อปี และในอนาคตจะเพิ่มเป็น 5.6 แสนตันต่อปี (ที่มา: นิตยสารผู้จัดการ)

ปริมาณการบริโภคภายในประเทศในปี 2551 เท่ากับ 8.2 แสนตัน ราคาและผลิตภัณฑ์แคลเซียมคาร์บอเนตของไทย จำแนกตามคุณภาพและราคาแสดงดังตารางที่ 1.1 [4]

ตารางที่ 1.1 ราคาและผลิตภัณฑ์แคลเซียมคาร์บอเนตในประเทศไทย จำแนกตามคุณภาพและราคา [4]

| ขนาดอนุภาค (ไมครอน) | แคลเซียม คาร์บอเนต (%) | ความขาว | การใช้ประโยชน์ |
|------------------------|------------------------------|---------|---|
| 1-2 | 98.5 | >95 | อุตสาหกรรมกระดาษเกรดสูง |
| 1-2 | 98.5 | >95 | อุตสาหกรรมสีเกรดสูง |
| 2-3 | 98.5 | >95 | อุตสาหกรรมสี |
| 5 | 98 | >94 | อุตสาหกรรมสีเกรดต่ำ |
| 1-2 | 98.5 | >95 | อุตสาหกรรมพลาสติกเกรดสูง |
| 2-3 | 98.5 | >95 | อุตสาหกรรมพลาสติก และพีวีซี |
| 2-3 | 98.5 | >95 | อุตสาหกรรมยาง เลื่อนน้ำมัน wall- paper กระสอบปุ๋ย กระจกพลาสติก |
| 45 | 98 | >94 | ผงซักฟอก ยาสีฟัน อุตสาหกรรมยาง |
| 147 | 98 | >94 | อาหารสัตว์และปุ๋ย |

แคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้ในอุตสาหกรรมพลาสติกส่วนใหญ่เป็นชนิด GCC (Ground Calcium Carbonate) แคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้สำหรับปรับปรุงพลาสติกให้มีสมบัติที่ดีขึ้นควรมีสมบัติดังนี้ มีความบริสุทธิ์สูง ไม่มีโลหะที่ก่อให้เกิดปฏิกิริยา มีความขาวสูง ไม่เกาะกันเป็นกลุ่มก้อน ไม่ดูดกลืนสารเติมแต่ง มีพื้นที่ผิวจำเพาะ ไม่กัดกร่อนชิ้นงานของเครื่องจักร กระจายตัวได้ดี ไม่เป็นพิษ ไม่มีกลิ่น ทนความร้อนได้สูงถึง 600°C [4]

1.3.2 เปลือกไข่ไก่และผงเปลือกไข่

ไข่ไก่หนึ่งใบประกอบด้วยไข่ขาว ไข่แดง และเปลือกไข่ร้อยละ 60 30-33 และ 9-12 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ เปลือกไข่ไก่เป็นเซรามิกคอมโพสิตทางชีวภาพ (biocomposite ceramic) โครงสร้างของเปลือกไข่ไก่และเปลือกไข่นกกระจอกเทศมีส่วนประกอบที่สำคัญคือ แคลเซียมคาร์บอเนต (calcium carbonate) 95% โดยน้ำหนัก ที่มีรูปผลึกแบบแคลไซต์ (calcite) [5] และ ส่วนประกอบที่เหลืออีกร้อยละ 5 คือสารอินทรีย์ ในรูปของ ชั้นเมมเบรน และโปรตีนที่เป็นเมทริกซ์ (matrix protein) [6-8] ส่วนประกอบต่าง ๆ ของเปลือกไข่แสดงในตารางที่ 1.2

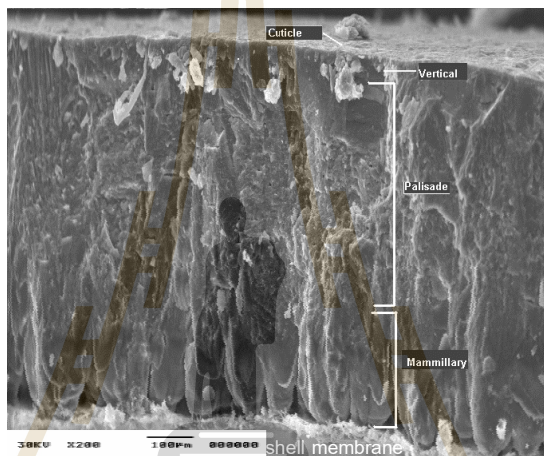
ตารางที่ 1.2 ส่วนประกอบของเปลือกไข่ไก่ [9]

| ส่วนประกอบ | ปริมาณ (ร้อยละ โดยน้ำหนัก) |
|----------------------------------|-------------------------------|
| Calcium carbonate | 95 |
| Magnesium carbonate | ≤1 |
| Calcium phosphate | ≤1 |
| Organic matter (chiefly protein) | 4 |

โครงสร้างเปลือกไข่ดังแสดงในรูปที่ 1.1 ประกอบด้วย โครงสร้างด้านในสุดคือชั้นเมมเบรน (shell membrane, SM) ที่เป็นสารจำพวกโปรตีน ถัดมาคือชั้นแคลเซียมคาร์บอเนตและผิวหน้าบนสุดถูกเคลือบด้วยสารอินทรีย์จำพวก cuticle ชั้นเมมเบรนมีสองชั้น คือ เมมเบรนชั้นนอก (outer shell membrane) และ เมมเบรนชั้นใน (inner shell membrane) ถัดจากเมมเบรนชั้นใน คือ ชั้นของเปลือกแคลไซต์ 3 ชั้น ดังนี้ [10]

1. Mamillary Layer (ML) เป็นชั้นในสุด มีความหนาประมาณ 100 ไมโครเมตร
2. Palisade Layer (PL) เป็นชั้นที่หนาที่สุด หนาถึง ~200 ไมโครเมตร
3. Vertical Layer เป็นชั้นบนสุด มีความหนาประมาณ 5-8 ไมโครเมตร

ในแต่ละชั้นของแคลเซียมคาร์บอเนตจะประกอบด้วยโปรตีนที่เป็นเมทริกซ์ (matrix proteins) ชนิดต่าง ๆ เช่น ovocleidin (OC) osteopontin และ glycosaminoglycans เป็นต้น



รูปที่ 1.1 โครงสร้างของเปลือกไข่ไก่ [11, 12]



1.3.3 การเตรียมผงเปลือกไข่

การบดโดยวิธี ball milling เป็นวิธีการหนึ่งที่ใช้ในการเตรียมผงเปลือกไข่เพื่อใช้เป็นอาหารเสริมทดแทนสารแคลเซียมในร่างกาย โดยใช้ร่วมกับวิธีการแยกส่วนเมมเบรนออกจากผงเปลือกไข่ด้วยการปั่นแยกส่วน (centrifugal) การแยกโดยใช้ตะแกรง หรือการแยกโดยอาศัยความถ่วงจำเพาะที่แตกต่างกันระหว่างแคลเซียมคาร์บอเนตและสารอินทรีย์ [13, 14] การบดย่อยขนาดนอกจากจะสามารถลดขนาดของวัสดุได้ และยังอาจทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างได้อันเป็นผลจาก mechano-chemical effect [15]

1.3.4 การใช้ประโยชน์เปลือกไข่ในรูปของผงเปลือกไข่

ในปัจจุบันได้มีการนำผงเปลือกไข่ (eggshell powder, ESP) ไปใช้เป็นสารเติมแต่งอาหาร (food additive) [16] ใช้เป็นส่วนผสมของซีเมนต์ ใช้เป็นแหล่งของแคลเซียมสำหรับการบริโภคเพื่อเสริมความหนาแน่นของกระดูก (bone mineral density, BMD) [16, 17] และใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมวัสดุเซรามิกทางชีวภาพพวกแคลเซียมฟอสเฟต (calcium phosphate bioceramics) [18] และใช้ในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (hydroxyapatite) และ ไตรแคลเซียมฟอสเฟต (tricalcium phosphate) เพื่อใช้ในการทำวัสดุทดแทนกระดูก [19]

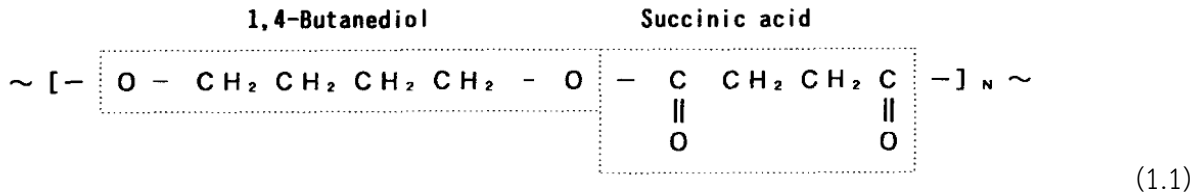
นอกจากนี้ได้มีการใช้ผงเปลือกไข่เป็นสารตัวเติมชีวภาพ (bio-filler) สำหรับพอลิเมอร์ชนิดต่าง ๆ ได้แก่ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิพรพิลีน พอลิ (แลกติก แอซิด) โคพอลิเมอร์ของสไตรีนบิวทาไดอีน พบว่าสามารถเป็นสารตัวเติมสำหรับพอลิเมอร์ดังกล่าวได้เป็นอย่างดี

1.3.5 การผลิตไข่ไก่ในประเทศไทย

ในปี 2552 จากตัวเลขผลผลิตไข่ไก่เฉลี่ยเปิด รวมกันประมาณ 11,000 ล้านฟอง (ที่มา: ศูนย์สารสนเทศการเกษตร สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร) ใช้บริโภคภายในประเทศ ร้อยละ 98 ส่วนที่เหลือร้อยละ 2 ส่งไปจำหน่ายต่างประเทศซึ่งมีตลาดหลักคือ ฮองกง ดังนั้นปริมาณเปลือกไข่คงเหลืออยู่ในประเทศประมาณ 8800 ($11,000 \times 0.8$) ล้านฟอง คิดเป็นปริมาณเปลือกไข่ เท่ากับ 65 พันตัน ($8800 \times 0.105 \times 70$ กรัม/ฟอง) จึงเท่ากับแคลเซียมคาร์บอเนตที่ถูกทิ้งไป 62 พันตัน คิดเป็นร้อยละ 8.2 ของความต้องการใช้แคลเซียมคาร์บอเนตในประเทศ มีมูลค่าประมาณ 18.6 ล้านบาท

1.3.6 พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต(Poly (butylene succinate), PBS)

พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเป็นอลิฟาติกพอลิเอสเทอร์ที่ย่อยสลายได้ในทางชีวภาพ (biodegradable aliphatic polyesters) ชนิดหนึ่ง ผลิตโดย Showa Highpolymer ภายใต้ชื่อทางการค้าคือ Bionolle® # 1000 series สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาควบแน่นระหว่าง 1,4 butanediol และ succinic acid มีโครงสร้างทางเคมีดังแสดงในสมการที่ 1.1 [20] สำหรับผลิตภัณฑ์อื่น ๆ ภายใต้ชื่อทางการค้า Bionolle® ได้แก่ Bionolle® # 3000 series (poly (ethylene succinate), PES), Bionolle® # 7000 series (poly (ethylene succinate adipate), PESA) เป็นต้น



พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีจุดหลอมเหลวอยู่ระหว่างจุดหลอมเหลวของ LDPE และ HDPE และมีอุณหภูมิทรานซิชันแก้ว (-45 ถึง -10°C) อยู่ระหว่างทรานซิชันแก้วของ PE และ PP มีความหนาแน่นใกล้เคียงกับ PET (1.2 g/cm³) ความทนต่อแรงดึงของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีค่าสูงแต่ความทนต่อการตัดโค้งค่อนข้างต่ำ การกระจายของน้ำหนักโมเลกุล (M_w/M_n) อยู่ในช่วง 3.0 - 5.0 สมบัติทางกายภาพโดยทั่วไป ของ PBS แสดงในตารางที่ 1.3

พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเป็นพอลิเมอร์กิ่งผลึก ที่มีรูปผลึก 2 รูปแบบ คือ อัลฟา-ฟอร์ม (α-form) และ เบต้า-ฟอร์ม (β-form) โครงสร้างของผลึกนี้สามารถเกิดการเปลี่ยนฟอร์มได้ภายใต้แรงเค้น โมดูลัสของโครงสร้างผลึกแบบเบต้า-ฟอร์มจะมีค่าสูงกว่าแบบอัลฟา-ฟอร์มเล็กน้อย

1.3.6.1 การขึ้นรูปพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตสามารถขึ้นรูปได้ง่ายโดยใช้เครื่องขึ้นรูปประเภทเดียวกับที่ใช้ขึ้นรูปพอลิโอเลฟินส์ (polyolefins) อุณหภูมิการขึ้นรูปจะใกล้เคียงกับการขึ้นรูปพอลิเอทิลีนคือ 140 - 230°C [21] ถ้าสูงกว่านี้ จะเกิดการขาดของสายโซ่โมเลกุล (chain scission) [20] อย่างไรก็ตามการขึ้นรูปพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีข้อควรระวังคือ [23]:

1. ถ้าขึ้นรูปโดยการอัดรีด (extrusion) ทอร์คจะต้องสูงกว่าปกติเนื่องจากการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลค่อนข้างต่ำ (M_w/M_n = 3) เมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเมอร์โดยทั่วไป
2. ในขั้นตอนของการหล่อเย็น ต้องมีระยะเวลาที่พอเพียงสำหรับการตกผลึกเนื่องจากอัตราเร็วของการตกผลึกค่อนข้างช้า
3. ต้องควบคุมปริมาณความชื้นให้อยู่ในระดับต่ำเนื่องจากจะทำให้เกิดการขาดของสายโซ่เนื่องจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ของสายโซ่ในขณะที่ขึ้นรูป

1.3.6.2 การย่อยสลายทางชีวภาพ (Biodegradability) ของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

อัตราการเสื่อมสลาย (degradation) ของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในของเสียแบบ municipal sewage sludge และ standard activated sludge. เป็นไปอย่างช้ามาก ส่วนการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในดินแบบต่าง ๆ จะแตกต่างกัน โดยดินแบบ sand dune regosol มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตได้ดีที่สุด ใช้เวลาในการย่อยสลายเหลือร้อยละ 50 ภายใน 2 สัปดาห์ รองลงมาคือดินเถ้าภูเขาไฟ (volcanic ash soil) ใช้เวลาย่อยสลายร้อยละ 50 ภายใน 12 สัปดาห์ แต่ถ้าเป็นดิน gley soil และ red - yellow soil ใช้เวลาในการย่อยสลายมากกว่า 12 สัปดาห์ จึงจะได้ร้อยละ 50 ของการย่อยสลายทั้งหมด สำหรับการย่อยสลาย ใน ดิน/ปุ๋ย (compost) จะมีอัตราเร็วเทียบเคียงได้กับการย่อยสลายของกระดาษหนังสือพิมพ์ [22]

ตารางที่ 1.3 สมบัติทางกายภาพของพอลิบิวทีลีนซัคซิเนต (poly (butylene succinate) (PBS)) และพอลิเอทิลีน (polyethylene (PE)) [23]

| Properties | PBS (Bionolle#1000 series) | | | General Purpose Resins | |
|---|----------------------------|---------------|---------------------|------------------------|---------------------|
| | # 1001 | # 1020 | # 1903 | HDPE | LDPE |
| Density (g/cm ³) | 1.26 | - | - | 0.95 | 0.92 |
| Melt mass-flow rate (g/10min, (190°C, 2.16 kg-load) | 0.8-3 | 20-34 | 3-9 | 2 | 2 |
| Melting point (°C) | 114 | 115 | 115 | 130 | 108 |
| Glass transition (°C) | -32 | - | - | -120 | -120 |
| Peak crystallization temp. (°C) | 75.0 | 76.0 | 88.0 | 104 | 80 |
| Crystallinity (%) | 3-34 | - | - | 69 | 49 |
| HDT (°C) | 97 | - | - | 82 | 49 |
| Flexural modulus (MPa) | 656 | 580 | 690 | 1100 | 180 |
| Tensile stress at break/ yield (MPa) | 57.0/ 32.0 | 21.0/ 34.0 | 35.0/ 39.0 | 40.0/ 28.0 | 36.0/ 12.0 |
| Tensile elongation at break (%) | 700 | 320 | 50 | 650 | 400 |
| Heat of combustion (cal/kg) | 5,640 | - | - | 11,000 | |
| Chain structure | linear | linear | long-chain branched | - | long-chain branched |

1.3.6.3 การปรับปรุงการย่อยสลายของพอลิเอทิลีนและพอลิโพรพิลีนด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) หรือ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตอดิเพท (PBSA)

1. LDPE-PBSA Blend [24, 25]

จากการศึกษาการปรับปรุงการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (low density polyethylene, LDPE) ด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตอดิเพท (poly (butylene succinate adipate), PBSA) โดยใช้เชื้อรา 2 สายพันธุ์ คือ *Aspergillus niger* และ *Penicillium funiculosum* พบว่า เชื้อราทั้งสองสายพันธุ์นี้ทำให้พอลิเอทิลีนเสื่อมสลายได้ในสภาวะที่มี PBSA ร่วมด้วย และ เชื้อรา *P. funiculosum* สามารถย่อยสลายพอลิเมอร์ผสมที่มีส่วนผสมของ PBSA ร้อยละ 60 โดยน้ำหนัก ได้ภายใน 90 วัน ตามมาตรฐานของ European directive 94/92/EC สำหรับสมบัติทางกลนั้นความทนต่อแรงดึงและระยะยืดก่อนขาดของพอลิเมอร์ผสมนี้สูงกว่าพอลิเอทิลีนตามปริมาณของ PBSA ที่เพิ่มขึ้น

2. PP-PBS Blend Using Organoclay as A Compatibilizer [26]

ในการศึกษาการปรับปรุงการย่อยสลายของพอลิโพรพิลีน (polypropylene, PP) ด้วย พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต โดยใช้ออร์แกโนเคลย์ (organically modified montmorillonite, Cloisite® 20A) เป็นตัวช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ การศึกษานี้มุ่งเน้นที่การเปลี่ยนแปลงของสัณฐานวิทยาและสมบัติด้านต่าง ๆ ในระบบพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PP และ PBS .ในอัตราส่วนโดยน้ำหนักเป็น 70:30 ที่ไม่มีและมียออร์แกโนเคลย์เป็นส่วนผสมในปริมาณร้อยละ 0.5 - 5 โดยน้ำหนัก พบว่าในกรณีที่ไม่เติมออร์แกโนเคลย์รูปร่างของ PBS ที่กระจายตัวอยู่ใน PP จะเป็นทรงกลมและจะเปลี่ยนเป็นทรงรีเมื่อเติมออร์แกโนเคลย์ในปริมาณร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก และเมื่อเพิ่มปริมาณออร์แกโน-เคลย์เป็นร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก รูปร่างของ PBS จะเปลี่ยนกลับมาเป็นทรงกลมอีกครั้ง ขนาดของ PBS ที่กระจายตัวอยู่ใน PP จะลดลงอย่างมีนัยสำคัญ เมื่อปริมาณออร์แกโนเคลย์เท่ากับร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก และเมื่อปริมาณ ออร์แกโนเคลย์เป็นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ขนาดของ PBS จะเป็น fine particles และกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในเมทริกซ์ ซึ่งสัณฐานวิทยาในลักษณะนี้จะส่งผลต่อการปรับปรุงเสถียรภาพทางความร้อน และสมบัติทางกลอื่น ๆ เป็นสำคัญ

3. พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิเมอร์อื่น ๆ

นอกจากการใช้ PBS ในการปรับปรุงการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิโอเลฟินส์ (polyolefins) เช่น PE และ PP เป็นต้น ยังได้มีการศึกษาพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PBS และ พอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพ เช่น พอลิ(แลคติก แอซิด) (poly (lactic acid), PLA) [27] และ พอลิคาโพรแลคโตน (polycaprolactone, PCL) [28] เพื่อเพิ่มความเสถียรต่อน้ำ และ ปรับปรุงสมบัติด้านอื่น ๆ ตามลำดับ

1.3.6.4 พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตนาโนคอมพอสิต (PBS (Nano) Composites)

Sinha Ray และผู้ร่วมงานได้เป็นกลุ่มแรกที่รายงานเกี่ยวกับโครงสร้างและสมบัติต่าง ๆ ของ PBS-layered silicate nanocomposite (PBSCN) ที่เตรียมโดยวิธี melt intercalation [28, 29] โดยได้ศึกษาสมบัติการไหล (rheological properties) และการย่อยสลายทางชีวภาพของ PBSCN

นอกจากนี้ได้มีการศึกษาเกี่ยวกับ PBS – (multiwalled) carbon nanotube nanocomposites [30, 31] ในเรื่องสมบัติทางความร้อน สมบัติการไหล การเสื่อมสลายทางความร้อน และการศึกษาเกี่ยวกับ PBS-agro flour biocomposites โดยศึกษาการเสื่อมสลายทางชีวภาพและสมบัติทางกล [32]

1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

- เพื่อเตรียมผงเปลือกไข่ที่มีขนาดอนุภาคใกล้เคียงกับอนุภาคของแคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้เป็นสารตัวเติมในอุตสาหกรรมพลาสติก
- ศึกษาการย่อยสลายเชิงเปรียบเทียบระหว่างพอลิเอทิลีนที่เติมผงเปลือกไข่และที่เติมแคลเซียมคาร์บอเนต
- เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- เป็นการนำเปลือกไข่ไก่เหลือทิ้งให้เกิดประโยชน์สูงสุด โดยเป็นแหล่งของแคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้แล้วไม่หมดไป
- ลดปริมาณขยะจากไข่ไก่และจากผลิตภัณฑ์พลาสติกที่ย่อยสลายยาก และ เป็นการสร้างมูลค่าเพิ่มให้แก่เปลือกไข่ไก่
- เป็นการเพิ่มการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่
- เป็นองค์ความรู้ในการวิจัยต่อไปสำหรับเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตจากผงเปลือกไข่ไก่
- เป็นการพัฒนาทางด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีวัสดุของประเทศ และเป็นการพัฒนานักวิจัยรุ่นใหม่ให้สามารถเริ่มการวิจัยและพัฒนาได้อย่างต่อเนื่อง
- บริการความรู้แก่ภาคธุรกิจอุตสาหกรรมพลาสติกและนำไปสู่การผลิตเชิงพาณิชย์

1.6 ขอบเขตของโครงการวิจัย

- เตรียมผงเปลือกไข่โดยการบดเปลือกไข่ด้วย ball mill และคัดแยกขนาดด้วยตะแกรงแยก (sieve)
- สมบัติทางกายภาพของผงเปลือกไข่ที่ตรวจสอบคือ ขนาดและการกระจายขนาด รูปร่างอนุภาค องค์ประกอบทางเคมี สมบัติทางความร้อน รูปผลึก และพื้นที่ผิวจำเพาะ
- ศึกษาปัจจัยของปริมาณผงเปลือกไข่ ระหว่างร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก ที่มีต่อสมบัติทางกายภาพ และทางกลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ผงเปลือกไข่ที่ใช้มีการคัดแยกขนาด
- ศึกษาผลของการเติมพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในปริมาณต่าง ๆ ต่อสมบัติทางกายภาพและทางกลของพอลิเอทิลีนที่เติมผงเปลือกไข่และเพิ่มการย่อยสลายด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต
- สมบัติทางกลและสมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมและไม่เติมผงเปลือกไข่ และที่เพิ่มการย่อยสลาย ที่ตรวจสอบ คือ สมบัติการไหล ความทนต่อแรงดึง ความทนต่อการดัดโค้ง ความทนต่อแรงกระแทก อุณหภูมิการเสื่อมสลาย ลักษณะพื้นผิวแตกหัก และการย่อยสลายทางชีวภาพ



เอกสารอ้างอิง

1. M. Xanthos. (2010). **Functional fillers for Plastics: 2nd Ed.** Wiley-VCH Verlag GmbH: Weinheim.
2. G. Wypuch. (1999). **Handbook of Fillers: 2nd Ed.** ChemTech Publishing: Toronto.
3. ที่มา: กรุงเทพมหานครกิจ วันศุกร์ที่ 2 มิถุนายน พ.ศ. 2549.
4. กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่, **แคลเซียมคาร์บอเนต**, พิมพ์ครั้งที่ 1 2547.
5. A. Heredia, L. F. Lozano, C. A. Martinez-Matias, M. A. Pena-Rico, A. G. Rodriguez-Hernandez, E. Villarreal, A. Martinez, M. V. Garcia-Garduno, V. A. Basiuk, L. Bucino, E. Orozco. (2002). *Microstructure and thermal expansion properties of ostrich eggshell*. **MRS Symposium Proceeding. 724:** N7.5.
6. S. E. Solomon. (1997). **Egg and Eggshell Quality**, Manson Publishing: London.
7. A. Heredia, A. G. Rodriguez-Hernandez, L. F. Lozano, M. A. Pena-Rico, R. Velazquez, V. A. Basiuk, L. Bucino. (2005). *Microstructure and thermal change of texture of calcite crystals in ostrich eggshell *Struthio camelus**. **Mater. Sci. Eng. C25:** 1-9.
8. M. S. Fernandez, M. Araya, J. L. Arias. (1997). *Eggshells are shaped by a precise spatio-temporal arrangement of sequentially deposited macromolecules*. **Matrix Biol. 16:** 13-20.
9. W. J. Stadelman. (1995). *Quality Identification of Shell Eggs* in W. J. Stadelman and O. J. Cotterill, **Egg Science and Technology: 4th Ed.**, Food Product Press: New York.
10. L. Dobiasova, R. Kuzel, H. Sichova, J. Kopecek. The Egg - shell Microstructure Studied by Powder Diffraction, published on the web.
11. Z. A. Abdel-Salam, A. M. Abdou, M. A. Harith. (2006). *Elemental and ultrastructural analysis of the eggshell: Ca, Mg and Na distribution during embryonic development via LIBS and SEM techniques*. **Int. J. Poul. Sci. 5:** 35-42.
12. <http://www.scielo.br/img/revistas/rbca/v7n2/a01fig05.gif>.
13. US Patent: 7007806.
14. US Patent: 6899294.
15. W. -T. Tsai, J. -M. Yang, H. -C. Hsu, C. -M. Lin, K. -Y. Lin, C. -H. Chiu. (2008). *Development and characterization of mesoporosity in eggshell ground by planetary ball milling*. **Micropor. Mesopor. Mater. 111:** 379-386.
16. A. Schaafsma, I. Pakan, G. J. H. Hofstede, F. A. J. Muskiet, E. Van Der Veer, P. J. F. De Vries. (2000). *Mineral, amino acid, and hormonal composition of chicken eggshell powder and the evaluation of its use in human nutrition*. **Poultry Sci. 79:** 1833-1838.

17. A. Schaafsma, J. J. van Doormaal, F. A. J. Muskiet, G. J. H. Hofstede, I. Pakan, E. van der Veer. (2002) *Positive effects of a chicken eggshell powder - enriched vitamin–mineral supplement on femoral neck bone mineral density in healthy late post - menopausal Dutch women*. **Br. J. Nutr.** **87**: 267-275.
18. E. M. Rivera, M. Araiza, W. Brostow, V. M. Castano, J. R. Diaz-Estrada, R. Hernandez, J. R. Rodriguez. (1999). *Synthesis of hydroxyapatite from eggshells*. **Mater. Lett.** **41**: 128-134.
19. N. S. Oh, Y. H. Na, S. W. Ji, S. W. Song, S. H. Oh, S. J. Lee, M. H. Lee. (2007). *Biocompatibility of calcium phosphate ceramics synthesized from eggshell*. **Bioceramics** **19**: 23-26.
20. T. Fujimaki. (1998). *Processability and properties of aliphatic polyesters, 'BIONOLLE', synthesized by polycondensation reaction*. **Polym. Degrad. Stab.** **59**: 209-214.
21. A. K. Mohanty, M. Misra, G. Hinrichsen. (2000). *Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview*. **Macromol. Mater. Eng.** **276/277**: 1-24.
22. M. Nishioka, T. Tuzuki, Y. Wanajyo, H. Oonami, T. Horuchi. (1994). in **Biodegradable Plastics and Polymers**. Edited by Y. Doi, K. Fukuda. 584-590. Elsevier: Amsterdam.
23. R. Ishioka, E. Kitakuni, Y. Ixhikawa. (2002). in **Biopolymers vol 4**, Edited by Y. Doi, A. Steinbüchel, 275-297, Wiley-VCH: Weinheim.
24. S. Labuzek, B. Nowak, J. Pajak. (2004). *The susceptibility of polyethylene modified with Bionolle to biodegradation by filamentous fungi*. **Pol. J. Environ. Stud.** **13**: 59-68.
25. S. Labuzek, J. Pajak; B. Nowak; E. Majdiuk; J.Karcz. (2002). *Biodegradation of polyethylene modified with Bionelle polyester*. **Int. Polym. Sci. Technol.** **29**: T71-T76.
26. T. Gcwabaza, S. S. Ray, W. W. Focke, A. Maity. (2009). *Morphology and properties of nanostructured materials based on polypropylene/poly (butylene succinate) blend and organoclay*. **Eur. Polym. J.** **45**: 353-367.
27. P. Zhao, W. Liu, Q. Wu, J. Ren. (2010). *Preparation, mechanical, and thermal properties of biodegradable polyesters/poly (lactic acid) blends*. **J. Nanomater.** **2010**: Doi: 10.1155/2010/287082.
28. S. S. Ray, K. Okamoto, P. Maiti, M. Okamoto. (2002). *New poly (butylenes succinate)/layered silicate nanocomposites: preparation and mechanical properties*. **J. Nanosci. Nanotech.** **2**: 171-176.
29. K. Okamoto, S. S. Ray, M. Okamoto. (2003). *New poly (butylene succinate)/layered silicate nanocomposites II. Effect of organically modified layered silicates on structure, properties, melt rheology, and biodegradability*. **J. Polym. Sci. Part B** **41**: 3160-3172.
30. Y. -F. Shih. (2009). *Thermal degradation and kinetic analysis of biodegradable PBS/multiwalled carbon nanotube nanocomposites*. **J. Polym. Sci. Part B** **47**: 1231-1239.

31. F. B. Ali, R. Mohan. (2010). *Thermal, mechanical, and rheological properties of biodegradable poly (butylene succinate)/carbon nanotubes nanocomposites*. **Polym. Compos. 31**: 1309-1314.
32. H. -S. Kim, H. -S. Yang, H. -J. Kim. (2005). *Biodegradability and mechanical properties of agro -flour – filled poly (butylene succinate) biocomposites*. **J. Appl. Polym. Sci. 97**: 1513-1521.



บทที่ 2

การศึกษาผลของขนาดอนุภาคต่อสมบัติทางกายภาพของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน

2.1 ระเบียบวิธีวิจัย

- เปลือกไข่ไก่ที่ใช้ในงานวิจัยได้จากฟาร์มมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
- เตรียมผงเปลือกไข่โดยการบดและตรวจสอบลักษณะจำเพาะ

2.2 วัสดุุดิบ

- เปลือกไข่ไก่จากฟาร์มมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

2.3 วิธีการทดลอง

2.3.1 การเตรียมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนและการคัดแยกขนาด

ทำความสะอาดเปลือกไข่ด้วยน้ำสะอาด ลอกเยื่อเมมเบรน (membrane) เปลือกไข่ออก แล้วตากเปลือกไข่ให้แห้ง นำมาบดให้เป็นผงละเอียดด้วยเครื่องบด ball mill โดยใช้ภาชนะกระเบื้องเคลือบทรงกระบอกขนาด 5.8 ลิตร ภายใต้ความเร็วในการหมุน 40 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ลูกบอลที่ใช้สำหรับการบดเป็นลูกบอลที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร จำนวน 30 ลูก ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร จำนวน 40 ลูก และขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร จำนวน 60 ลูก แล้วจึงนำผงเปลือกไข่บด (eggshell powder: ESP) ที่ได้ไปคัดแยกขนาดออกเป็นสามช่วงอนุภาค ตามลำดับต่อไปนี้:

- ESP1: ได้จากการใช้ตะแกรงคัดแยกที่มีขนาด mesh no 325 และ 230 (ขนาดช่องเปิด 45 และ 63 ไมโครเมตร ตามลำดับ)
- ESP2: ได้จากการใช้ตะแกรงคัดแยกที่มีขนาด mesh no 450 และ 325 (ขนาดช่องเปิด 32 และ 45 ไมโครเมตร ตามลำดับ)
- ESP3: ได้จากการใช้ตะแกรงคัดแยกที่มีขนาด mesh no 500 (ขนาดช่องเปิดน้อยกว่า 25 ไมโครเมตร)

2.3.2 การตรวจสอบและการทดสอบสมบัติทางกายภาพของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน

ตรวจสอบขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค โดยใช้เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (particle size analyzer, Malvern model Mastersizer S) ขนาดของ range lens เท่ากับ 300RF และ beam length เท่ากับ 2.40 มิลลิเมตร

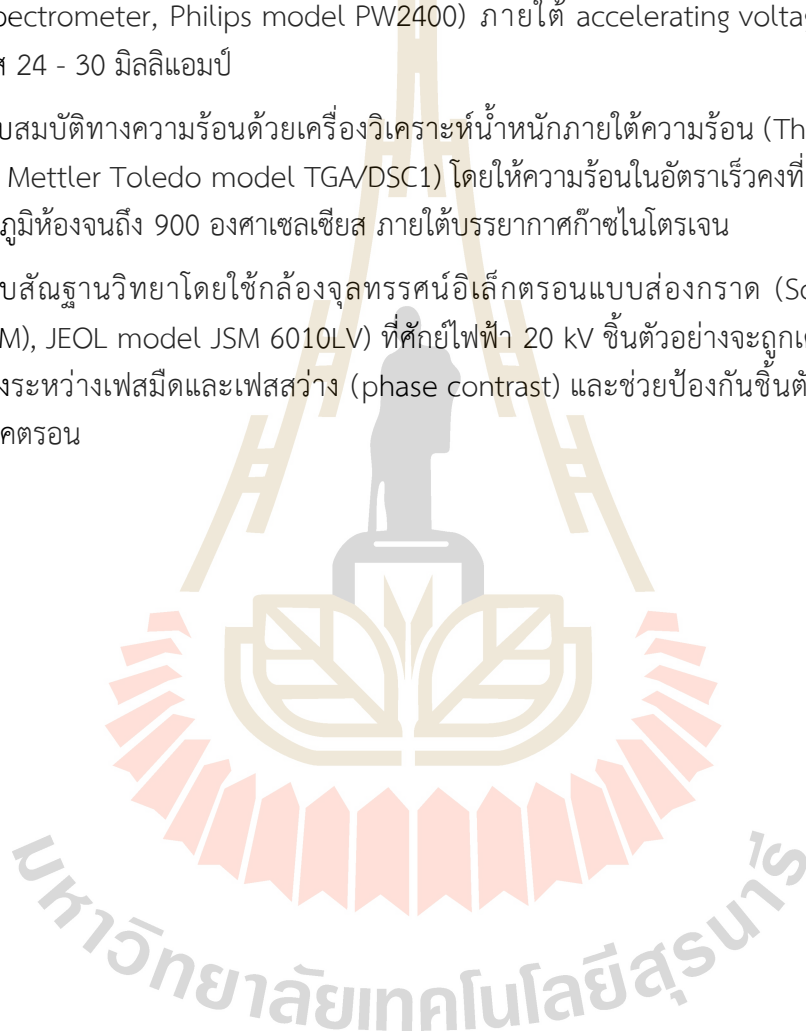
ตรวจสอบพื้นที่ผิวจำเพาะโดยใช้เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะโดยการดูดซับไนโตรเจน (BET surface analyzer, Micromeritics model ASAP 2010) โดยตัวอย่างได้รับการกำจัดความชื้นที่ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ในระบบสุญญากาศก่อนการตรวจสอบ

ตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X - ray diffractometer, Bruker model AXS, D5005) ค่าของมุม 2θ อยู่ในช่วง $5 - 70^\circ$ ภายใต้ scan step 0.02° , scan speed 0.5 s/step, accelerating voltage 40 กิโลโวลต์ และ กระแส 40 มิลลิแอมป์

ตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีโดยใช้เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (X - ray fluorescence spectrometer, Philips model PW2400) ภายใต้ accelerating voltage $80 - 100$ กิโลโวลต์ และ กระแส $24 - 30$ มิลลิแอมป์

ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน (Thermogravimetric Analyzer (TGA), Mettler Toledo model TGA/DSC1) โดยให้ความร้อนในอัตราเร็วคงที่ 20 องศาเซลเซียส ต่อนาที จากอุณหภูมิห้องจนถึง 900 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน

ตรวจสอบสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope (SEM), JEOL model JSM 6010LV) ที่ศักย์ไฟฟ้า 20 kV ขึ้นตัวอย่างจะถูกเคลือบด้วยทองเพื่อเพิ่มความแตกต่างระหว่างเฟสมืดและเฟสสว่าง (phase contrast) และช่วยป้องกันขึ้นตัวอย่างจากการถูกทำลายด้วยลำอิเล็กตรอน



2.4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

2.4.1 ขนาดอนุภาค การกระจายขนาด และพื้นที่ผิวจำเพาะของผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3

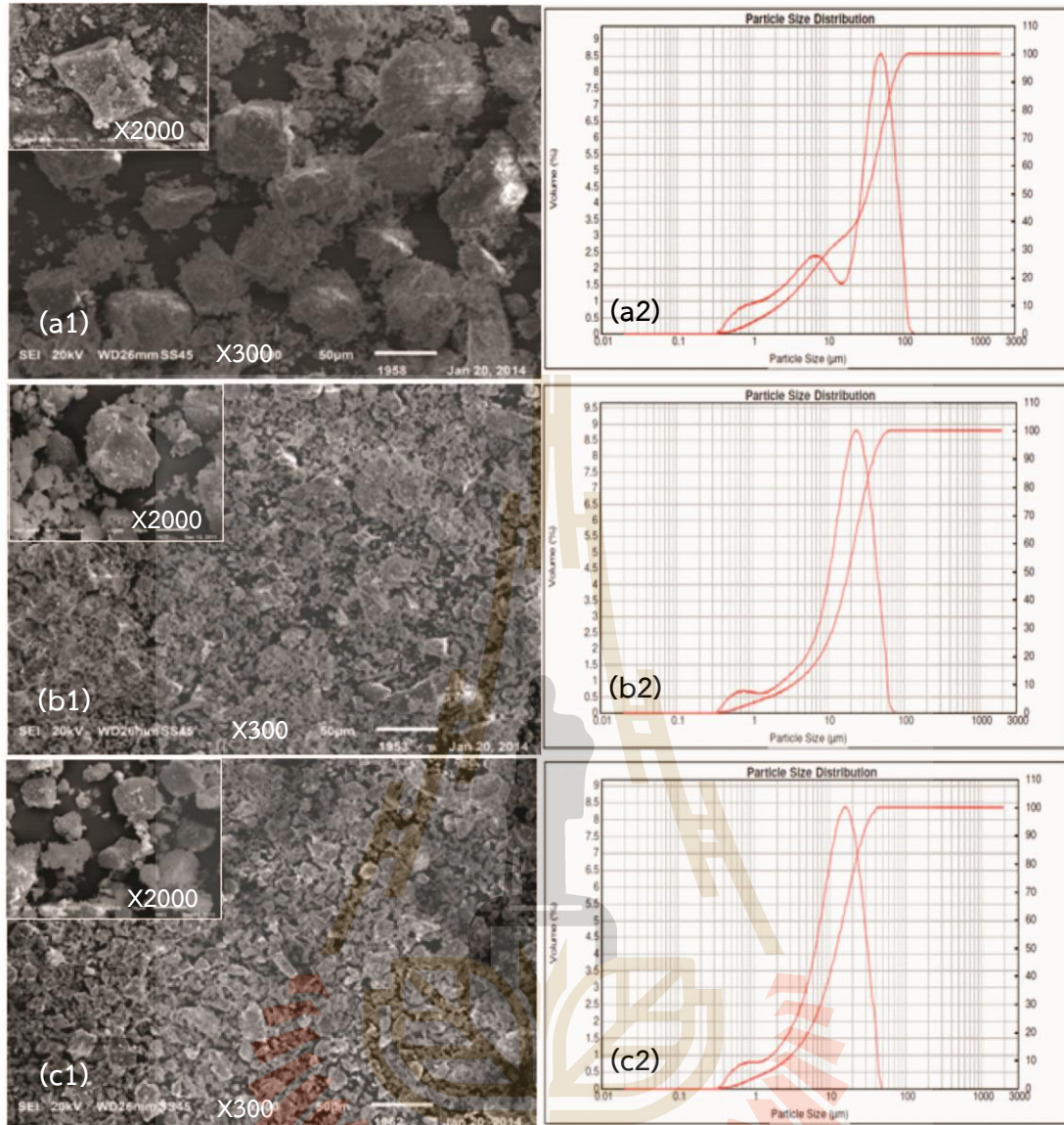
ผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 35.30, 20.35 และ 13.96 ไมโครเมตร ตามลำดับ นอกจากนี้การกระจายของขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่ ESP3 จะน้อยกว่าผงเปลือกไข่ ESP2 และ ESP1 และผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3 มีการกระจายของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.34 - 100.57 ไมโครเมตร 0.34 - 54.40 ไมโครเมตร และ 0.34 - 40.02 ตามลำดับ อนุภาคที่มีอยู่ร้อยละ 50 โดยปริมาตร ของ ESP1 คืออนุภาคที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 0.34 - 33.69 และ สำหรับ ESP2 และ ESP3 คือ อนุภาคที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 0.34 - 18.47 ไมโครเมตร และ 0.34 - 12.37 ตามลำดับ นอกจากนี้พื้นที่ผิวจำเพาะของผงเปลือกไข่บด ESP3 สูงกว่าผงเปลือกไข่ ESP2 และ ESP1 ดังแสดงในตารางที่ 2.1 และกราฟแสดงการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 แสดงในรูปที่ 2.1 (a2) (b2) และ (c2) ตามลำดับ

ตารางที่ 2.1 ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดและพื้นที่ผิวจำเพาะของผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3

| Eggshell Powder | Particle Size Distribution (μm) | | | | Particle Range (μm) | BET Specific Area (m^2/g) |
|-----------------|--|---------|---------|---------|----------------------------------|---|
| | D [4,3] | D [0,1] | D [0,5] | D [0,9] | | |
| ESP1 | 35.30 | 2.33 | 33.69 | 74.41 | 0.34-100.57 | 3.7073 |
| ESP2 | 20.35 | 3.46 | 18.47 | 39.60 | 0.34-54.40 | 3.9027 |
| ESP3 | 13.96 | 2.64 | 12.37 | 27.56 | 0.34-40.02 | 4.2308 |

2.4.2 ลักษณะพื้นฐานวิทยาของอนุภาคผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3

ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 ในรูปที่ 2.1 แสดงให้เห็นว่ารูปร่างของอนุภาคเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 เป็นแบบทรงลูกบาศก์ และมีพื้นผิวที่ขรุขระ รูปร่างทรงลูกบาศก์เป็นลักษณะของรูปผลึกแคลไซต์ของแคลเซียมคาร์บอเนต พื้นผิวของอนุภาคเปลือกไข่บดมีลักษณะที่ขรุขระอาจเนื่องมาจากเมทริกซ์โปรตีนของเปลือกไข่ที่คงเหลืออยู่ที่พื้นผิวของอนุภาคเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 นอกจากนี้อนุภาค ESP1 ESP2 และ ESP3 เกิดการรวมตัวกันตามที่แสดงในรูปที่ 2.1 (a1) (b1) และ (c1) ตามลำดับ ลักษณะการกระจายตัวของขนาดอนุภาคภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีการกระจายตัวที่กว้าง ดังแสดงเปรียบเทียบกับกราฟการกระจายขนาดอนุภาค ในรูปที่ 2.1 (a2, b2 และ c2)

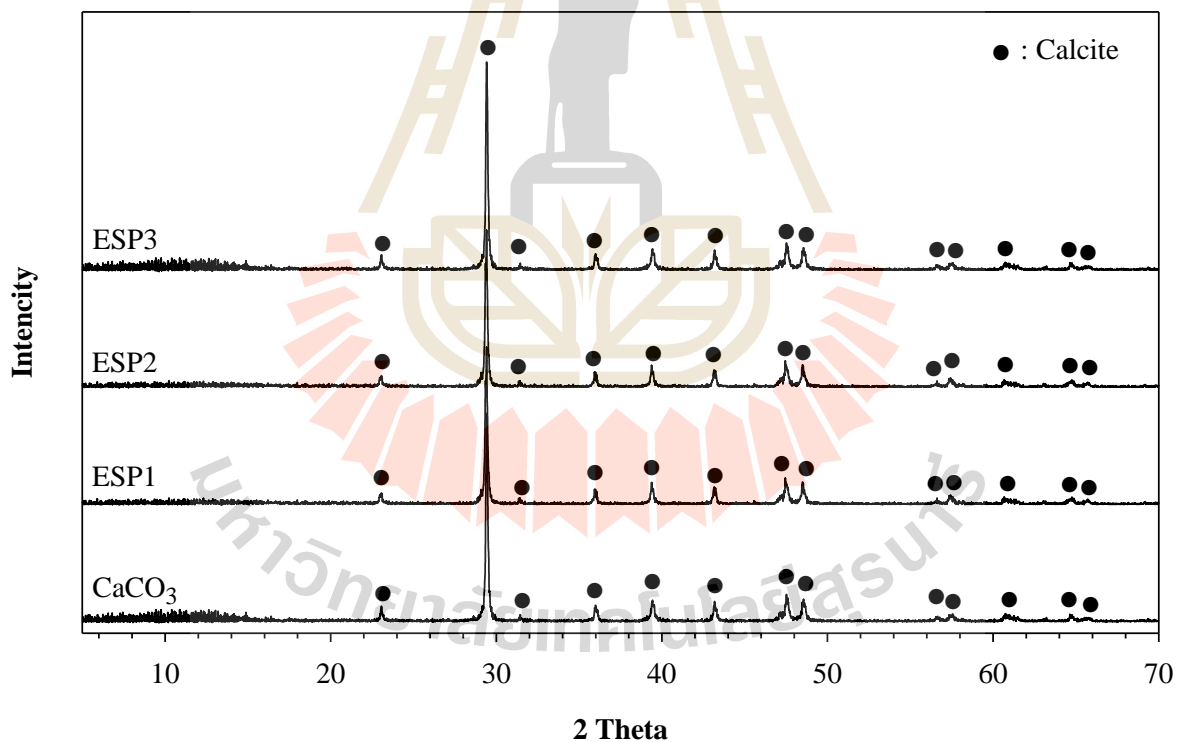


รูปที่ 2.1 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (x300 และ x2000) อนุภาคของผงเปลือกไข่ ESP1 (a1) ESP2 (b1) และ ESP3 (c1) และกราฟการกระจายขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่ ESP1 (a2) ESP2 (b2) และ ESP3 (c2)

2.4.3 รูปแบบผลึกของผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) ดังแสดงในรูปที่ 2.2 รูปแบบดังกล่าวแสดงถึงลักษณะของรูปผลึกแคลไซต์ (calcite) ที่ระบบโครงสร้างผลึกเป็นแบบรอมโบอีดรอล (rhombohedral อ้างอิงจาก JCPD หมายเลข 01-071-1663, $A = 4.98900$, $B = 4.98900$, $C = 17.06200$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 แสดงพีคที่สูงที่สุดของเปลือกไข่แคลเซียมคาร์บอเนตที่ตำแหน่ง 2θ ที่ 29.5° ซึ่งสอดคล้องตำแหน่งของพีคความเข้มสูงสุดของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของรูปผลึกแคลไซต์ นอกจากนี้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ ESP1 ESP2 และ ESP3 ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ แสดงให้เห็นว่าขั้นตอนการบดไม่ได้ทำให้รูปแบบผลึกของของ ESP1 ESP2 และ ESP3 เกิดการเปลี่ยนแปลงแต่อย่างใด ซึ่งเป็นไปในทางเดียวกับงานวิจัยของ Witoon [1] ซึ่งได้ศึกษาการใช้ผงเปลือกไข่บดเป็นสารตั้งต้นสำหรับเตรียมตัวดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์

นอกจากนี้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3 ซึ่งเป็นลักษณะจำเพาะของรูปผลึกแคลไซต์ สอดคล้องกับลักษณะจำเพาะทางสัณฐานวิทยาของรูปผลึกแคลไซต์ ที่ได้จากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM micrograph) ดังแสดงในรูป 2.1 (a1, b1, c1) ที่กล่าวในหัวข้อที่ 2.4.2



รูปที่ 2.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ ผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 และผงแคลเซียมคาร์บอเนต

2.4.4 องค์ประกอบทางเคมีของผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3

ธาตุองค์ประกอบของผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 จากการตรวจสอบโดยใช้เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์แสดงในตารางที่ 2.2 ของธาตุแคลเซียมใน ESP1 ESP2 และ ESP3 มีปริมาณร้อยละ 38.04, 38.86, 38.54 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ซึ่งมีปริมาณมากกว่าธาตุองค์ประกอบอื่นๆ ปริมาณธาตุแคลเซียมของ ESP1 ESP2 และ ESP3 ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ Beelen [2] และ Schaafsma และคณะ [3] ได้รายงานว่ามีปริมาณธาตุแคลเซียมของผงเปลือกไข่บดมีปริมาณร้อยละ 38.0-39.0 โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ Mijan และ คณะ [4] ได้รายงานว่ามีปริมาณธาตุแคลเซียมของผงเปลือกไข่บดมีปริมาณร้อยละ 38.6 โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ Freire และ Holanda [5] (2006) ได้รายงานว่ามีปริมาณธาตุแคลเซียมในรูปสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนต ร้อยละ 50.2 โดยน้ำหนัก

ธาตุองค์ประกอบอื่นๆ ของ ESP1 ESP2 และ ESP3 ได้แก่ Mg, Na, S, P, K และ Cl โดยแต่ละธาตุมีปริมาณน้อยกว่าร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และ ประกอบด้วยธาตุอื่น ๆ ในปริมาณน้อยกว่าร้อยละ 0.05 ได้แก่ Sr, Al, Fe, Ba, Zn ซึ่งสอดคล้องกับรายงานของธาตุองค์ประกอบของเปลือกไข่ก่อนหน้านี้โดย Jai และ คณะ [6]

ตารางที่ 2.2 ธาตุองค์ประกอบของผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3

| Elements | Content (wt.%) | | |
|----------------|----------------|-------|-------|
| | ESP1 | ESP2 | ESP3 |
| Ca | 38.04 | 38.86 | 38.54 |
| Mg | 0.11 | 0.51 | 0.33 |
| Na | 0.87 | 0.35 | 0.50 |
| S | 0.37 | 0.11 | 0.12 |
| P | 0.40 | 0.22 | 0.14 |
| K | 0.11 | 0.08 | 0.12 |
| Cl | 0.22 | <0.01 | 0.11 |
| Si | 0.06 | 0.06 | 0.04 |
| Sr | <0.01 | <0.01 | <0.01 |
| Al, Fe, Ba, Zn | <0.01 | <0.01 | <0.01 |

2.4.5 การเสื่อมสลายเนื่องจากความร้อนของผงเปลือกไข่ ESP1 ESP2 และ ESP3

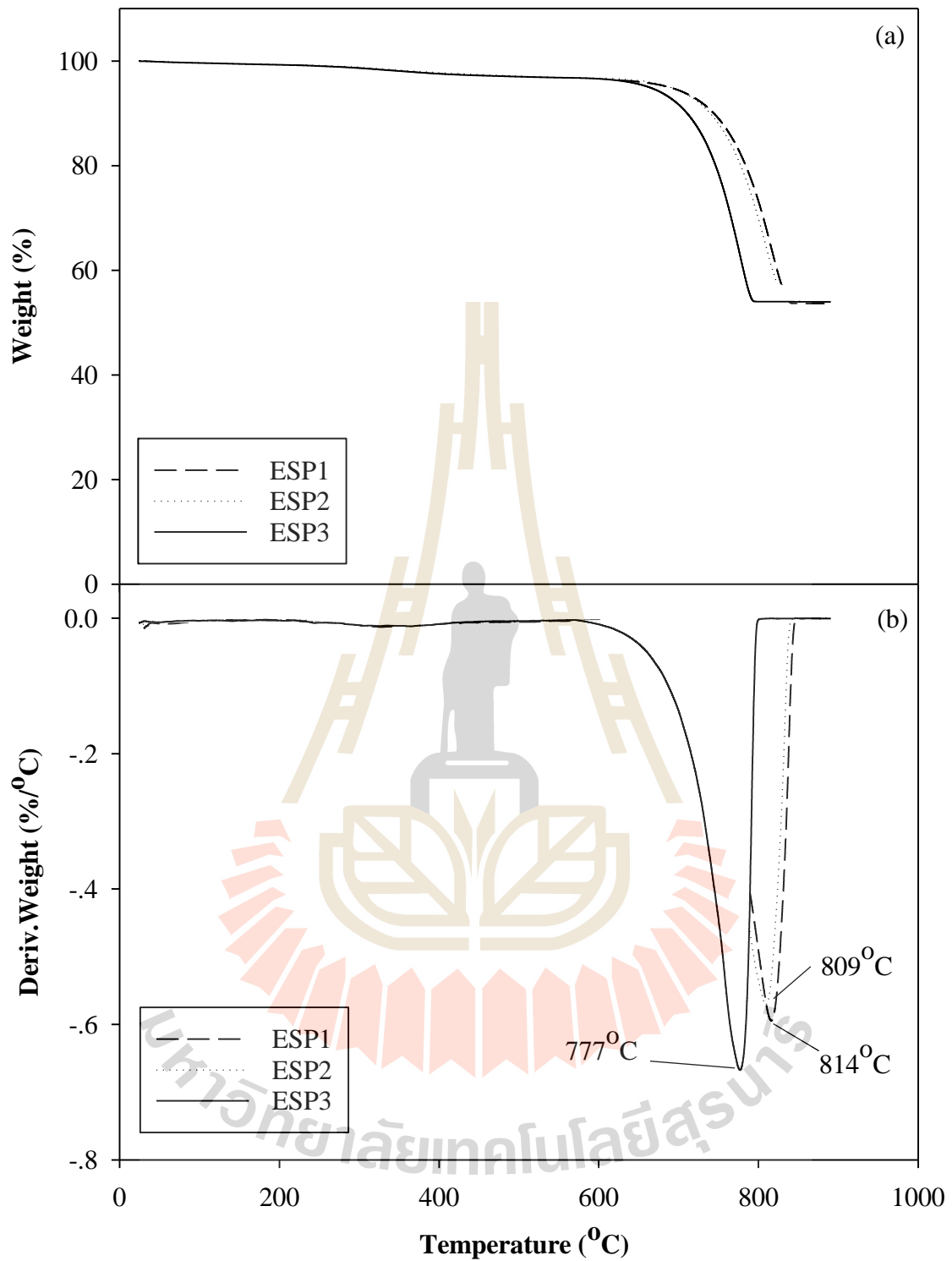
กราฟ TGA และ DTGA ของผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 ในรูปที่ 2.3 (a) และ (b) ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าผงเปลือกไข่บดมีทรานซิชั่นทางความร้อน 2 ชั้น ทรานซิชั่นชั้นแรกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 324 - 327 องศาเซลเซียส เกิดจากการเสื่อมสลายด้วยความร้อนของสารประกอบอินทรีย์ที่เป็นองค์ประกอบของเมทริกซ์ของเปลือกไข่ [7] ซึ่งน้ำหนักที่สูญเสีย (weight loss) เนื่องจากการเสื่อมสลายทางความร้อนในขั้นแรกของผงเปลือกไข่ใกล้เคียงกับปริมาณสารอินทรีย์ที่เป็นองค์ประกอบของเปลือกไข่ไก่ ซึ่งมีอยู่ประมาณร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก [8] ทรานซิชั่นทางความร้อนชั้นที่สองเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 814 809 และ 777 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการเสื่อมสลายทางความร้อนของแคลเซียมคาร์บอเนตของผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 ตามลำดับ

Freire และ Holanda [5] ได้รายงานอุณหภูมิการเสื่อมสลายของสารประกอบอินทรีย์เปลือกไข่และแคลเซียมคาร์บอเนตของเปลือกไข่ประมาณ 324 องศาเซลเซียส และ 765 องศาเซลเซียส ตามลำดับ นอกจากนี้ Hassan และ คณะ [9] ได้รายงานว่าอุณหภูมิการเสื่อมสลายของเปลือกไข่ปรากฏที่ประมาณ 310 องศาเซลเซียส และ 700 - 800 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากการสลายตัวของสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในเมทริกซ์เปลือกไข่และแคลเซียมคาร์บอเนตของเปลือกไข่ ตามลำดับ Mohamed และ คณะ [10] พบว่าอนุภาคขนาดเล็กซึ่งมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงมีผลทำให้ประสิทธิภาพของการถ่ายเทความร้อนสูงจึงเสื่อมสลายด้วยความร้อนที่อุณหภูมิต่ำกว่าอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ ดังนั้น ESP3 ซึ่งมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงกว่า ESP2 และ ESP1 จึงเสื่อมสลายด้วยความร้อนที่อุณหภูมิต่ำกว่า ESP2 และ ESP1

อุณหภูมิการเสื่อมสลายทางความร้อนและน้ำหนักที่สูญเสียของผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3 ได้สรุปไว้ในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 อุณหภูมิการเสื่อมสลายทางความร้อนและน้ำหนักที่สูญเสียของผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3

| Eggshell Powder | Organic Decomposition | | Calcium Carbonate Decomposition | |
|-----------------|-----------------------|--------------------|---------------------------------|--------------------|
| | Temp (°C) | Weight Loss (wt.%) | Temp (°C) | Weight Loss (wt.%) |
| ESP1 | 324 - 327 | 3-3.5 | 814 | 51 |
| ESP2 | 324 - 327 | 3-3.5 | 809 | 51 |
| ESP3 | 324 - 327 | 3-3.5 | 777 | 51 |



รูปที่ 2.3 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของผงเปลือกไข่บด ESP1 ESP2 และ ESP3

2.5 สรุปผลการศึกษา

1. ผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนประกอบด้วยแคลเซียมคาร์บอเนตในรูปผลึกแคลไซต์ในปริมาณไม่ต่ำกว่าร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก และมีปริมาณสารอินทรีย์ร้อยละ 3 – 4 โดยน้ำหนัก และกระบวนการบดไม่มีผลต่อรูปผลึกของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน
2. ขนาดผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนมีผลต่อพื้นที่ผิวจำเพาะ ผงเปลือกไข่บดที่มีขนาดเล็กจะมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงกว่าผงเปลือกไข่บดที่มีขนาดใหญ่กว่า
3. ผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนที่มีขนาดอนุภาคเล็กจะเสื่อมสลายด้วยความร้อนที่อุณหภูมิที่ต่ำกว่าผงเปลือกไข่บดที่มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่า



เอกสารอ้างอิง

1. T. Witoon. (2011). *Characterization of calcium oxide derived from waste eggshell and its application as CO₂ sorbent*. **Ceram. Int.** **37**: 3291-3298.
2. A. Schaafsma, G. M. Beelen. (1999). *Eggshell powder, a comparable or better source of calcium than purified calcium carbonate: piglet studies*. **J. Sci. Food Agr.** **79**: 1596-1600.
3. A. Schaafsma, G. J. H. Hofstede, F. A. J. Muskiet, E. Van Der Veer, P. J. F. De Vries. (2000). *Mineral, amino acid, and hormonal composition of chicken eggshell powder and the evaluation of its use in human nutrition*. **Poultry Sci.** **79**: 1833–1838.
4. M. Al Mijan, D. -H. Kim, H. -S. Kwak. (2014). *Physicochemical properties of nanopowdered eggshell*. **Int. J. Food Sci. Technol.** **49**: 1751-1757.
5. M. N. Freire, J. N. F. Holanda. (2006). *Characterization of avian eggshell waste aiming its use in a ceramic wall tile paste*. **Cerâmica** **52**: 240-244.
6. P. H. Jai, S. W. Jeong, J. K. Yang, B. G. Kim, S. M. Lee. (2007). *Removal of heavy metals using waste eggshell*. **J. Environ. Sci.** **19**: 1436-1441.
7. W. Sutapun, P. Pakdeechot, N. Suppakarna, Y. Ruksakulpiwata. (2013). *Application of calcined eggshell powder as functional filler for high density polyethylene*. **Polym. Plast. Technol. Eng.** **52**: 1025-1033.
8. S. E. Solomon. (1997). **Egg and Eggshell Quality**. Manson Publishing: London.
9. S. B. Hassan, V. S. Aigbodon, S. N. Patrick. (2012). *Development of polyester/eggshell particulate composites*. **Trib. Ind.** **34**: 217-225.
10. M. Mohamed, S. Yusup, S. Mattra. (2012). *Decomposition study of calcium carbonate in cockle shell*. **J. Eng. Sci. technol.** **7**: 1-10.

บทที่ 3

การศึกษาผลของปริมาณและขนาดอนุภาคต่อ สมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ลอกเมมเบรน

3.1 ระเบียบวิธีวิจัย

- เตรียมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ (ที่ลอกเมมเบรน) ร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก
- ตรวจสอบคุณลักษณะจำเพาะเชิงเปรียบเทียบระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่ไม่เติมและเติมผงเปลือกไข่
- เตรียมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ที่มีขนาดอนุภาคแตกต่างกัน
- ตรวจสอบคุณลักษณะจำเพาะเชิงเปรียบเทียบระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ที่มีขนาดอนุภาคแตกต่างกัน

3.2 วัสดุดิบ

- พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (High density polyethylene (HDPE), EL - Lene™ H5814J)
- เปลือกไข่ไก่จากฟาร์มมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมผงเปลือกไข่บด

ทำความสะอาดเปลือกไข่ด้วยน้ำสะอาด ลอกเมมเบรนเปลือกไข่ออก แล้วตากเปลือกไข่ให้แห้ง นำมาบดให้เป็นผงละเอียดด้วยเครื่องบด ball mill โดยใช้ภาชนะกระเบื้องเคลือบทรงกระบอกขนาด 5.8 ลิตร ภายใต้ความเร็วในการหมุน 40 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ลูกบอลที่ใช้สำหรับการบดเป็นลูกบอลที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร จำนวน 30 ลูก ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร จำนวน 40 ลูก และขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร จำนวน 60 ลูก แล้วจึงนำผงเปลือกไข่บด (eggshell powder: ESP) ที่ได้ไปคัดแยกออกเป็นสามช่วงขนาดอนุภาค คือ ESP1 คัดแยกด้วยตะแกรงที่มีขนาด mesh no 325 และ 230 ESP2 คัดแยกด้วยตะแกรงที่มีขนาด mesh no 450 และ 325 และ ESP3 คัดแยกด้วยตะแกรงที่มีขนาด mesh no 500 ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาด และพื้นที่ผิวจำเพาะอนุภาคของเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดและพื้นที่ผิวจำเพาะของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน ESP1, ESP2, และ ESP3

| Eggshell Powder | Particle Size Distribution (μm) | | | | Particle Range (μm) | BET Specific Area (m^2/g) |
|-----------------|--|---------|---------|---------|----------------------------------|---|
| | D [4,3] | D [0,1] | D [0,5] | D [0,9] | | |
| ESP1 | 35.30 | 2.33 | 33.69 | 74.41 | 0.34-100.57 | 3.7073 |
| ESP2 | 20.35 | 3.46 | 18.47 | 39.60 | 0.34-54.40 | 3.9027 |
| ESP3 | 13.96 | 2.64 | 12.37 | 27.56 | 0.34-40.02 | 4.2308 |

3.3.2 การเตรียมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บด

ผสมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงกับผงเปลือกไข่บด ESP3 ในอัตราส่วนผงเปลือกไข่บด ร้อยละ 10 20 30 และ 40 โดยน้ำหนัก โดยใช้เครื่องผสมภายใน (internal mixer, HAAKE model Rheomix 3000p) ที่อุณหภูมิการผสม 190 องศาเซลเซียส ภายใต้ความเร็วโรเตอร์ 70 รอบต่อนาที ระยะเวลาผสม 15 นาที ขั้นแรกทำการหลอมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (high density polyethylene, HDPE) เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเติมผงเปลือกไข่บดลงไป เมื่อได้พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงคอมพอสิตแล้วจึงนำไปบดโดยใช้เครื่องบดเพื่อย่อยขนาด ก่อนที่จะนำไปขึ้นรูปเป็นชิ้นทดสอบโดยใช้เครื่องฉีดเข้าแบบ (injection molding machine, Chuan Lih Fa model CLF80T) โดยอุณหภูมิขึ้นรูปเท่ากับ 200 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบของสกรู 130 รอบต่อนาที ความเร็วของการฉีดเข้าแบบ 19.5 มิลลิเมตรต่อวินาที ความดันคงค้าง 840 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร และอุณหภูมิแม่พิมพ์เท่ากับ 30 องศาเซลเซียส

เตรียมชิ้นทดสอบพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บด ESP1 ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก และ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บด ESP2 ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ด้วยวิธีการเดียวกับการเตรียมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บด ESP3 ดังที่กล่าวมาข้างต้น

3.3.3 การตรวจสอบและการทดสอบสมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บด

ตรวจสอบดัชนีการไหล (Melt Flow Index, MFI) ตามมาตรฐาน ASTM D1238 โดยใช้เครื่องวัดดัชนีการไหล (melt flow indexer, Kayeness model D4004HV) ที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส และน้ำหนักกด 2.16 กิโลกรัม

ตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยา โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope (SEM), JEOL model JSM 6010LV) ที่ศักย์ไฟฟ้า 20 กิโลโวลต์ ขึ้นตัวอย่างจะเคลือบด้วยทองเพื่อเพิ่มความแตกต่างระหว่างเฟสมืดและเฟสสว่าง (phase contrast)

ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน (Thermogravimetric Analyzer (TGA), Mettler Toledo model TGA/DSC1) โดยให้ความร้อนในอัตราเร็วคงที่ 20 องศาเซลเซียส ต่อนาที ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน จากอุณหภูมิห้องจนถึง 900 องศาเซลเซียส

ตรวจสอบอุณหภูมิการหลอมเหลว อุณหภูมิการเกิดผลึก และปริมาณผลึก ตามมาตรฐาน ASTM D3417 ด้วยเครื่องวิเคราะห์พลังงานภายใต้ความร้อน (Differential Scanning Calorimeter (DSC), Perkin Elmer model UNIX DSC-7) ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน ในกระบวนการให้ความร้อนครั้งแรก (first heating scan) อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จากอุณหภูมิห้องจนถึง 180 องศาเซลเซียส และคงอุณหภูมิไว้ที่ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที แล้วจึงลดอุณหภูมิ (first cooling scan) ลงมาที่ 30 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราเร็วคงที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วจึงให้ความร้อนครั้งที่สอง (second heating scan) ด้วยอัตราเร็ว 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จากอุณหภูมิห้องจนถึง 180 องศาเซลเซียส

ปริมาณผลึก (X_c) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงคอมพอสิตคำนวณได้จาก สมการ (3.1):

$$X_c(\%) = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^*} w_f \times 100 \quad (3.1)$$

ΔH_f = เอนทาลปีของการหลอมเหลว (enthalpy of fusion) ของตัวอย่าง

ΔH_f^* = เอนทาลปีของการหลอมเหลวของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่มีปริมาณผลึกร้อยละ 100 (292.6 จูลต่อกรัม) [1]

w_f = สัดส่วนน้ำหนัก (weight fraction) ของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง

ทดสอบความทนต่อแรงดึง (tensile test) ตามมาตรฐาน ASTM D638 โดยใช้เครื่อง Universal Testing Machine (UTM, Instron model 5565) เซลล์วัดแรง (load cell) 5 กิโลนิวตัน, และ อัตราเร็วของการดึง (cross head speed) 10 มิลลิเมตรต่อนาที

ทดสอบความทนต่อแรงตัดโดยใช้เครื่อง Universal testing machine (Instron model 5565) ตามมาตรฐาน ASTM D790 อัตราเร็วของการทดสอบ 14 มิลลิเมตรต่อนาที ภายใต้เซลล์วัดแรงขนาด 5 กิโลนิวตัน และ ระยะระหว่างจุดค้ำยัน (span length) เท่ากับ 53 มิลลิเมตร

ทดสอบความทนต่อแรงกระแทกของชิ้นทดสอบที่ไม่มีรอยบากแบบ Izod (unnotched Izod specimen) ตามมาตรฐาน ASTM D256 โดยใช้เครื่องทดสอบความทนต่อแรงกระแทก (impact tester, Atlas model BPI) และใช้ค้อนตีขนาด 5.4 จูล

3.4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

3.4.1 ผลของปริมาณผงเปลือกไขบดต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไขบด

3.4.1.1 สมบัติการไหล (Flow Properties)

ดัชนีการไหล (melt flow index) ณ อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไขบด ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 – 40 โดยน้ำหนัก แสดงในตารางที่ 3.2 จะเห็นได้ว่า ดัชนีการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไขบด ESP3 น้อยกว่าดัชนีการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง เนื่องจากอนุภาคแข็งของ ESP3 เข้าไปจำกัดการเคลื่อนไหวและการไหลของสายโซ่โมเลกุลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง [2] นอกจากนี้ดัชนีการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไขบด ESP3 ลดลงเมื่อร้อยละผงเปลือกไขบด ESP3 เพิ่มขึ้น

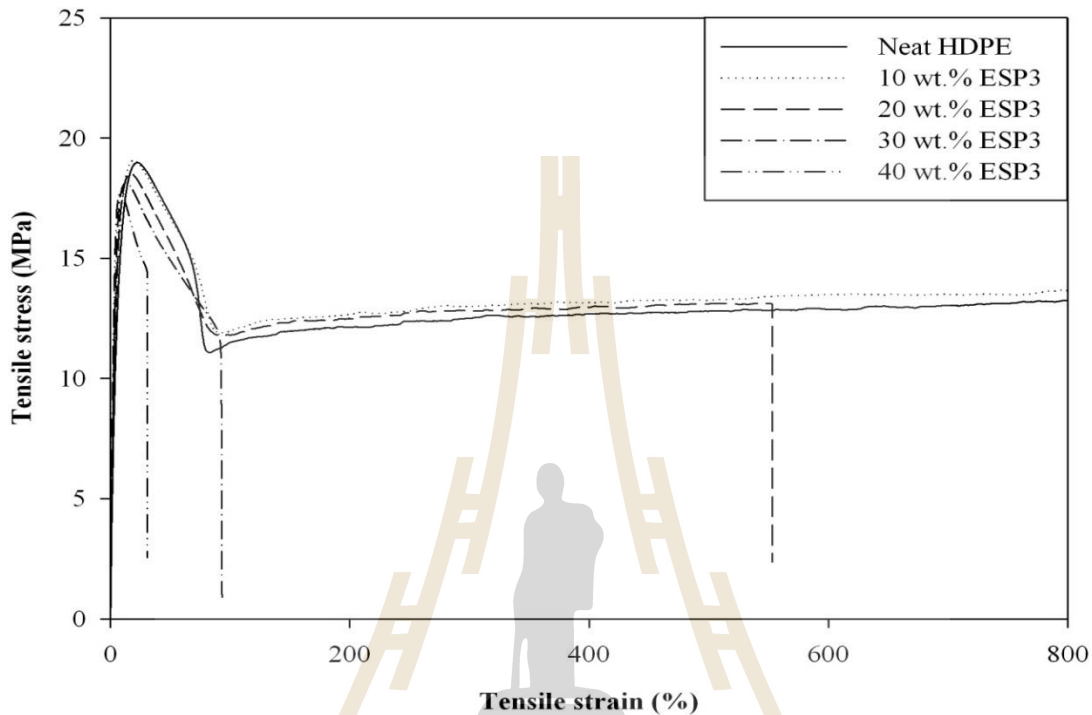
ตารางที่ 3.2 ดัชนีการไหล (melt flow index) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไขบด ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก

| ESP3 Content (wt.%) | Melt Flow Index (g/10 min @190°C) |
|------------------------|--------------------------------------|
| 0 | 11.47 |
| 10 | 7.05 |
| 20 | 6.08 |
| 30 | 6.04 |
| 40 | 5.10 |

3.4.1.2 พฤติกรรมความเค้น - ความเครียด (Stress - Strain Behavior)

พฤติกรรมความเค้น - ความเครียดภายใต้แรงดึงของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไขบด ESP3 แสดงในรูปที่ 3.1 ขึ้นทดสอบพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงคอมพอสิตที่มีผงเปลือกไขบด ESP3 ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ไม่ขาดเนื่องจากขีดจำกัดของเครื่องมือทดสอบที่ไม่เกิน 800 เฟอร์เซ็นต์การยืดตัว ที่อัตราการดึงที่ 10 มิลลิเมตรต่อนาที และพฤติกรรมความเค้น - ความเครียดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่มีผงเปลือกไขบด ESP3 ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แสดงให้เห็นการเกิด cold drawing หรือเกิดการเสียรูปแบบพลาสติก (plastic deformation) แต่ไม่แสดงพฤติกรรม strain hardening ในช่วงสุดท้ายก่อนที่ขึ้นทดสอบจะขาด และร้อยละการยืดออก ณ จุดขาด (ultimate elongation) ลดลงเหลือ 566 ซึ่งน้อยกว่าพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงคอมพอสิตที่เติมผงเปลือกไขบดร้อยละ 10 ทั้งนี้เพราะสารตัวเติม ESP เข้าไปขัดขวางการเคลื่อนไหวของสายโซ่โมเลกุลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ในขณะที่เกิดการเสียรูปแบบพลาสติก [2] ดังที่กล่าวไว้ในหัวข้อ 3.4.1.1 นอกจากนี้พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่มีผงเปลือกไขบด ESP3 ร้อยละ 30 และ 40 โดยน้ำหนัก แสดง necking zone โดยปราศจาก cold drawing ก่อนที่ขึ้นทดสอบจะขาด แสดงให้เห็นว่าเมื่อ ESP3 เพิ่มขึ้นจะเกิด debonding ระหว่างเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพื้นผิวอนุภาคผงเปลือกไขบด ESP3

[3] ซึ่งสอดคล้องกับลักษณะพื้นผิวแตกหักดังจะกล่าวต่อไปในหัวข้อ 3.4.1.6 พฤติกรรมการแตกหักพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่มีผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 และ 20 โดยน้ำหนัก เป็นการแตกหักแบบเหนียว (ductile rupture) และ พฤติกรรมการแตกหักพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่มีปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 ร้อยละ 30 และ 40 โดยน้ำหนัก เป็นการแตกหักแบบเปราะ (brittle fracture)

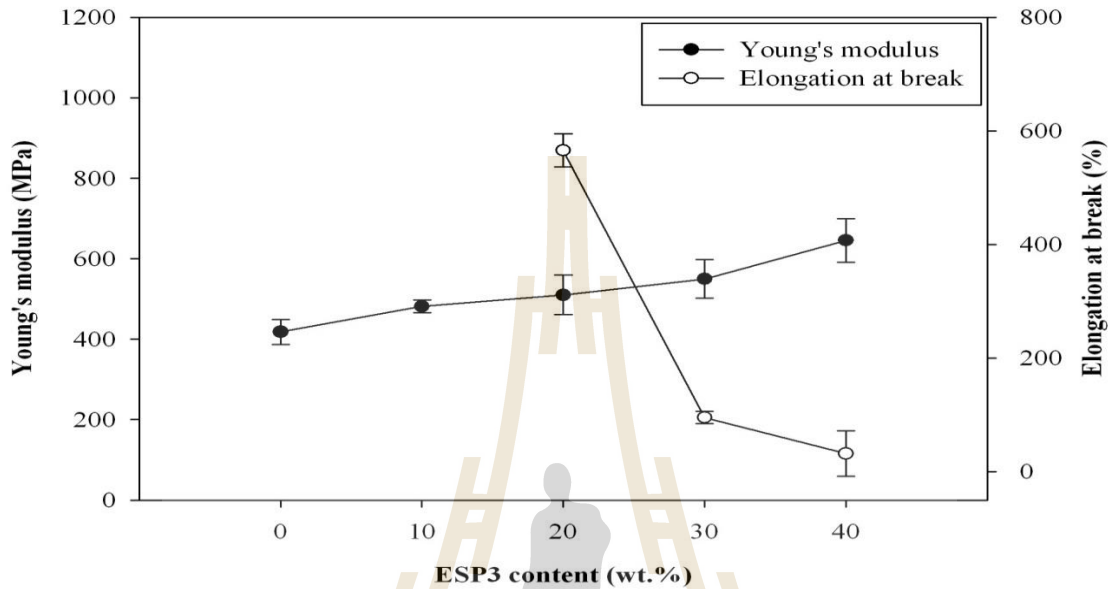


รูปที่ 3.1 กราฟระหว่างความเค้นดึง (tensile stress) และร้อยละการยืดออก (elongation) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก

3.4.1.3 สมบัติความทนต่อแรงดึง (Tensile Properties)

มอดูลัสของยังก์ (Young's modulus) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 เพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อปริมาณผงเปลือกไข่เพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 3.2 ซึ่งเป็นผลมาจากอนุภาคแข็งของผงเปลือกไข่ ESP3 ซึ่งมีความแข็งเกร็งสูงกว่าพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง เมื่อปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 เพิ่มขึ้น ร้อยละการยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ลดลงและมีค่าน้อยกว่าการยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่ไม่เติมผงเปลือกไข่

การเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 ทำให้ความสามารถในการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของเมทริกซ์ลดลง และเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงจะสูญเสียความสามารถในการดูดซับพลังงานก่อนที่ชิ้นทดสอบจะแตกหัก ผลที่ได้นี้สอดคล้องกับผลที่ได้รับจากการทดสอบความทนทานต่อแรงกระแทกของพอลิเอทิลีนที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ตามที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.4

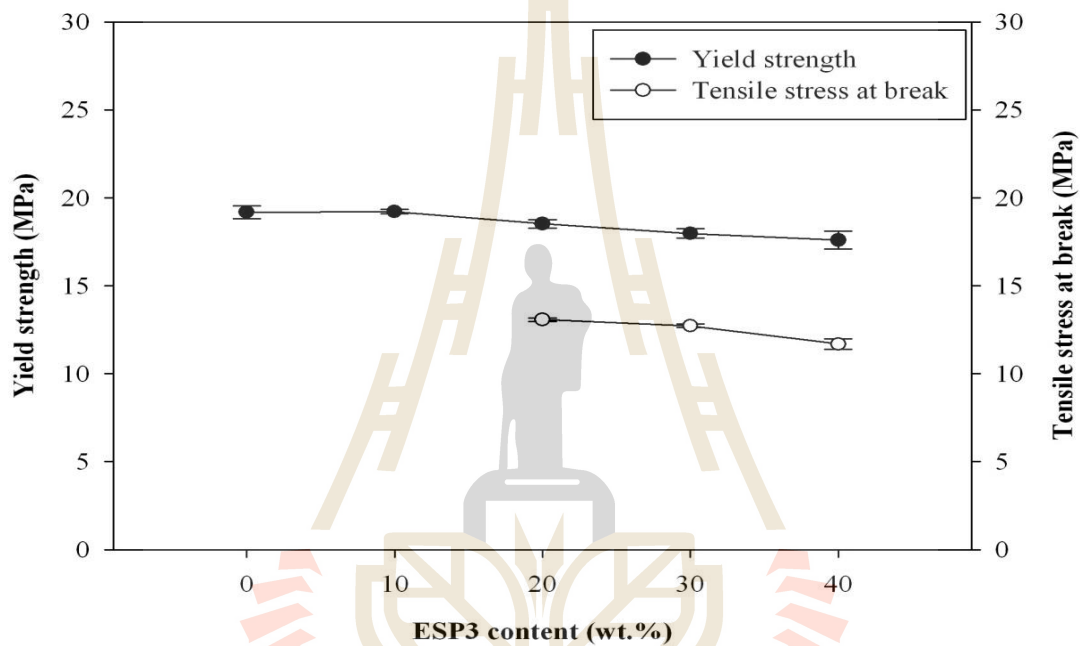


รูปที่ 3.2 กราฟระหว่างมอดุลัสของยังก์ (Young's modulus) และ การยืดตัว ณ จุดขาด และปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3

ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก (yield strength) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 น้อยกว่าของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และลดลงเมื่อปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 เพิ่มขึ้น สำหรับความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด (tensile stress at break) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ไม่ปรากฏในกราฟระหว่างความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดและปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 เนื่องจากชิ้นสอบไม่ขาดภายใต้ข้อจำกัดของเครื่องมือวัด อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 จากร้อยละ 20 เป็น 30 และ 40 โดยน้ำหนัก ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ลดลงเล็กน้อย ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 3.3

เมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 ทำให้เกิดช่องว่างระหว่างพื้นผิวของผงเปลือกไข่ ESP3 และ เมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเพิ่มมากขึ้น ช่องว่างนี้มีขนาดในระดับจุลภาค เป็นตัวส่งเสริมให้ความเค้นในบริเวณรอบ ๆ ช่องว่างจุลภาคนี้มีค่าสูงกว่าความเค้นที่กระทำต่อชิ้นทดสอบ เป็นผลทำให้เมื่อปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 เพิ่มขึ้นพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ล้มเหลว ณ จุดครากด้วยความเค้นที่ลดลง [3 - 5] และ เมื่อปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 เพิ่มมากขึ้นจะเกิดการรวมตัวกัน (agglomeration) ของอนุภาคผงเปลือกไข่ ให้ความความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ลดลง

สมบัติความทนต่อแรงดึงของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก ได้สรุปไว้ในตารางที่ 3.3

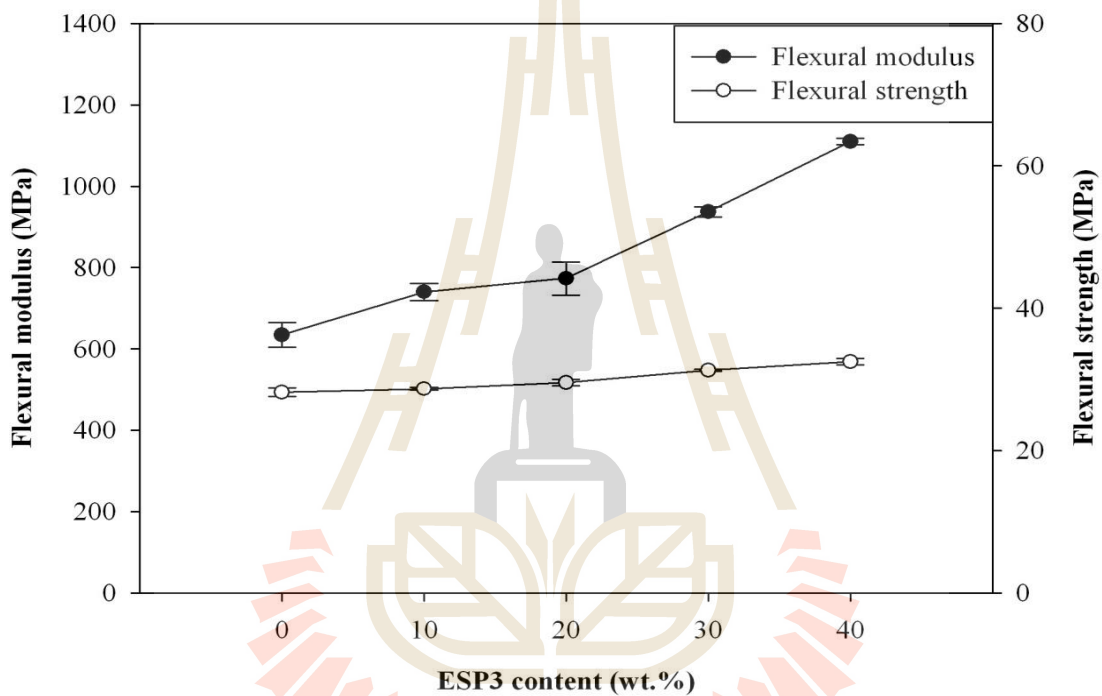


รูปที่ 3.3 กราฟระหว่างความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก (yield strength) และความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด (tensile stress at break) และปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3

3.4.1.4 สมบัติความทนต่อแรงดัด (Flexural Properties)

มอดุลัสแรงดัด (flexural modulus) และความทนทานต่อแรงดัด (flexural strength) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 แสดงในรูปที่ 3.4 มอดุลัสแรงดัดเพิ่มขึ้นด้วยการเติมผงเปลือกไข่ และมอดุลัสของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงคอมพอสิตเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญเมื่อปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามความทนทานต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงคอมพอสิตที่ปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 ต่างๆ ไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

สมบัติความทนต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก ได้สรุปไว้ในตารางที่ 3.3



รูปที่ 3.4 กราฟระหว่างมอดุลัสแรงดัด (flexural modulus) และความทนทานต่อแรงดัด (flexural strength) และปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3

ตารางที่ 3.3 มอดุลัสของยังก์ ร้อยละการยืดออก ณ จุดขาด ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด มอดุลัสแรงดัด และความทนทานต่อแรงดัด ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก

| ESP3 Content (wt.%) | Young's Modulus (MPa) | Elongation at Break (%) | Yield Strength (MPa) | Tensile Stress at Break (MPa) | Flexural Modulus (MPa) | Flexural Strength (MPa) |
|---------------------|-----------------------|-------------------------|----------------------|-------------------------------|------------------------|-------------------------|
| 0 | 418.1±31.7 | > 800 | 19.1±0.3 | Not break | 634.5±30.5 | 28.2±0.6 |
| 10 | 481.5±16.6 | > 800 | 19.2±0.1 | Not break | 739.7±21.1 | 28.6±0.1 |
| 20 | 510.0±49.8 | 565.7±29.3 | 18.5±0.2 | 13.0±0.1 | 773.3±40.9 | 29.5±0.4 |
| 30 | 549.9±48.7 | 95.4±11.6 | 17.9±0.2 | 12.7±0.1 | 936.9±12.0 | 31.2±0.1 |
| 40 | 645.6±54.8 | 31.6±40.4 | 17.6±0.5 | 11.6±0.3 | 1109.6±8.3 | 32.4±0.4 |



3.4.1.5 ความทนต่อแรงกระแทก (Impact Resistance)

ความทนทานต่อแรงกระแทก (impact strength) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 แสดงในตารางที่ 3.4 ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการเติมผงเปลือกไข่ ESP3 ทำให้ความทนทานต่อแรงกระแทกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงคอมพอสิตลดลง อย่างไรก็ตามความทนทานต่อแรงกระแทกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ไม่แตกต่างกันเนื่องจากข้อจำกัดของเครื่องมือวัด ความทนทานต่อแรงกระแทกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ยังคงสูงกว่า 130 กิโลจูลต่อตารางเมตร ปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 ที่เพิ่มขึ้น จะลดความสามารถในการดูดซับพลังงานตกระแทกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลดลง

ตารางที่ 3.4 ความทนทานต่อแรงกระแทก (impact strength) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก

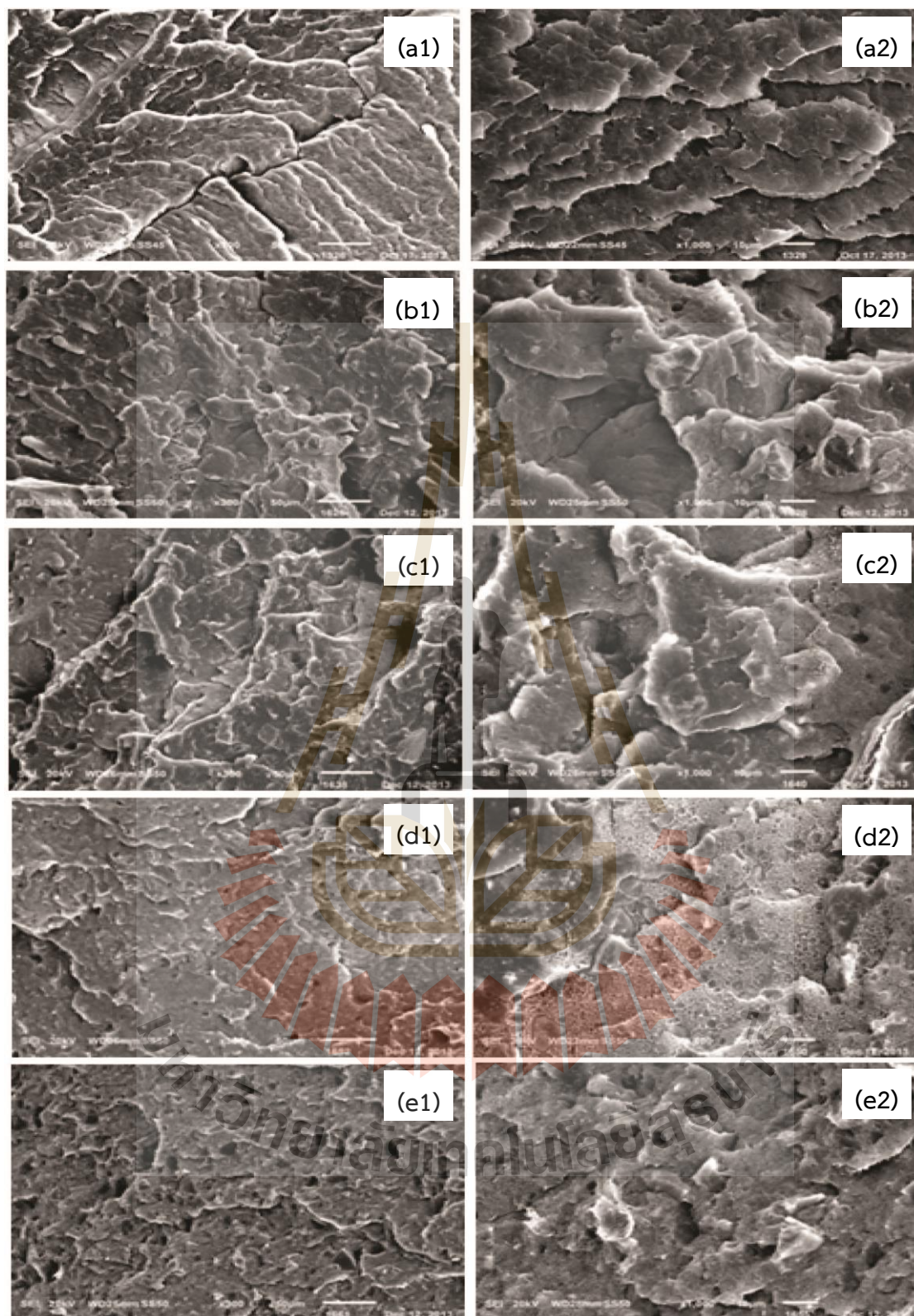
| ESP3 Content (wt.%) | Impact Strength (kJ/m ²) |
|---------------------|--------------------------------------|
| 0 | > 130.0 |
| 10 | > 130.0 |
| 20 | 58.9±6.0 |
| 30 | 27.0±0.6 |
| 40 | 16.5±0.3 |

3.4.1.6 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวแตกหัก (Morphology of Fracture Surface)

ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดในรูปที่ 3.5 แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวแตกหักของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 – 40 โดยน้ำหนัก พื้นผิวแตกหักของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงแสดงลักษณะการแตกหักแบบเหนียว (ductile rupture) ซึ่งสอดคล้องกับพฤติกรรมการแตกหักของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ดังที่กล่าวในหัวข้อ 3.4.1.2

เมื่อปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 เพิ่มขึ้น ช่องว่าง (holes) ที่พื้นผิวแตกหักของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเพิ่มขึ้น โดยเฉพาะในกรณีของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ในปริมาณร้อยละ 30 และ 40 โดยน้ำหนัก ซึ่งพื้นผิวแตกหักมีช่องว่างกระจายตัวอย่างเห็นได้ชัด ช่องว่างเหล่านี้เกิดจากการไม่สัมผัสกัน (debonding) ระหว่างเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพื้นผิวอนุภาคผงเปลือกไข่บด ซึ่งนำไปสู่การแตกหักแบบเปราะ (brittle fracture) ของชั้นทดสอบ การ debonding แสดงให้เห็นถึงการยึดติดที่ไม่ดีระหว่างพื้นผิวของอนุภาคผงเปลือกไข่ ESP3 และเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ลักษณะพื้นผิวแตกหักนี้สอดคล้องกับการลดลงของความทนทาน ณ จุดคราก ความทนทาน ณ จุดขาดและความทนทานต่อแรงกระแทก ดังที่กล่าวในหัวข้อ 3.4.1.2 3.4.1.3 และ 3.4.1.5



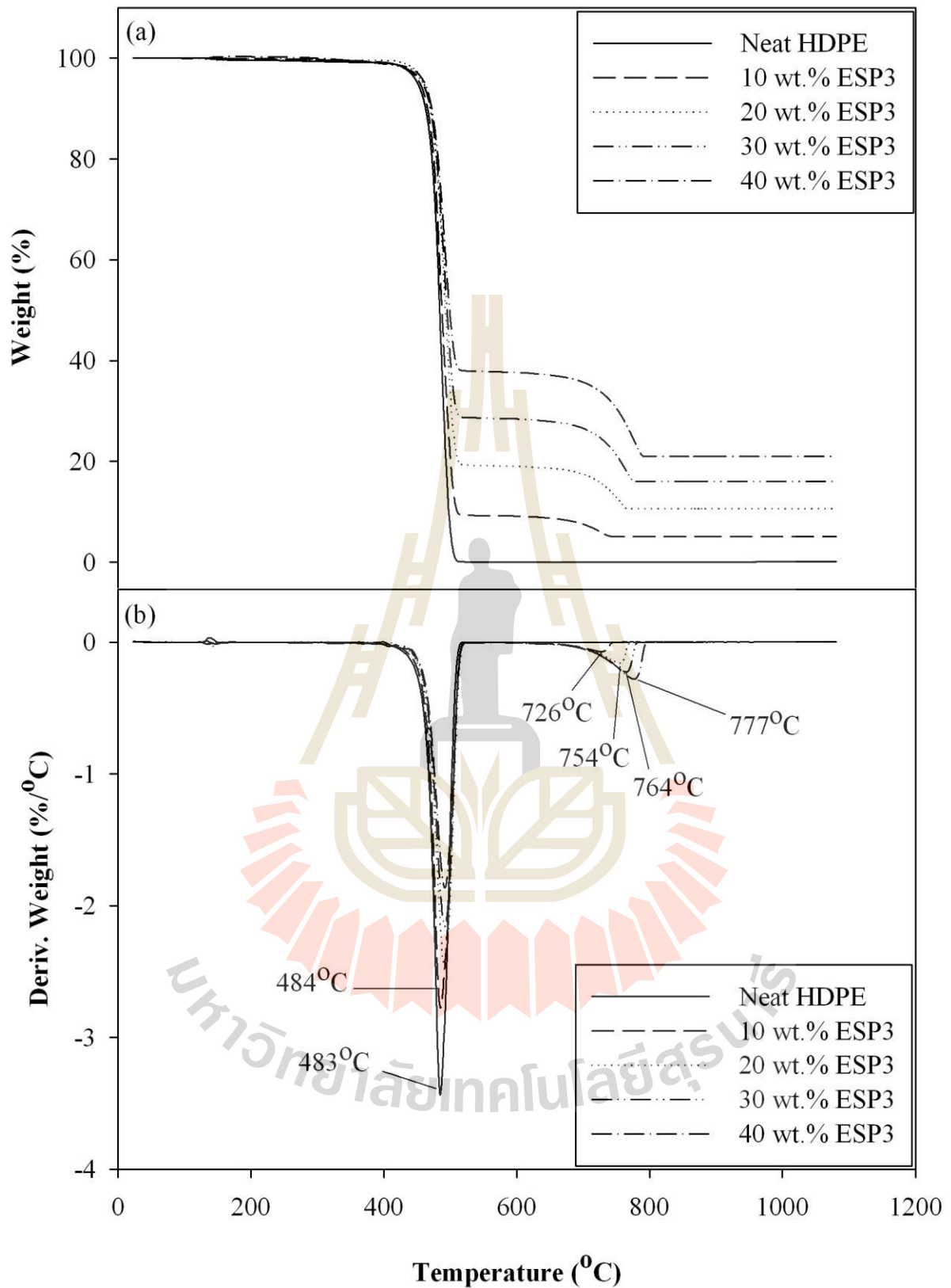


รูปที่ 3.5 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ($\times 300$ (_1) และ $\times 1000$ (_2) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (a) และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 (b), ร้อยละ 20 (c) และ ร้อยละ 30 (d) ร้อยละ 40 (e) โดยน้ำหนัก

3.4.1.7 การเสื่อมสลายเนื่องจากความร้อน (Thermal Degradation)

กราฟ TGA และ DTGA ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก แสดงในรูปที่ 3.6 พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงแสดงทรานซิชันทางความร้อนที่อุณหภูมิเดียวคือ 483 องศาเซลเซียส เกิดจากการเสื่อมสลายทางความร้อน (thermal degradation) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ในขณะที่พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณต่าง ๆ แสดงทรานซิชันทางความร้อนสองขั้น อุณหภูมิทรานซิชันทางความร้อนขั้นแรก (the first transition) คือ 484 องศาเซลเซียส ซึ่งชี้ให้เห็นว่าการเติมผงเปลือกไข่และการเพิ่มปริมาณที่ ESP3 ไม่มีผลต่อการเสื่อมสลายทางความร้อนของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ทรานซิชันทางความร้อนขั้นที่สอง (the second transition) ที่อุณหภูมิ 726 754 764 และ 777 องศาเซลเซียส เป็นการเสื่อมสลายภายใต้ความร้อนของแคลเซียมคาร์บอเนตที่เป็นองค์ประกอบหลักของผงเปลือกไข่ ESP3 ที่มีอยู่ในเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงในปริมาณร้อยละ 10 20 30 และ 40 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ อุณหภูมิการเสื่อมสลายของผงเปลือกไข่ที่เติมในพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณผงเปลือกไข่เพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองของ Pakdeechote [6] ที่ศึกษาผลของปริมาณผงเปลือกไข่บดไม่ลอกเมมเบรนโดยใช้ผงเปลือกไข่ไม่ลอกเมมเบรนที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 24.1 ไมโครเมตร และมีขนาดอนุภาคตั้งแต่ 0.7 ถึง 113 ไมโครเมตร Osman และคณะ [7] ได้อธิบายการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิการเสื่อมสลายของสารตัวเติมชนิด mineral filler ที่เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณที่เติมในเมทริกซ์พอลิเมอร์เพิ่มขึ้น เป็นผลอันเนื่องมาจากเมื่อปริมาณของ mineral filler เพิ่มขึ้นทำให้การมีปฏิสัมพันธ์กันของอนุภาคต่ออนุภาคของสารตัวเติมเพิ่มมากขึ้น

นอกจากนี้กราฟ DTGA ไม่ปรากฏพีคของสารอินทรีย์ที่เป็นเมทริกซ์ของเปลือกไข่ และกราฟ TGA ยังแสดงร้อยละโดยน้ำหนักของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และผงเปลือกไข่ ESP3 ที่สอดคล้องกับอัตราส่วนการผสม และแสดงปริมาณที่เหลืออยู่ของแคลเซียมออกไซด์ (CaO) ที่เป็นผลิตภัณฑ์จากการเสื่อมสลายด้วยความร้อนของผงเปลือกไข่ ESP3 ในร้อยละ 5 11 16 และ 21 โดยน้ำหนัก ซึ่งสอดคล้องกับปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 ที่เติมในพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงในปริมาณร้อยละ 10 20 30 และ 40 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ



รูปที่ 3.6 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก

3.4.1.8 อุณหภูมิการหลอมเหลวและอุณหภูมิการเกิดผลึก (Melting and Crystallization Temperature)

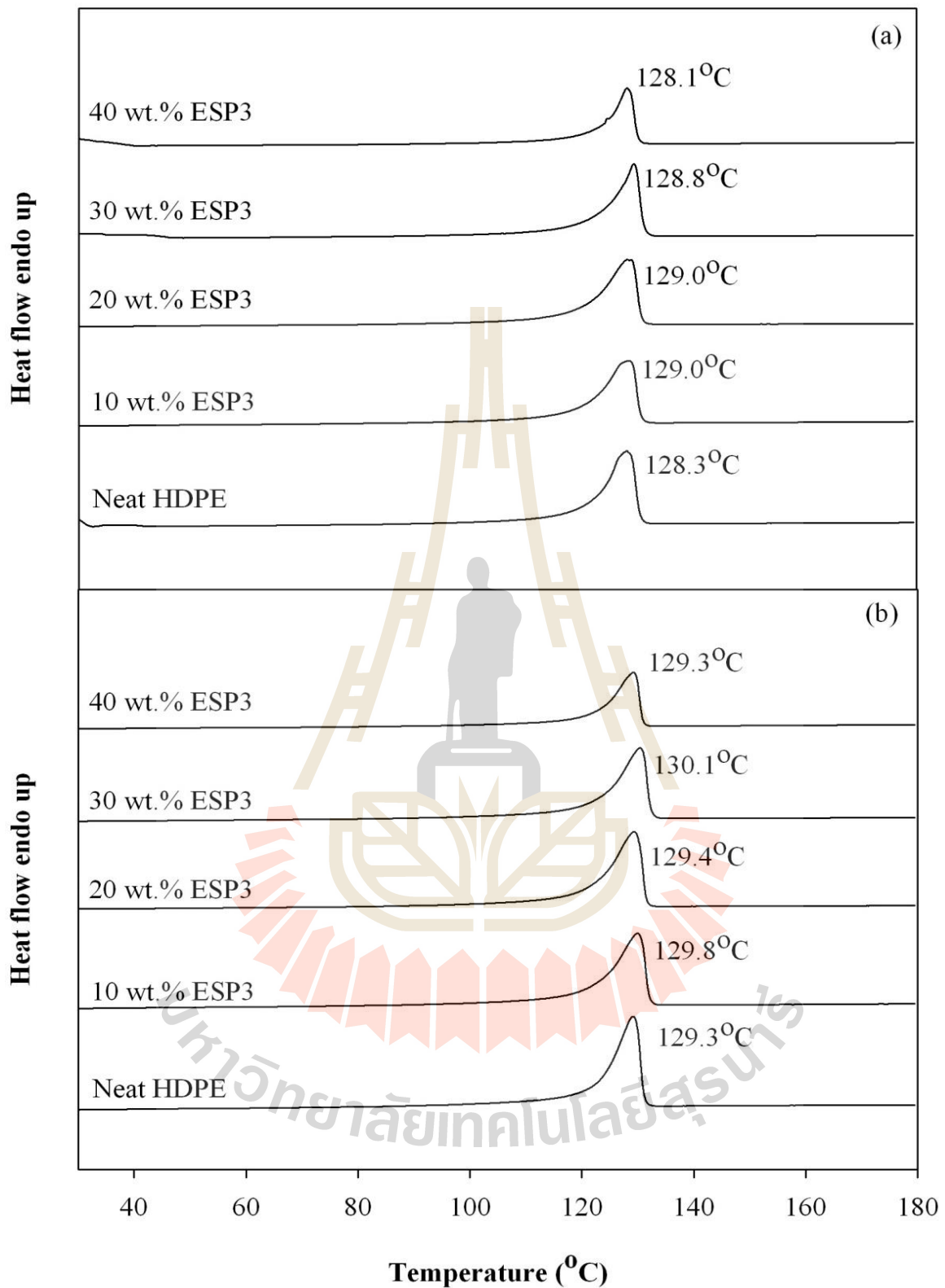
กราฟ DSC thermogram ที่ได้จากการอบการให้ความร้อนครั้งแรก (first heating scan) และครั้งที่สอง (second heating scan) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก แสดงในรูปที่ 3.7 (a) และ 3.7 (b) ตามลำดับ ในระหว่างกระบวนการให้ความร้อนครั้งแรก พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงแสดงการเปลี่ยนสถานะเนื่องจากการหลอมเหลวของผลึก ณ 128.3 องศาเซลเซียส และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 แสดงการเปลี่ยนสถานะเนื่องจากการหลอมเหลวของผลึก 128.1 – 129.0 องศาเซลเซียส การเติมผงเปลือกไข่ ESP3 ไม่มีผลต่ออุณหภูมิการหลอมเหลวของผลึกพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงอย่างมีนัยสำคัญ

สำหรับกระบวนการให้ความร้อนครั้งที่สอง หลังจากทำให้เย็นตัวอย่างช้า ๆ ด้วยอัตราการลดลงของอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 ไม่ส่งผลอย่างมีนัยสำคัญต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิการหลอมเหลวของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างผลึกของพอลิเมอร์เอทิลีนความหนาแน่นสูงและโครงสร้างผลึกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ และอุณหภูมิการหลอมเหลวจากการให้ความร้อนครั้งแรกและครั้งที่สองของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

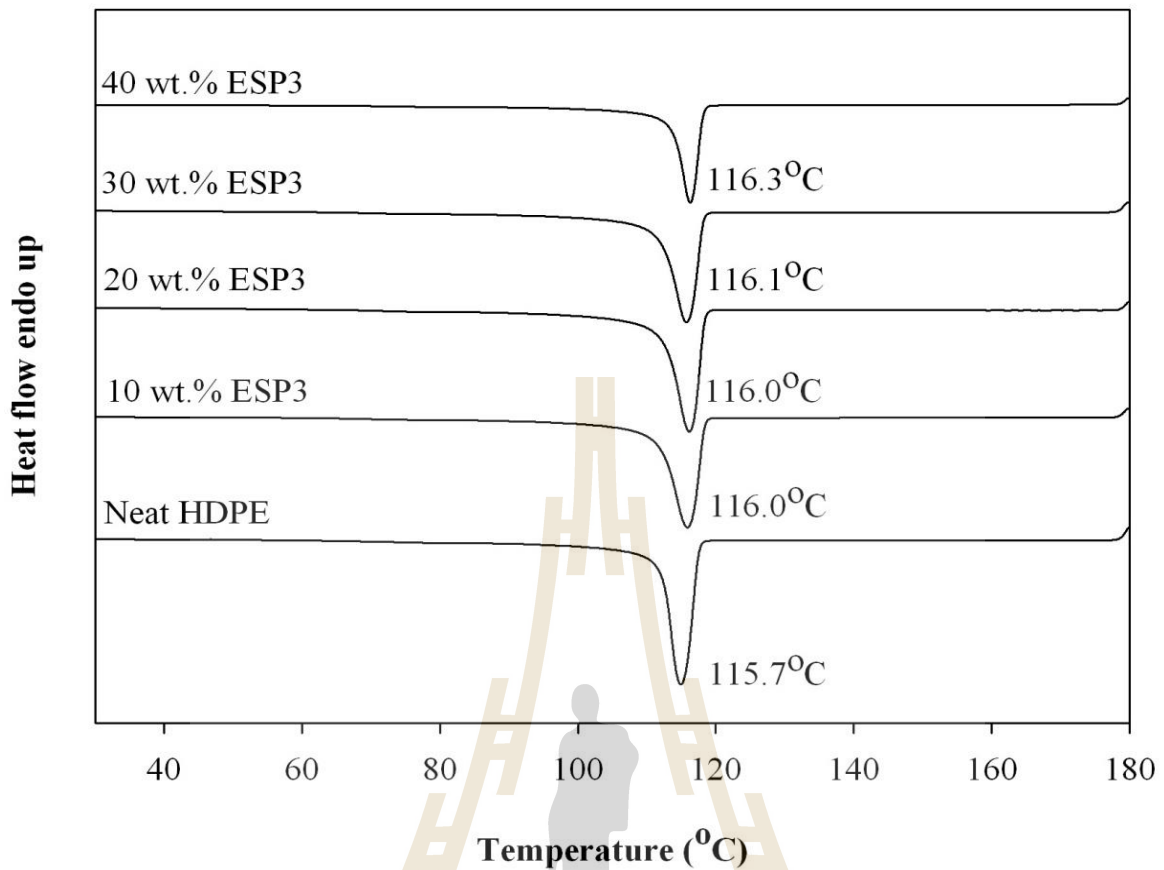
กราฟ DSC thermogram จากกระบวนการทำให้เย็นตัวครั้งแรก (first cooling scan) แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature, T_c) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง เท่ากับ 116 องศาเซลเซียส และไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญกับอุณหภูมิการเกิดผลึกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ปริมาณผงเปลือกไข่ ESP3 จึงไม่มีผลต่ออุณหภูมิการเกิดผลึกของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ดังแสดงในรูปที่ 3.8 และผงเปลือกไข่ ESP3 ไม่ใช่ตัวก่อเกิดนิวเคลียส (nucleating agent) ในกระบวนการเกิดผลึก (crystallization) ของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง

3.4.1.9 ปริมาณผลึก (Degree of Crystallinity)

ในกระบวนการให้ความร้อนครั้งแรก ปริมาณผลึกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ยังคงน้อยกว่าปริมาณผลึกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และเมื่อปริมาณเปลือกไข่ ESP3 เพิ่มขึ้น ปริมาณผลึกของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีแนวโน้มลดลง และจากการทำให้เย็นตัวลงด้วยอัตราการลดลงของอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วทำให้หลอมเหลวเป็นครั้งที่สองพบว่าพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 มีปริมาณผลึกสูงกว่าปริมาณผลึกที่ได้จาก DSC thermogram จากกระบวนการให้ความร้อนครั้งแรก อย่างไรก็ตาม เมื่อเพิ่มปริมาณเปลือกไข่ ESP3 ปริมาณผลึกของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีแนวโน้มลดลง เช่นเดียวกับปริมาณผลึกที่ได้จากกระบวนการให้ความร้อนครั้งแรก



รูปที่ 3.7 กราฟ DSC thermogram ที่ได้จากการอบการให้ความร้อนครั้งแรก (first heating scan) (a) และการให้ความร้อนครั้งที่สอง (second heating scan) (b) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 3.8 กราฟ DSC thermogram จากกระบวนการทำให้เย็นตัวครั้งแรก (first cooling scan) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก

อุณหภูมิหลอมเหลว อุณหภูมิการเกิดผลึก และปริมาณผลึก ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก ได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 อุณหภูมิการเสื่อมสลาย (T_d) อุณหภูมิการหลอมเหลว (T_m) อุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) ความร้อนของการหลอมละลาย (ΔH_f) และปริมาณผลึก (X_c) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 10 - 40 โดยน้ำหนัก

| ESP3 Content (wt.%) | T_d (°C) | | T_m (°C) | | T_c (°C) | ΔH_f (J/g) | | X_c (%) | |
|------------------------|------------|------|----------------------|----------------------|---------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| | HDPE | ES3P | 1 st scan | 2 nd scan | | 1 st scan | 2 nd scan | 1 st scan | 2 nd scan |
| 0 | 483 | - | 128.3 | 129.3 | 115.7 | 206.3 | 227.9 | 70.5 | 77.9 |
| 10 | 484 | 726 | 129.0 | 129.8 | 116.0 | 229.7 | 245.8 | 70.6 | 75.6 |
| 20 | 484 | 754 | 129.0 | 129.4 | 116.0 | 252.6 | 272.2 | 69.1 | 74.4 |
| 30 | 484 | 764 | 128.8 | 130.1 | 116.1 | 279.3 | 311.4 | 66.8 | 74.5 |
| 40 | 484 | 777 | 128.1 | 129.3 | 116.3 | 318.2 | 362.6 | 65.3 | 74.4 |

3.4.2 ผลของขนาดอนุภาคผงเปลือกไข่บดต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บด

3.4.2.1 สมบัติการไหล (Flow Properties)

ดัชนีการไหล (melt flow index) ณ อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แสดงในตารางที่ 3.6 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของ ESP1, ESP2 และ ESP3 คือ 35.30, 20.35 และ 13.96 ไมโครเมตร และมีช่วงขนาดอนุภาคที่ 0.34- 100.57, 0.34-54.40 และ 0.34-40.02 ไมโครเมตร ตามลำดับ ตามที่กล่าวไว้หัวข้อ 3.2 และ ตารางที่ 3.1 ซึ่งดัชนีการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีค่าสูงกว่าดัชนีการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ อย่างไรก็ตาม ดัชนีการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ไม่แตกต่างกันมีนัยสำคัญ

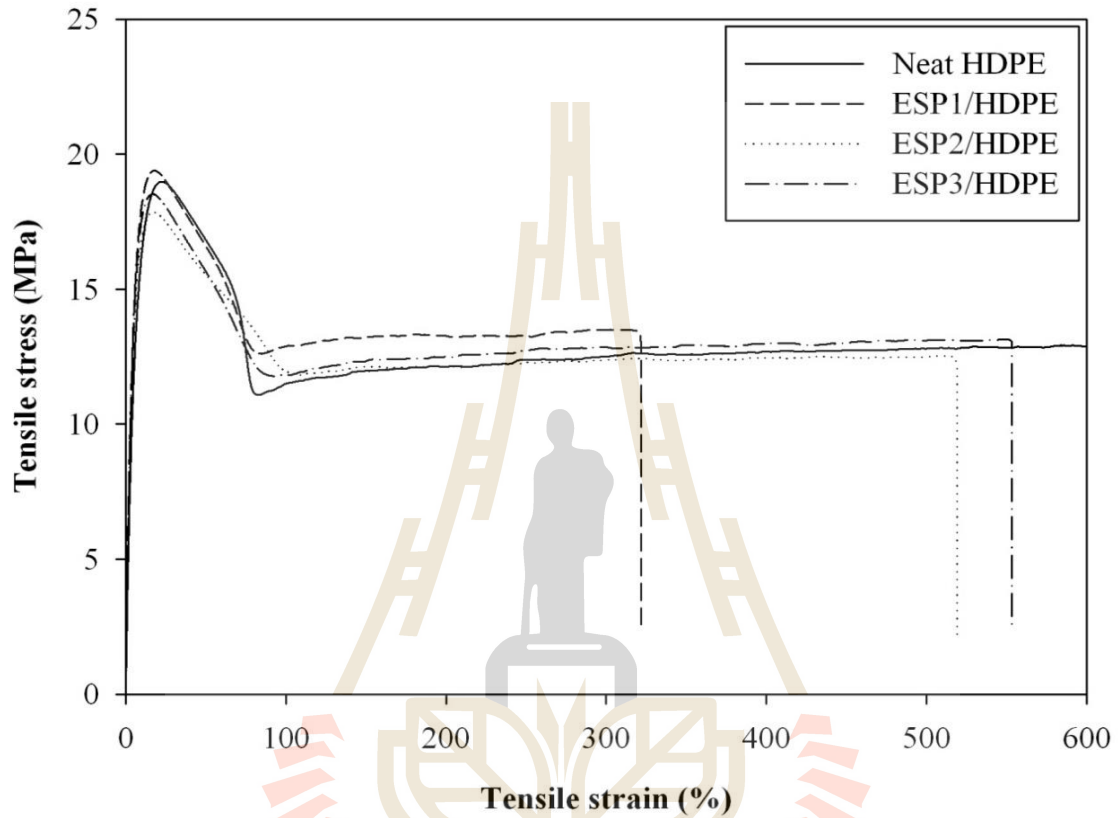
ตารางที่ 3.6 ดัชนีการไหล (melt flow index) พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

| Materials | Melt Flow Index (g/10 min @190°C) |
|------------------|--------------------------------------|
| Neat HDPE | 11.47 |
| ESP1 filled HDPE | 6.51 |
| ESP2 filled HDPE | 7.10 |
| ESP3 filled HDPE | 6.08 |

3.4.2.2 พฤติกรรมความเค้น - ความเครียด (Stress - Strain Behavior)

พฤติกรรมความเค้น - ความเครียดภายใต้แรงดึงของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แสดงในรูปที่ 3.9 พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีร้อยละการยืดออก ณ จุดขาดมากกว่า 800 ซึ่งเกินขีดจำกัดของเครื่องมือทดสอบภายใต้อัตราการดึงที่ 10 มิลลิเมตรต่อนาที พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แสดง จุดคราก และ cold drawing โดยปราศจาก strain hardening ก่อนที่ชิ้นตัวอย่างจะแตกหัก และแสดงพฤติกรรมความเค้น - ความเครียดภายใต้แรงดึงแบบวัสดุเหนียว แต่มีความเหนียว (toughness) ที่แตกต่างกัน โดยที่ความเหนียวของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1 จะต่ำกว่าเมื่อเติม ESP2 และ ESP3 อย่างมีนัยสำคัญ

เมื่อขนาดอนุภาคผงเปลือกไข่ลดลงความเหนียวของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่จะเพิ่มขึ้น ทั้งนี้ ESP3 มีการกระจายขนาดอนุภาคในช่วงแคบที่แคบกว่าและมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยน้อยกว่า ESP2 เล็กน้อย และน้อยกว่า ESP1 ผลที่ได้นี้สอดคล้องกับผลจากการทดสอบความทนทานต่อแรงกระแทกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 มีความทนทานต่อแรงกระแทกที่สูงกว่าเมื่อเติมผงเปลือกไข่ ESP2 และ ESP1

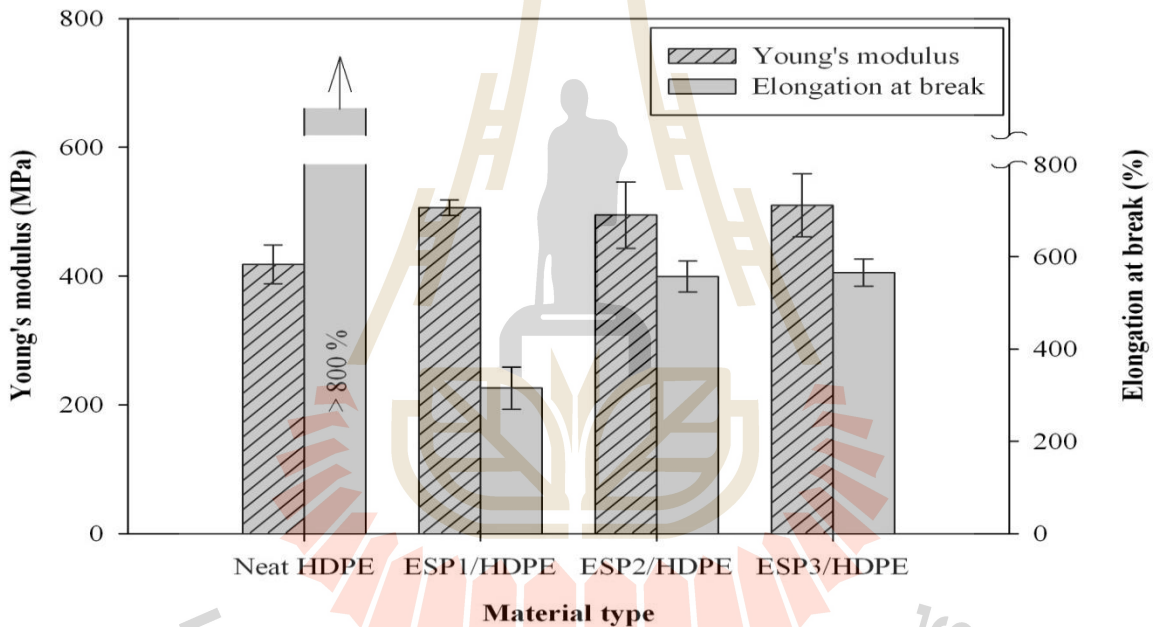


รูปที่ 3.9 กราฟระหว่างความเค้นดึง (tensile stress) และร้อยละการยืดออก (elongation) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

3.4.2.3 สมบัติความทนต่อแรงดึง (Tensile Properties)

มอดูลัสของยังก์ (Young's modulus) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ และสูงกว่ามอดูลัสของยังก์ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ดังนั้นขนาดอนุภาคผงเปลือกไข่ไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อมอดูลัสของยังก์ ร้อยละการยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1 จะน้อยกว่าเมื่อเติมผงเปลือกไข่ ESP2 และ ESP3 อย่างมีนัยสำคัญ และ ร้อยละการยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP2 จะน้อยกว่าเล็กน้อยเมื่อเติมผงเปลือกไข่ ESP3 ดังแสดงในรูปที่ 3.10 และตารางที่ 3.7

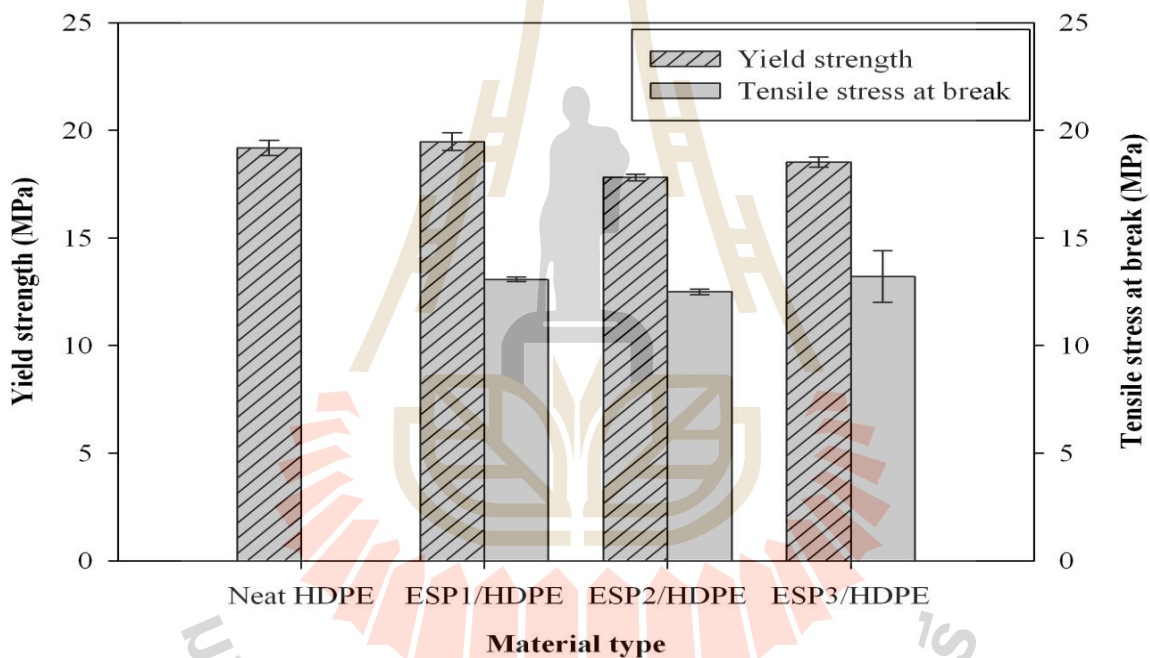
ภายใต้แรงดึงของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ที่มีอนุภาคขนาดใหญ่จะขัดขวางการไหลแบบพลาสติก (plastic flow) ในช่วงของ cold drawing ก่อนการแตกหัก ได้ดีกว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็ก พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 จึงมีร้อยละการยืดตัว ณ จุดขาดสูงกว่าพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP2 และ ESP1 ตามลำดับ



รูปที่ 3.10 กราฟระหว่างความเค้นดึง (tensile stress) และร้อยละการยืดออก (elongation) ของพอลิเอทิลีน-ความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดครากของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ลดลงเล็กน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดครากของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงทั้งที่ไม่เติมและเติมผงเปลือกไข่ ESP1 ในขณะที่ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ดังแสดงในรูปที่ 3.11 ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงไม่ได้แสดงไว้ในรูปที่ 3.11 เนื่องจากขั้นตอนทดสอบพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงไม่ขาดภายใต้ข้อจำกัดของเครื่องมือวัด

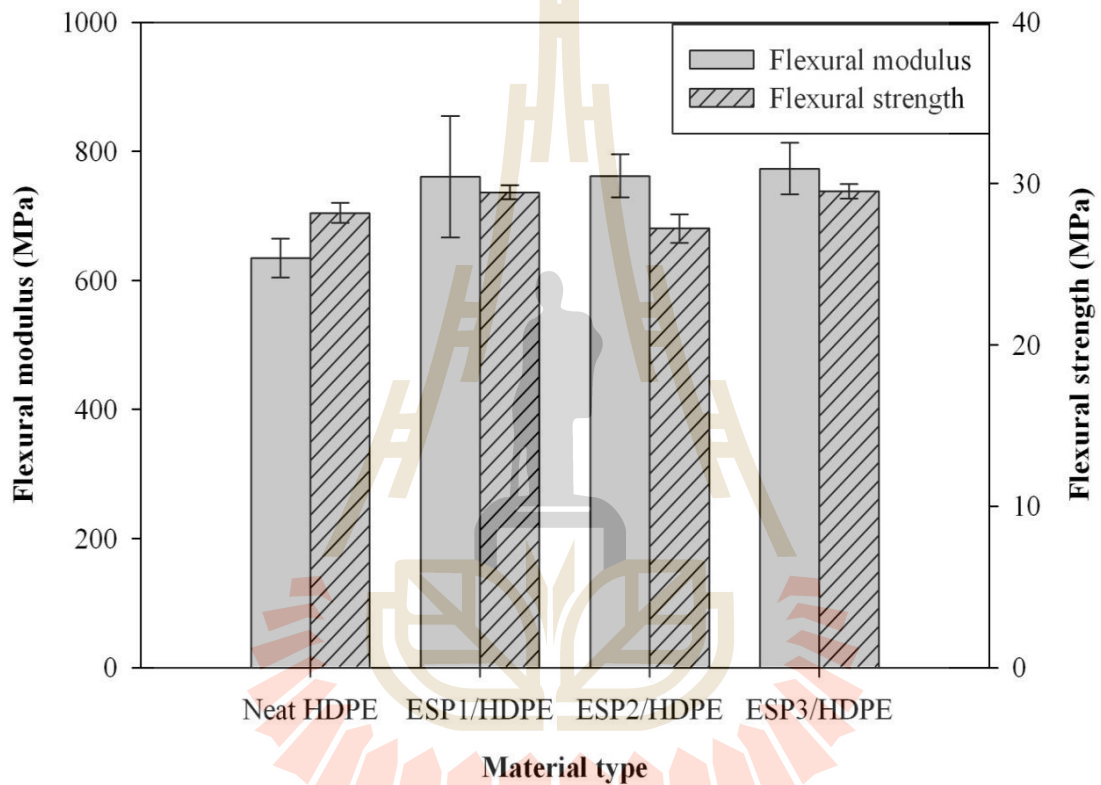
อนุภาคขนาดเล็กของผงเปลือกไข่ ESP3 และ ESP2 จะทำหน้าที่เป็นจุดรวมแรง (stress concentrator) และสามารถขยายขนาดของแรงในบริเวณเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่ใกล้เคียงกับอนุภาคได้ดีกว่าอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่าเช่น ผงเปลือกไข่ ESP1 จึงทำให้พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 และ ESP2 ล้มเหลว ณ จุดครากด้วยความเค้นที่ต่ำกว่าพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมและไม่เติม ESP1 [8]



รูปที่ 3.11 กราฟความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดครากและความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

3.4.2.4 สมบัติความทนต่อแรงดัด (Flexural Properties)

มอดุลัสแรงดัดและความทนทานต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 แสดงในรูปที่ 3.12 การเติม ESP1, ESP2 และ ESP3 สามารถปรับปรุงมอดุลัสแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่เล็กน้อย ความทนทานต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ไม่แตกต่างกัน นอกจากนี้ความทนทานต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ลดลงเล็กน้อยเมื่อเติมผงเปลือกไข่ ESP2 แต่อย่างไรก็ตามมอดุลัสแรงดัดและความทนทานต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ



รูปที่ 3.12 กราฟมอดุลัสแรงดัดและความทนทานต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

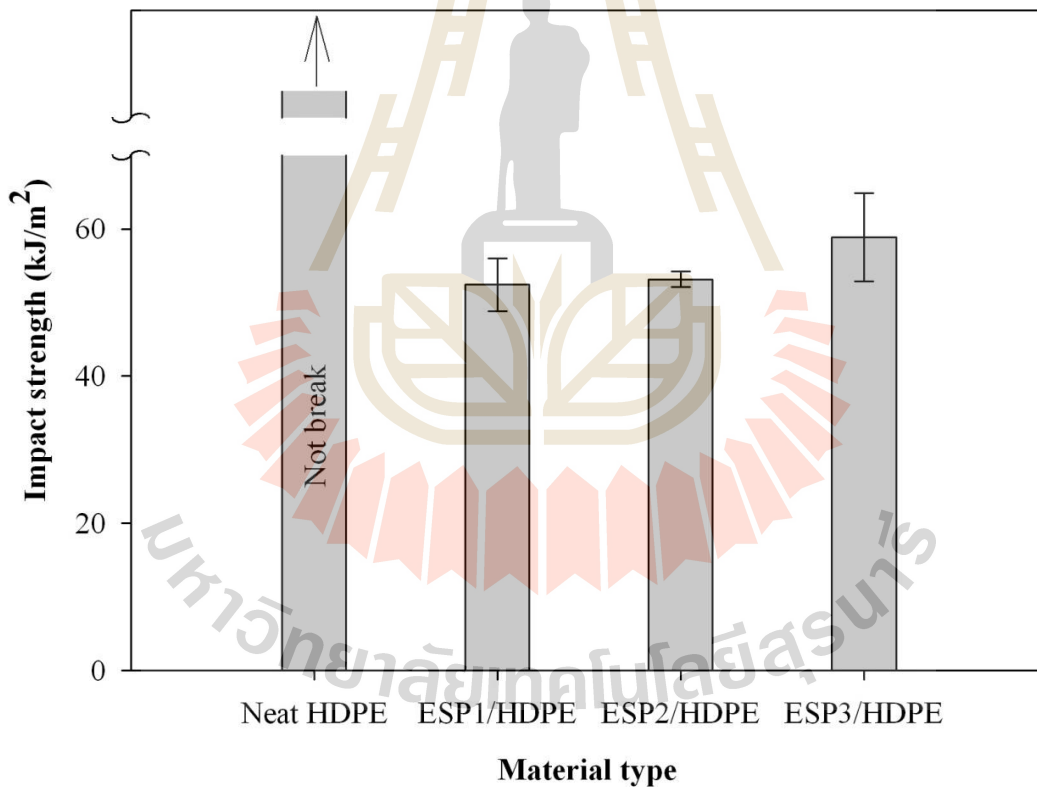
สมบัติความทนต่อแรงดึง และ สมบัติความทนต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ได้สรุปไว้ในตารางที่ 3.7

3.4.2.5 ความทนต่อแรงกระแทก (Impact Resistance)

ความทนทานต่อแรงกระแทก (impact strength) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แสดงในรูปที่ 3.13 ความทนทานต่อแรงกระแทกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมากกว่า 130.0 กิโลจูลต่อตารางเมตร จึงไม่แตกหักภายใต้ข้อจำกัดของเครื่องมือวัด อย่างไรก็ตาม ภายใต้แรงตกกระแทกพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP3 มีความทนทานต่อแรงกระแทกที่สูงกว่าพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP2 และ ESP1 ซึ่งมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าและการกระจายขนาดอนุภาคกว้างกว่าผงเปลือกไข่ ESP3

การยึดติดที่ไม่ดีระหว่างพื้นผิวของอนุภาคผงเปลือกไข่และเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง เมื่อผงเปลือกไข่ที่มีขนาดใหญ่จึงทำให้เกิดช่องว่างขนาดใหญ่โดยรอบอนุภาคผงเปลือกไข่ เมื่อพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ที่มีขนาดใหญ่ได้รับแรงกระแทก ช่องว่างที่อยู่โดยรอบอนุภาคผงเปลือกไข่จะขยายขนาดอย่างรวดเร็วนำไปสู่การแตกหักที่พลังงานการตกกระแทกที่น้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมด้วยผงเปลือกไข่มีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่า และการกระจายขนาดอนุภาคที่แคบกว่า

ความทนทานต่อแรงกระแทกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ได้สรุปไว้ในตารางที่ 3.7



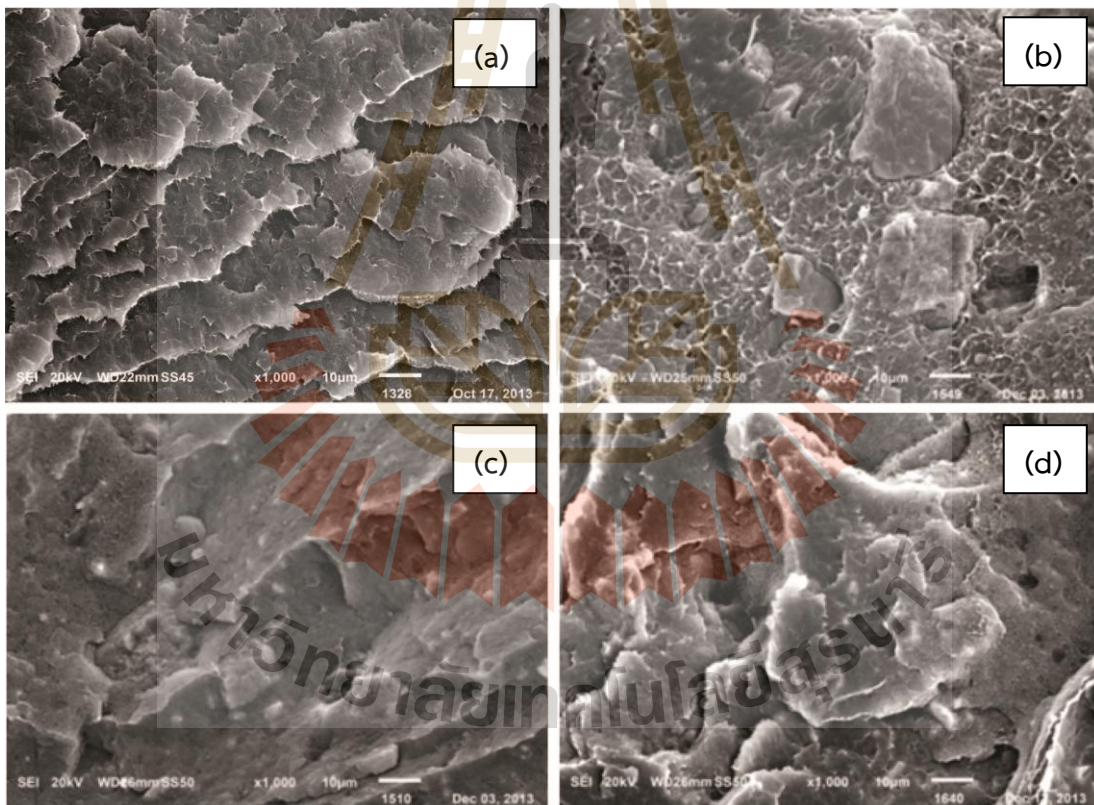
รูปที่ 3.13 กราฟความทนทานต่อแรงกระแทกของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 3.7 มอดุลัสของยังก์ ร้อยละการยืดตัว ณ จุดขาด ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด มอดุลัสแรงดัด ความทนทานต่อแรงดัด และความทนทานต่อแรงกระแทก ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

| Materials | Young's Modulus (MPa) | Elongation at Break (%) | Yield Strength (MPa) | Tensile Stress at Break (MPa) | Flexural Modulus (MPa) | Flexural Strength (MPa) | Impact Strength (kJ/m ²) |
|------------------|-----------------------|-------------------------|----------------------|-------------------------------|------------------------|-------------------------|--------------------------------------|
| neat HDPE | 418.1±31.7 | > 800.0 | 19.1±0.3 | Not break | 634.5±30.5 | 28.2±0.6 | > 130.0 |
| ESP1 filled HDPE | 506.0±12.0 | 315.3±46.0 | 19.4±0.4 | 13.2±1.2 | 760.9±24.0 | 29.4±0.4 | 52.4±3.5 |
| ESP2 filled HDPE | 494.6±51.2 | 557.2±33.4 | 17.8±0.1 | 12.4±0.1 | 762.1±33.6 | 27.2±0.8 | 53.1±1.0 |
| ESP3 filled HDPE | 510.0±49.8 | 565.7±29.3 | 18.5±0.2 | 13.0±0.1 | 773.3±40.9 | 29.5±0.4 | 58.9±6.0 |

3.4.2.6 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวแตกหัก (Morphology of Fracture Surface)

ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดในรูปที่ 3.14 แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวแตกหักของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก พื้นผิวแตกหักของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงแสดงลักษณะการแตกหักแบบเหนียว (ductile rupture) ดังที่กล่าวในหัวข้อ 3.4.1.2 และ 3.4.1.6 ลักษณะพื้นผิวการแตกหักของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ แสดงให้เห็นว่าการไม่ยึดติดกันระหว่างพื้นผิวของอนุภาคผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 กับเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง การกระจายตัวของอนุภาคผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงไม่มีความแตกต่างกัน ลักษณะพื้นผิวแตกหักของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่มีผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 กระจายตัวอยู่เป็นลักษณะพื้นผิวแตกหักแบบเหนียว นอกจากนี้พื้นผิวแตกหักของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1 จะมีช่องว่างในลักษณะเป็นหลุมที่เกิดจากการไม่สัมผัสกัน (debonding) ของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพื้นผิวอนุภาคผงเปลือกไข่ที่มีขนาดใหญ่ ทำให้เกิดเป็นช่องว่างที่ขยายตัวออกไป (crack propagation) ภายใต้อันตรึงทางกล ซึ่งทำให้พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่มีผงเปลือกไข่ที่มีขนาดใหญ่ เกิดการแตกหัก ณ ร้อยละการยืดตัว และรับพลังงานจากแรงกระแทกได้ลดลง [8]



รูปที่ 3.14 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยาย (x1000) พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (a) และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1 (b), ESP2 (c) และ ESP3 (d) ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

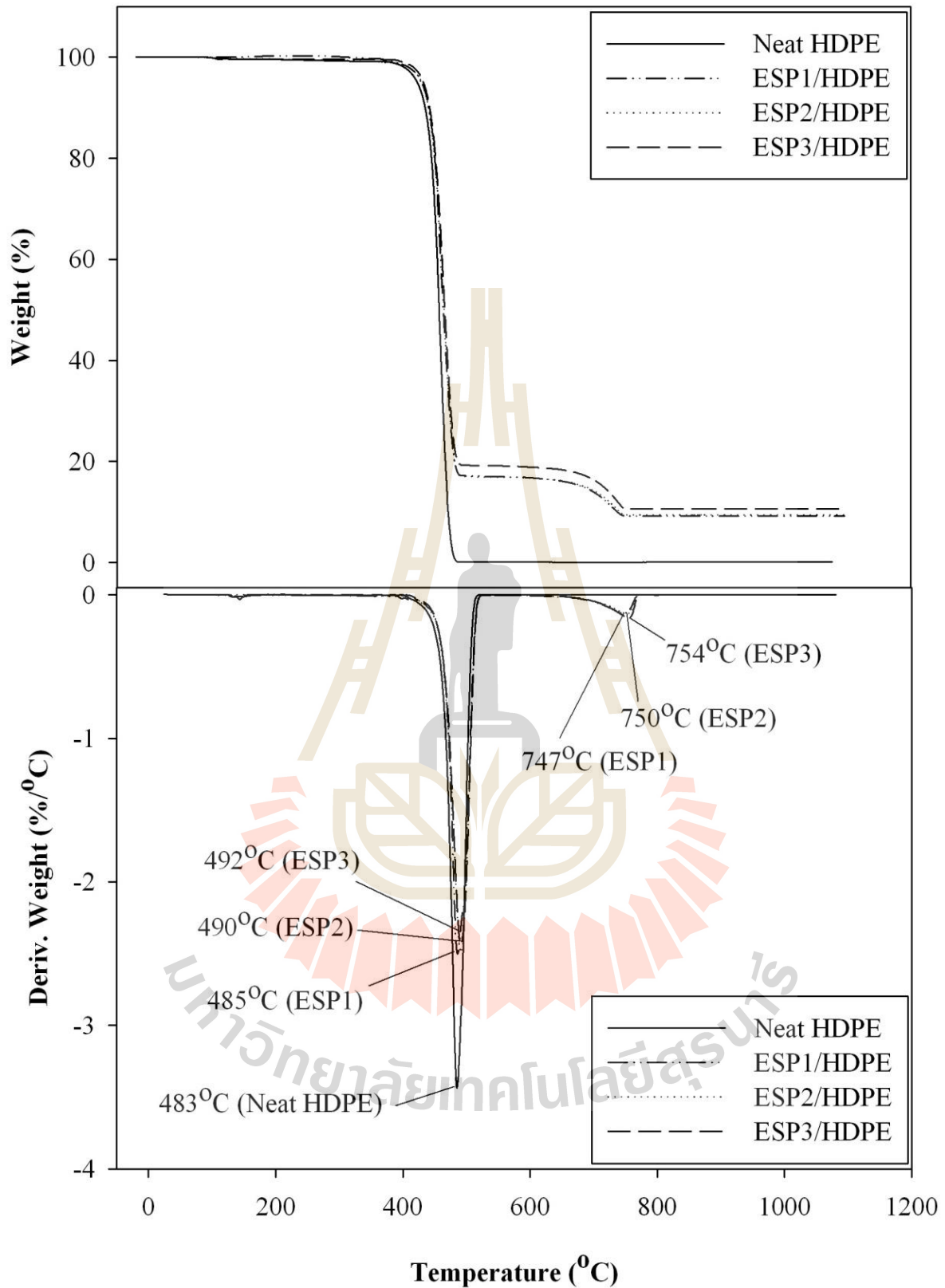
3.4.2.7 การเสื่อมสลายเนื่องจากความร้อน (Thermal Degradation)

กราฟ TGA และ DTGA ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แสดงในรูปที่ 3.15 พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงแสดงทรานซิชันทางความร้อนที่อุณหภูมิ 483 องศาเซลเซียส ในขณะที่พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่แสดงทรานซิชันทางความร้อนสองขั้น ทรานซิชันทางความร้อนขั้นแรก (the first transition) เกิดขึ้น ณ อุณหภูมิ 485 490 และ 492 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิการเสื่อมสลายของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่มีผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 กระจายตัวอยู่ ตามลำดับ ซึ่งชี้ให้เห็นว่าขนาดอนุภาคผงเปลือกไข่ที่เล็กลงมีผลต่อการเสื่อมสลายทางความร้อนของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเพิ่มขึ้น ทรานซิชันทางความร้อนขั้นที่สอง (the second transition) เนื่องจากการเสื่อมสลายทางความร้อนของแคลเซียมคาร์บอเนตที่เป็นองค์ประกอบหลักของผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 747°C, 750°C และ 754°C องศาเซลเซียส ตามลำดับ ซึ่งอุณหภูมิการเสื่อมสลายเนื่องจากความร้อนของอนุภาคผงเปลือกไข่ในเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อขนาดของอนุภาคผงเปลือกไข่ลดลง

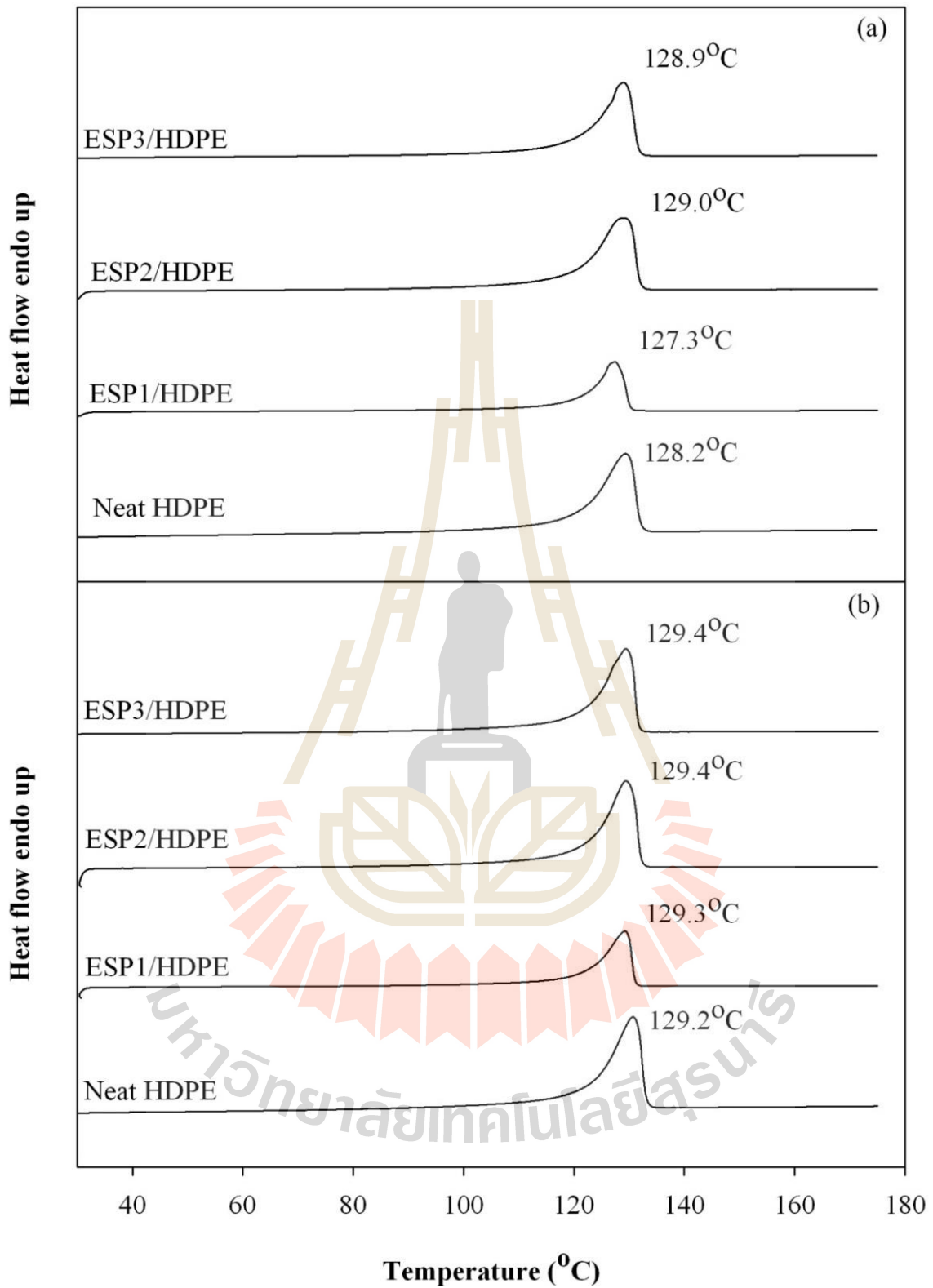
3.4.2.8 อุณหภูมิการหลอมเหลวและอุณหภูมิการเกิดผลึก (Melting and Crystallization Temperature)

กราฟ DSC thermogram ที่ได้จากการบวนการให้ความร้อนครั้งแรก (first heating scan) และครั้งที่สอง (second heating scan) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แสดงในรูปที่ 3.16 (a) และ 3.16 (b) ตามลำดับ ในกระบวนการให้ความร้อนครั้งแรกพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 แสดงพีคการหลอมเหลว (melting peak) ของผลึกพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญคือ ที่อุณหภูมิ 127.3 129.0 128.9 องศาเซลเซียส ตามลำดับ และใกล้เคียงกับอุณหภูมิการหลอมเหลวของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ในทำนองเดียวกันกับกระบวนการให้ความร้อนครั้งที่สอง ขนาดอนุภาคผงเปลือกไข่ไม่มีผลต่ออุณหภูมิการหลอมเหลวของผลึกพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และอุณหภูมิการหลอมเหลวของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 จากกระบวนการให้ความร้อนครั้งแรกไม่แตกต่างจากอุณหภูมิการหลอมเหลวที่ได้จากการให้ความร้อนครั้งที่สองอย่างมีนัยสำคัญ

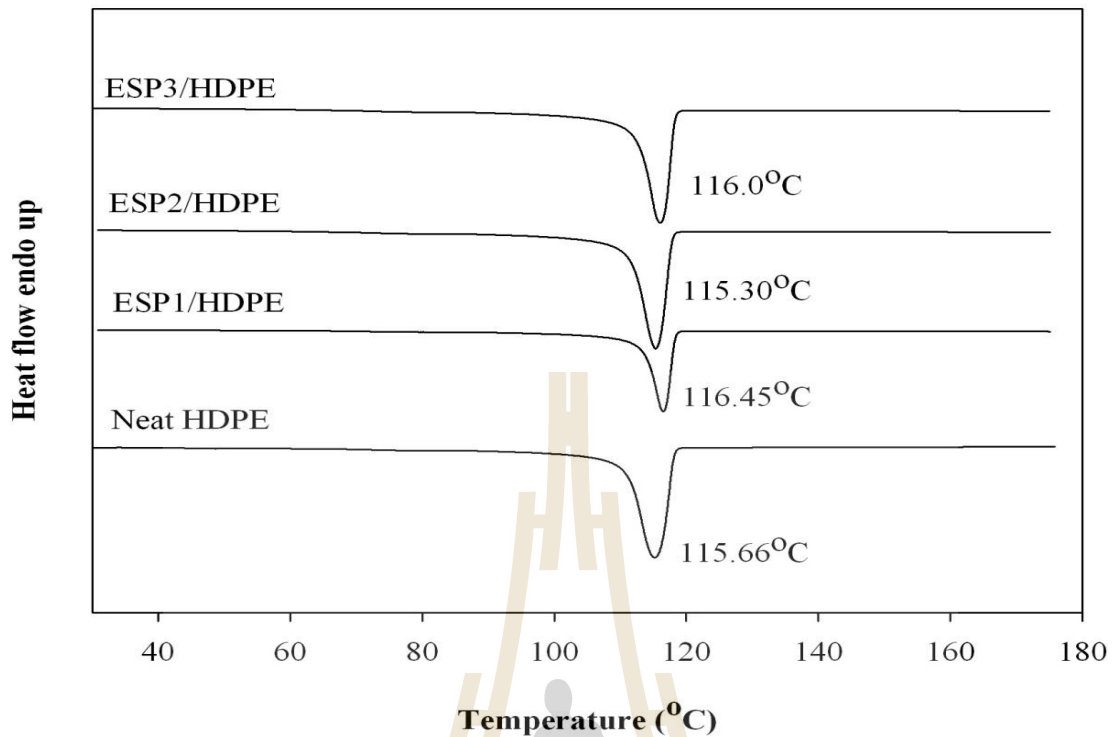
กราฟ DSC thermogram จากกระบวนการทำให้เย็นตัวครั้งแรก (first cooling scan) แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature, T_c) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนักไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ดังแสดงในรูปที่ 3.17 และ DSC thermogram แสดงให้เห็นว่าผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ไม่ใช่ตัวก่อเกิดนิวเคลียส (nucleating agent) ในกระบวนการเกิดผลึก (crystallization) ของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง



รูปที่ 3.15 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 3.16 กราฟ DSC thermogram ของการให้ความร้อนครั้งแรก (first heating scan) (a) และการให้ความร้อนครั้งที่สอง (second heating scan) (b) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 3.17 กราฟ DSC thermogram ที่ได้รับจากการหล่อเย็นครั้งแรก (first cooling scan) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

3.4.2.9 ปริมาณผลึก (Degree of Crystallinity)

ปริมาณผลึกที่ได้จากกราฟ DSC thermogram จากกระบวนการให้ความร้อนครั้งแรกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ชี้ให้เห็นว่าจากกระบวนการขึ้นรูปปริมาณผลึกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมากกว่าปริมาณผลึกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่เพียงเล็กน้อย และขนาดของผงเปลือกไข่ไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อปริมาณผลึกของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง อย่างไรก็ตามในกระบวนการให้ความร้อนครั้งที่สอง ปริมาณผลึกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่เพิ่มขึ้นแต่ยังคงน้อยกว่าปริมาณผลึกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง

อุณหภูมิการหลอมเหลว อุณหภูมิการเกิด ผลึกและปริมาณผลึกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แสดงในตาราง 3.8

ตารางที่ 3.8 อุณหภูมิการหลอมเหลว (T_m), อุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) ความร้อนของการหลอมละลาย (ΔH_f) และปริมาณผลึก (X_c)ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไขบด ESP1, ESP2 และ ESP3 ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

| Materials | T_d (°C) | | T_m (°C) | | T_c (°C) | ΔH_f (J/g) | | X_c (%) | |
|------------------|------------|-----|----------------------|----------------------|------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| | HDPE | ESP | 1 st scan | 2 nd scan | | 1 st scan | 2 nd scan | 1 st scan | 2 nd scan |
| neat HDPE | 483 | - | 128.3 | 129.3 | 115.7 | 206.3 | 227.9 | 70.5 | 77.9 |
| ESP1 filled HDPE | 485 | 747 | 127.3 | 129.3 | 116.5 | 255.5 | 279.1 | 69.9 | 76.3 |
| ESP2 filled HDPE | 490 | 750 | 129.1 | 129.4 | 115.3 | 254.5 | 275.7 | 69.6 | 75.4 |
| ESP3 filled HDPE | 492 | 754 | 129.0 | 129.4 | 116.0 | 252.6 | 272.2 | 69.1 | 74.4 |



3.5 สรุปผลการศึกษา

1. ดัชนีการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนลดลงเมื่อปริมาณผงเปลือกไข่บดเพิ่มขึ้น แต่ขนาดอนุภาคของเปลือกไข่บดไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อดัชนีการไหล
2. พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน มีการเปลี่ยนแปลงจากพฤติกรรม การแตกหักแบบเหนียวไปเป็นแตกหักแบบเปราะ เมื่อปริมาณเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนเท่ากับร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก
3. พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน จะมีความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด และความทนทานต่อแรงกระแทก ลดลง แต่โมดูลัสแรงดึง และโมดูลัสของยังก์ จะเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ และความทนทานต่อแรงดึงเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน
4. ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด โมดูลัสของยังก์ โมดูลัสแรงดึง และความทนทานต่อแรงดึงของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน ไม่ขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาคผงเปลือกไข่บด
5. พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก และผงเปลือกไข่บดมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยน้อยกว่า 13.96 ไมโครเมตร จะสามารถปรับปรุงการยึดตัว ณ จุดขาด และความทนทานต่อแรงกระแทก
6. การเพิ่มปริมาณของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนไม่มีผลต่ออุณหภูมิการการสลายตัว อุณหภูมิการหลอมเหลว และอุณหภูมิการเกิดผลึกของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง
7. ขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนมีผลต่อการสลายตัวทางความร้อนของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ซึ่งอุณหภูมิการสลายตัวของเมทริกซ์จะเพิ่มขึ้นเมื่อขนาดอนุภาคผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนลดลง แต่ขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่บดไม่มีผลต่ออุณหภูมิหลอมเหลว และอุณหภูมิการเกิดผลึกของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง
8. เมื่อเพิ่มปริมาณของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนปริมาณผลึกของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงลดลง แต่ขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่บดไม่มีผลต่อปริมาณผลึก

เอกสารอ้างอิง

1. S. Sahebian, S. M. Zebarjad, J. V. Khaki, S. A. Sajjad (2009). *The effect of nano - sized calcium carbonate on thermodynamic parameters of HDPE*, **J. Mater. Process. Technol.** **209**: 1310-1317.
2. S. -Y. Fu, X. -Q. Feng, B. Lauke, Y. -W. Mai. (2008). *Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate-polymer composites*. **Composite Part B.** **39**: 933-961.
3. Z. Bartczak, A. S. Argon, R. E. Cohen, M. Weinberg. (1999). *Toughness mechanism in semi-crystalline polymer blends: II. High-density polyethylene toughened with calcium carbonate filler particles*. **Polymer** **40**: 2347-2365.
4. J. Suwanprateeb. (2000). *Calcium carbonate filled polyethylene: correlation of hardness and yield stress*. **Composite. Part A.** **31**: 353-359.
5. J. Suwanprateeb, S. Tiemprateeb, S. Kangwantrakool, K. Hemachandra. (1998). *The role of filler volume fraction in the strain - rate dependence of calcium carbonate - reinforced polyethylene*. **J. App. Polym. Sci.** **70**: 1717-1724.
6. P. Pakdeechote, N. Suppakarn, Y. Ruksakulpiwat, W. Sutapun. (2010). *Rheological, mechanical and morphological properties of eggshell powder (esp.) filled high density polyethylene (HDPE)*. Paper presented at **The Sixth Thailand Materials Science and Technology Conference (MSAT-6)**. Bangkok.
7. M. A. Osman, A. Atallah, T. Schweizer, H. C. Ottinger. (2004). *Particle - particle and particle-matrix interactions in calcite filled high-density polyethylene steady shear*. **J. Rheol.** **48**: 1167-1184.
8. W. C. J Zuiderduin, C. Westzaan, J. Huétink, R. J. Gaymans. (2003). *Toughening of polypropylene with calcium carbonate particles*. **Polymer** **44**: 261-275.

บทที่ 4

การศึกษาการย่อยสลายทางชีวภาพและสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ผสมระหว่าง พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

4.1 ระเบียบวิธีวิจัย

- เตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในอัตราส่วนผสมร้อยละ 20 – 50 โดยน้ำหนัก
- ตรวจสอบและทดสอบสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ สมบัติการไหล สมบัติทางกล อุณหภูมิการเชื่อมสลาย อุณหภูมิการหลอมเหลวและการเกิดผลึก ปริมาณผลึก ปริมาณการดูดน้ำและการย่อยสลายทางชีวภาพ รวมถึงการตรวจสอบสัณฐานวิทยา

4.2 วัสดุดิบ

- พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (High density polyethylene (HDPE), EL - Lene™ H5814J)
- พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (poly (butylene succinate) (PBS), GS Pla AZ91TN)

4.3 วิธีการทดลอง

4.3.1 การเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เตรียมขึ้นที่อัตราส่วนของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 – 50 โดยน้ำหนัก โดยใช้เครื่องผสมภายใน (internal mixer, HAKKE model Rheomix 3000p) ที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบ 70 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที ขึ้นทดสอบพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดเข้าแบบ (injection molding machine, Chuan Lih Fa model CLF80T) ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบสกรู 130 รอบต่อนาที ความเร็วการฉีด 47 มิลลิเมตรต่อวินาที ความดัน 617 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร อุณหภูมิแม่พิมพ์ 30 องศาเซลเซียส และเวลาในการหล่อเย็น 20 วินาที

4.3.2 การตรวจสอบและการทดสอบสมบัติทางกายภาพ

ตรวจสอบดัชนีการไหล (Melt Flow Index, MFI) ตามมาตรฐาน ASTM D1238 โดยใช้เครื่องวัดดัชนีการไหล (melt flow indexer, Kayeness model D4004HV) ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส และน้ำหนักกด 2.16 กิโลกรัม

ตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาเฟส (phase morphology) โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope (SEM), JEOL model JSM 6010LV) ที่ศักย์ไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ หักชิ้นตัวอย่างของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสม ในทิศทางการไหล (flow direction) ของพอลิเมอร์หลอมเข้าแม่พิมพ์ในกระบวนการฉีด ภายใต้ไนโตรเจนเหลว ชิ้นตัวอย่างจะเคลือบด้วยทองเพื่อเพิ่มความแตกต่างระหว่างเฟสมืดและเฟสสว่าง (phase contrast) โดยใช้อุปกรณ์สปีตเตอร์ไอออนที่กระแส 10 มิลลิแอมแปร์ เป็นเวลา 9 นาที

ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน (Thermogravimetric Analyzer (TGA), TA Instrument model SDT 2960) โดยให้ความร้อนในอัตราเร็วคงที่ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน จากอุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส จนถึง 800 องศาเซลเซียส

ตรวจสอบอุณหภูมิการหลอมเหลว (T_m) อุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) และปริมาณผลึก ตามมาตรฐาน ASTM D3417 ด้วยเครื่องวิเคราะห์พลังงานภายใต้ความร้อน (Differential Scanning Calorimeter (DSC), Perkin Elmer model UNIX DSC-7) ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน ในกระบวนการให้ความร้อนครั้งแรก (first heating scan) อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จากอุณหภูมิห้องจนถึง 200 องศาเซลเซียส และคงอุณหภูมิไว้ที่ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที แล้วจึงลดอุณหภูมิ (first cooling scan) ลงมาที่ 30 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราเร็วคงที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วจึงให้ความร้อนครั้งที่สอง (second heating scan) ด้วยอัตราเร็ว 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จากอุณหภูมิห้องจนถึง 200 องศาเซลเซียส วิเคราะห์หาอุณหภูมิการหลอมเหลวและอุณหภูมิการเกิดผลึกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ตามมาตรฐาน ASTM D3417 ปริมาณผลึก (X_c) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต คำนวณได้จาก สมการ (4.1):

$$X_c(\%) = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^*} w_f \times 100 \quad (4.1)$$

ΔH_f = เอนทาลปีของการหลอมเหลว (enthalpy of fusion) ของตัวอย่าง

ΔH_f^* = เอนทาลปีของการหลอมเหลวของพอลิเมอร์ที่มีปริมาณผลึกร้อยละ 100 (พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่มีปริมาณผลึกร้อยละ 100 เท่ากับ 292.6 จูลต่อกรัม [1] พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่มีปริมาณผลึกร้อยละ 100 เท่ากับ 110.3 จูลต่อกรัม [2])

w_f = สัดส่วนน้ำหนัก (weight fraction) ของพอลิเมอร์เมทริกซ์หรือพอลิเมอร์เฟสกระจาย (dispersed phase)

ตรวจสอบปริมาณการดูดน้ำของชั้นตัวอย่าง โดยการแช่ชั้นตัวอย่างในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นทำการชั่งน้ำหนักชั้นตัวอย่างจนกระทั่งน้ำหนักของชั้นตัวอย่างเข้าสู่สมดุล ทำการคำนวณน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นในระหว่างการทดสอบปริมาณการดูดน้ำ โดยใช้สมการ (4.2)

$$\text{น้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (\%)} = \frac{\text{น้ำหนักหลังการแช่ในน้ำกลั่น} - \text{น้ำหนักเริ่มต้น}}{\text{น้ำหนักเริ่มต้น}} \times 100 \quad (4.2)$$

ตรวจสอบการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนทและพอลิเมอร์ผสม โดยการฝังชั้นตัวอย่างในดินธรรมชาติ และวัดน้ำหนักที่ลดลงของชั้นตัวอย่างหลังจากการฝังดิน ขนาดของชั้นตัวอย่างคือ ยาว 63.5 มิลลิเมตร กว้าง 13 มิลลิเมตร หนา 3.3 มิลลิเมตรทำการฝังชั้นตัวอย่างในแนวนอน ที่ระยะความลึกของดิน 10 เซนติเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.1 จากนั้นทำการรดน้ำพื้นที่บริเวณทำการฝังชั้นทดสอบทุกวันในตอนเช้าและเย็น ที่ระยะเวลาในการฝัง 4 เดือน [3]



รูปที่ 4.1 ลักษณะการจัดเรียงชั้นตัวอย่างสำหรับการทดสอบความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพด้วยการฝังดิน

หลังจากระยะเวลาของการทดสอบฝังดินเป็นเวลา 30 45 60 75 100 และ 120 วัน จะชั่งชั้นตัวอย่างออกมาทำความสะอาดและอบในเตาอบ จากนั้นทำการชั่งน้ำหนักชั้นตัวอย่างด้วยเครื่องชั่งอิเล็กทรอนิกส์ 4 ตำแหน่ง คำนวณการลดลงของน้ำหนักโดยใช้สมการ (4.3)

$$\text{น้ำหนักที่ลดลง (\%)} = \frac{\text{น้ำหนักเริ่มต้นของชั้นตัวอย่าง} - \text{น้ำหนักหลังการฝังชั้นตัวอย่าง}}{\text{น้ำหนักเริ่มต้นของชั้นตัวอย่าง}} \times 100 \quad (4.3)$$

ทดสอบความทนต่อแรงดึง (tensile test) ตามมาตรฐาน ASTM D638 โดยใช้เครื่อง Universal Testing Machine (UTM, Instron model 5565) เซลล์วัดแรง (load cell) 5 กิโลนิวตัน, และ อัตราเร็วของการดึง (cross head speed) 10 มิลลิเมตรต่อนาที

ทดสอบความทนต่อแรงตัดโดยใช้เครื่อง Universal testing machine (Instron model 5565) ตามมาตรฐาน ASTM D790 อัตราเร็วของการทดสอบ 14 มิลลิเมตรต่อนาที ภายใต้อัตราเร็วแรงขนาด 5 กิโลนิวตัน และ ระยะระหว่างจุดค้ำยัน (span length) เท่ากับ 53 มิลลิเมตร

ทดสอบความทนต่อแรงกระแทกของชิ้นทดสอบที่ไม่มีรอยบากแบบ Izod (unnotched Izod specimen) ตามมาตรฐาน ASTM D256 โดยใช้เครื่องทดสอบความทนต่อแรงกระแทก (impact tester, Atlas model BPI) และใช้ค้อนตีขนาด 5.4 จูล



4.4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

4.4.1 สมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

4.4.1.1 สมบัติการไหล (Flow Properties)

ดัชนีการไหล (MFI) ณ อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 20 – 50 โดยน้ำหนัก แสดงไว้ในตารางที่ 4.1 พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีดัชนีการไหลน้อยกว่าพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และดัชนีการไหลของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มขึ้น ตามปริมาณของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

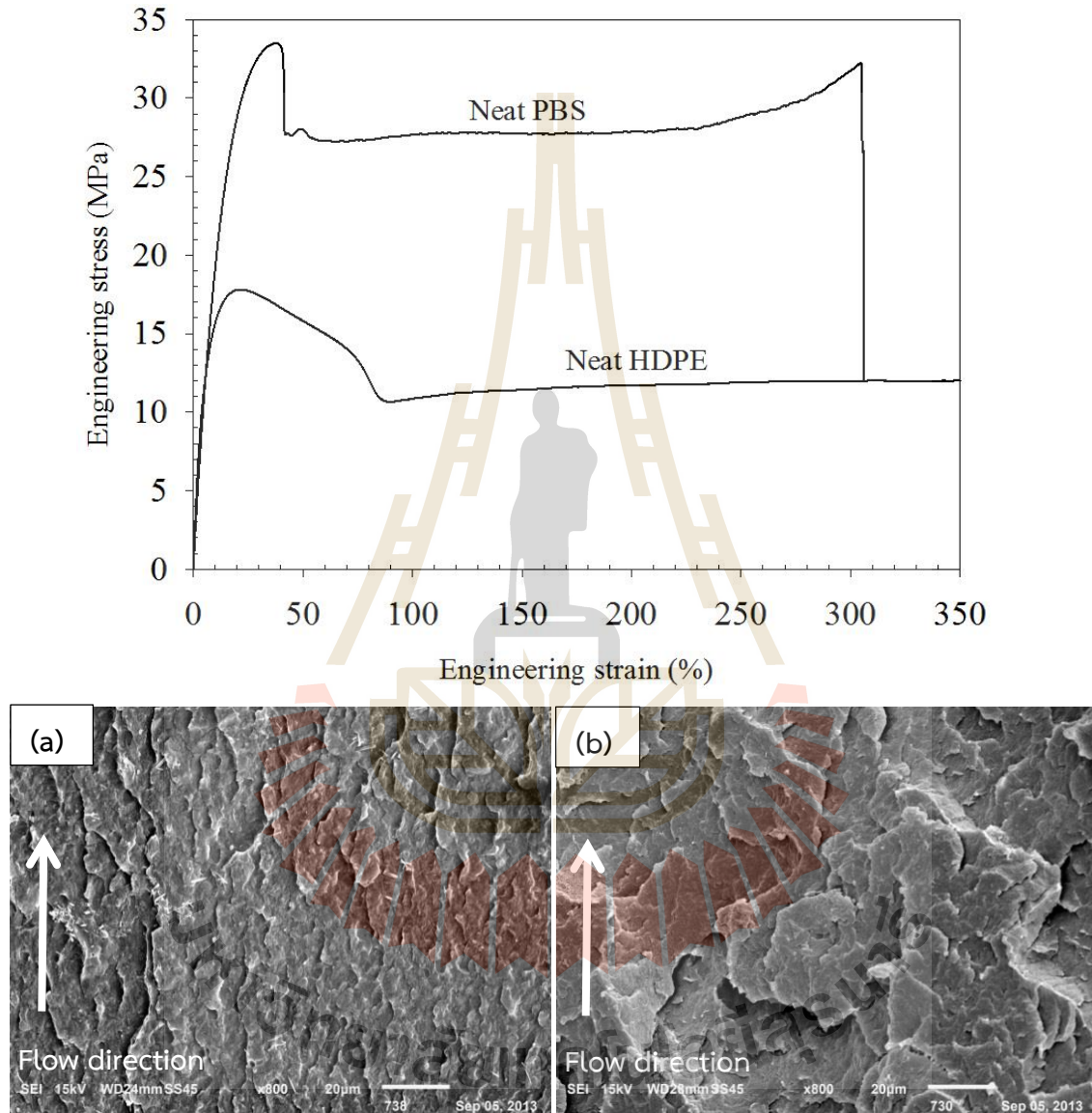
ตารางที่ 4.1 ดัชนีการไหล (melt flow index) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก

| HDPE/PBS Ratio (wt.%) | Melt Flow Index (180°C, g/10 min) |
|--------------------------|--------------------------------------|
| 100/0 | 11.6 |
| 20/80 | 12.0 |
| 30/70 | 13.8 |
| 40/60 | 15.3 |
| 50/50 | 18.5 |
| 0/100 | 26.1 |

4.4.1.2 พฤติกรรมความเค้น - ความเครียด (Stress-Strain Behavior) และลักษณะสัณฐานวิทยาเฟส (Phase Morphology)

กราฟระหว่างความเค้นและความเครียดภายใต้แรงดึงของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต แสดงในรูปที่ 4.2 กราฟระหว่างความเค้นและความเครียดแสดงให้เห็นชัดเจนว่า พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง แสดงจุดครากและ cold drawing และไม่เกิดการแตกหักภายใต้ขีดจำกัดของเครื่องมือทดสอบที่ร้อยละการยืดตัว 800 นอกจากนี้ ลักษณะสัณฐานของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง เผยให้เห็นลักษณะพื้นผิวการแตกหักแบบผิวหยาบและมีลักษณะเป็นกลุ่มก้อน ดังแสดงในรูปที่ 4.2 (a) ซึ่งเป็นลักษณะการแตกหักแบบเหนียว โดยที่พฤติกรรมการแตกหักแบบเหนียวนี้สอดคล้องกับลักษณะของกราฟระหว่างความเค้นและความเครียดภายใต้แรงดึง [4]

กราฟระหว่างความเค้นและความเครียด จะให้เห็นว่าพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต แสดงจุดคราก cold drawing และ strain hardening ก่อนที่ชั้นทดสอบจะแตกหัก ที่ร้อยละการยืดตัว 313 สัณฐานวิทยาของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ดังแสดงในรูป 4.2 (b) ลักษณะพื้นผิวแตกหักของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่หายาบบและเป็นกลุ่มก้อน ซึ่งลักษณะพื้นผิวการแตกหักแบบนี้ยืนยันว่า พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเกิดการแตกหักแบบเหนียว อย่างไรก็ตาม พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตแตกหักที่ความเครียดต่ำกว่าของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง



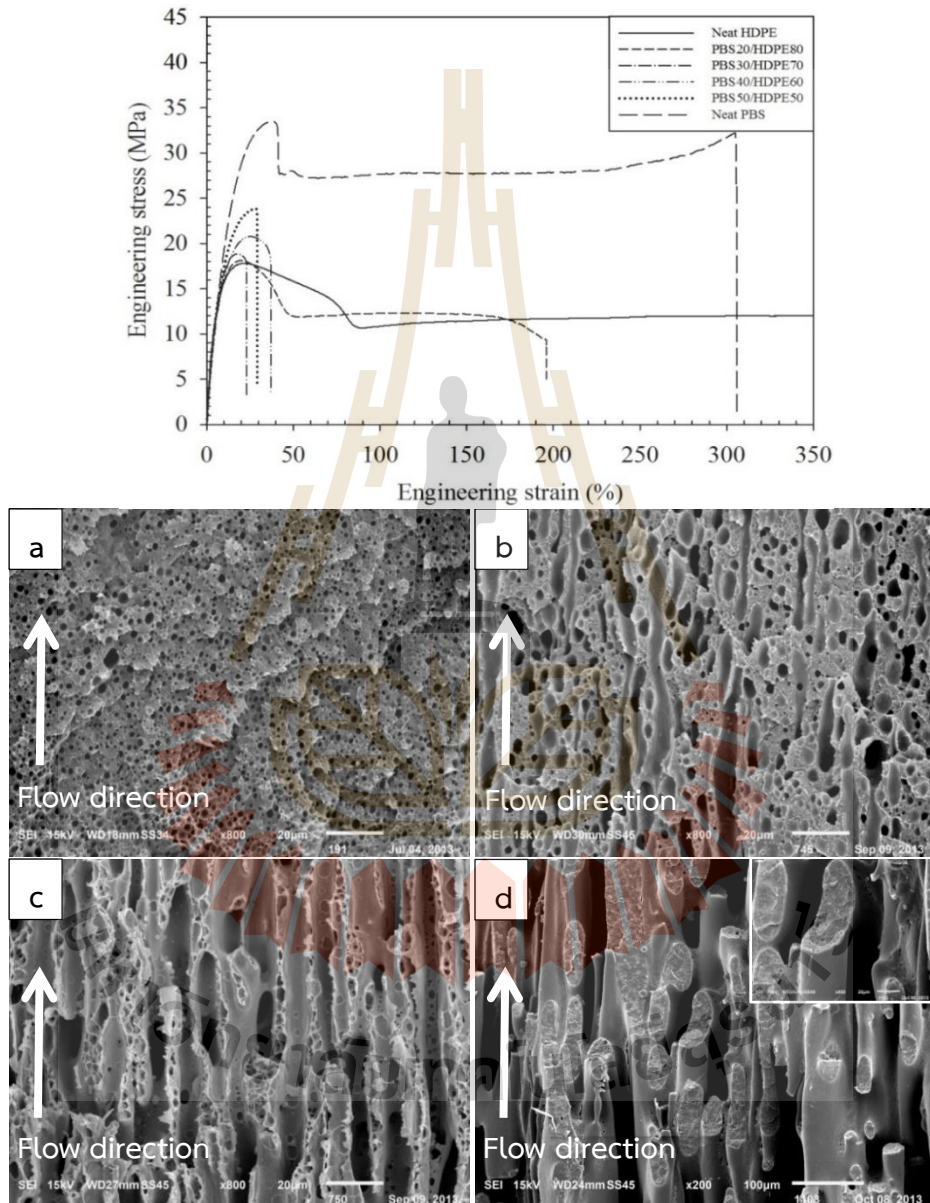
รูปที่ 4.2 กราฟระหว่างความเค้นดึง (tensile stress) และร้อยละการยืดออก (elongation) และลักษณะสัณฐานวิทยา ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (a) และ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (b)

พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่มีพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก จะเกิดการแตกหักแบบเหนียว ซึ่งร้อยละการยึดตัว ณ จุดขาด เท่ากับ 200 ดังแสดงในกราฟระหว่างความเค้นและร้อยละการยึดตัวในรูปที่ 4.3 อย่างไรก็ตามความเหนียวของพอลิเมอร์ผสมยังคงน้อยกว่าของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ลักษณะพื้นผิวแตกหักของพอลิเมอร์ผสม ที่มีพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แสดงให้เห็นว่าเฟสกระจาย (disperse phase) ที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ซึ่งการแยกเฟสของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต นั้นเกิดจากแรงตึงผิวระหว่างผิวสัมผัส (interfacial tension) ที่สูงระหว่างเฟสพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางในช่วงน้อยกว่า 1 ไมโครเมตร ถึง 4 ไมโครเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.3 (a)

กราฟระหว่างความเค้นและความเครียด ในรูปที่ 4.3 แสดงให้เห็นว่า เมื่อปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีความเปราะเพิ่มขึ้น โดยที่พอลิเมอร์ผสมเกิดการแตกหักที่ร้อยละการยึดตัวเท่ากับ 24 ลักษณะพื้นผิวแตกหักในรูปที่ 4.3 (b) แสดงให้เห็นว่าเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่กระจายตัวในเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง มีขนาดใหญ่ ซึ่งรูปร่างหลายลักษณะ คือ ลักษณะที่เป็นทรงกลม ลักษณะทรงกระบอกในลักษณะที่คล้ายตัวหนอน โดยที่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยประมาณของทั้งสองรูปทรงอยู่ในช่วงน้อยกว่า 1 ไมโครเมตร ถึง 9 ไมโครเมตร ขนาดที่เพิ่มขึ้นของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เป็นผลจากปริมาณของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เพิ่มขึ้น ปริมาณที่เพิ่มขึ้นของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ทำให้อนุภาคเฟสกระจายเกิดการชนกันมากขึ้น และบางส่วนเกิดการรวมตัวกันกลายเป็นเฟสกระจายที่มีอนุภาคขนาดใหญ่ขึ้น แรงเฉือนที่เกิดขึ้นในระหว่างกระบวนการฉีดขึ้นรูปมีผลทำให้อนุภาคเฟสกระจายพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเกิดการเสีรูปร่างในทิศทางการไหล ทำให้อนุภาคเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีรูปร่างคล้ายตัวหนอน

กราฟระหว่างความเค้นและความเครียด ในรูปที่ 4.3 แสดงให้เห็นว่า พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่มีพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในปริมาณร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก เกิดการแตกหักที่ร้อยละการยึดตัวเท่ากับ 40 จากลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวแตกหักของพอลิเมอร์ผสม แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มปริมาณเฟสกระจายพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เป็นร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก นำไปสู่รูปร่างของเฟสกระจายแบบเส้นใย โดยที่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูปทรงเส้นใยอยู่ในช่วง 4 ไมโครเมตร ถึง 9 ไมโครเมตร การเกิดเส้นใยสามารถเกิดได้จากการที่อนุภาคเฟสกระจายถูกยึดออกในทิศทางการไหล เนื่องจากแรงเฉือนในระหว่างกระบวนการฉีดเข้าแม่พิมพ์ [5] และลักษณะสัณฐานวิทยาแบบเส้นใยมักเกิดขึ้นเมื่อปริมาณของเฟสกระจายตัวมากขึ้น [6, 7] นอกจากเฟสกระจายที่มีรูปร่างแบบเส้นใยแล้วพอลิเมอร์ผสมที่มีพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในปริมาณร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก เริ่มปรากฏลักษณะสัณฐานวิทยาแบบเฟสต่อเนื่องร่วม (co-continuous phase morphology) ดังแสดงในรูปที่ 4.3 (c)

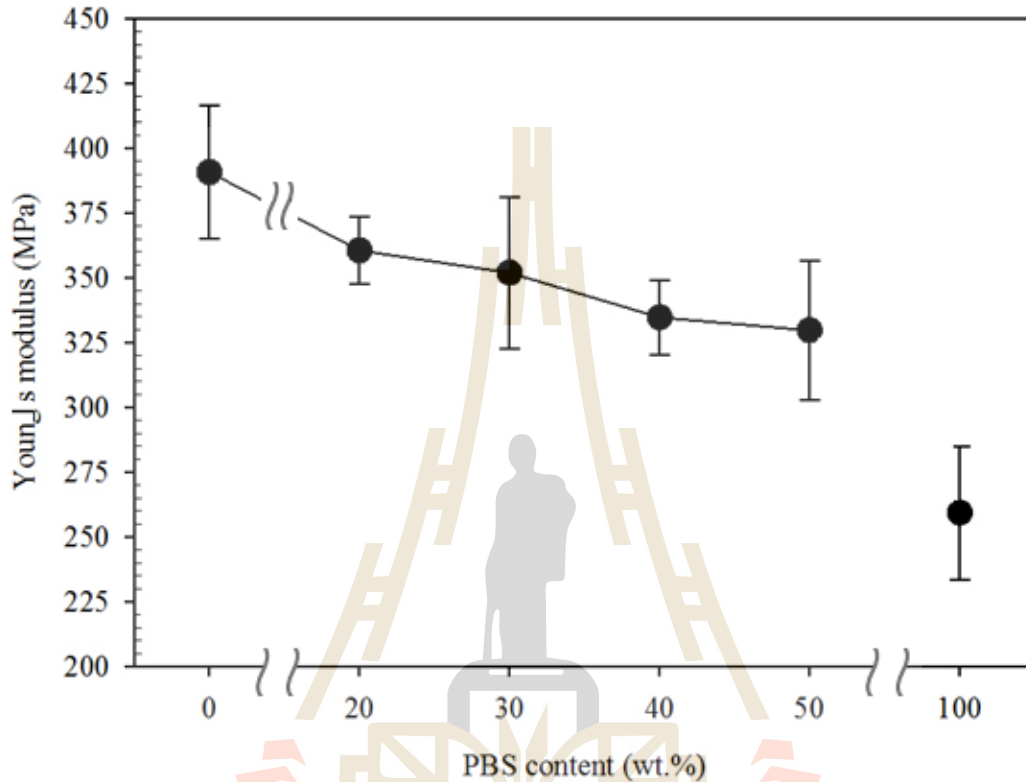
เมื่อพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก พอลิเมอร์ผสมเกิดการแตกหักที่ร้อยละการยืดตัว 29 ดังแสดงในรูป 4.3 ลักษณะสัญญาณเป็นเฟสแบบต่อเนื่องร่วมอย่างชัดเจน ดังแสดงในรูปที่ 4.3 (d) ซึ่งโดยทั่วไปแล้วโครงสร้างสัญญาณแบบเฟสต่อเนื่องร่วมจะเกิดขึ้นเมื่อสัดส่วนของสององค์ประกอบในพอลิเมอร์ผสมมีปริมาณเท่ากัน [8] และจากงานวิจัยของ Tsai และ Chang [9] พบว่าพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิโพรพิลีน ในอัตราส่วนผสม 50:50 โดยน้ำหนัก มีลักษณะสัญญาณวิทยาแบบต่อเนื่องร่วมเช่นเดียวกัน



รูปที่ 4.3 กราฟระหว่างความเค้นและร้อยละการยืดตัว และลักษณะสัญญาณวิทยาของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 (a) 30 (b) 40 (c) และ 50 (d) โดยน้ำหนัก

4.4.1.3 สมบัติความทนต่อแรงดึง (Tensile Properties)

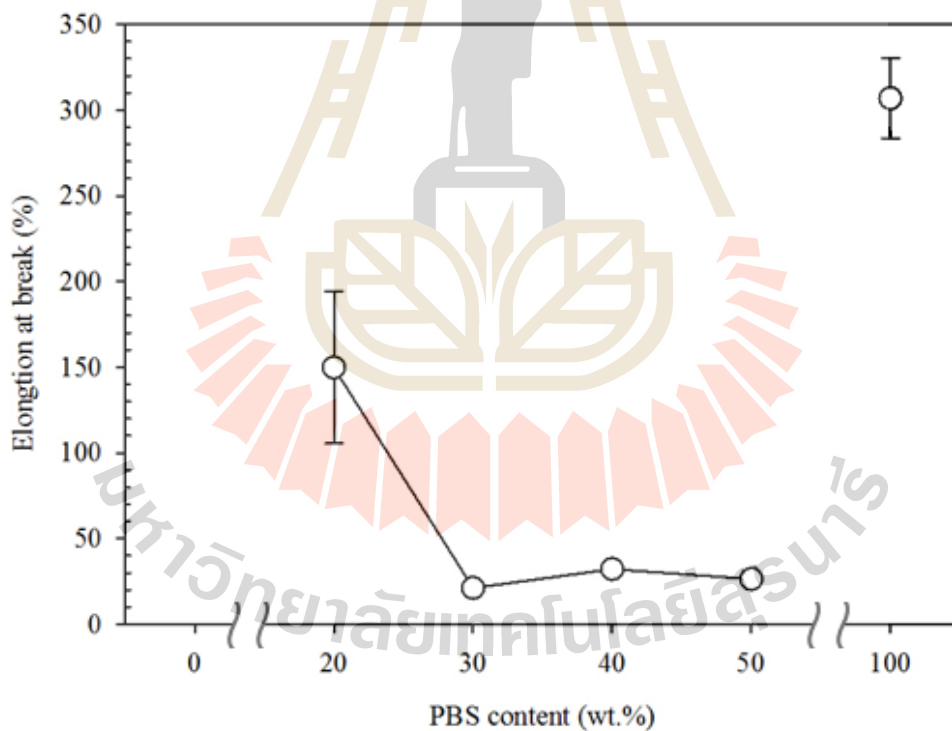
มอดูลัสของยังก์ (Young's modulus) ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต แสดงในรูปที่ 4.4 มอดูลัสของยังก์ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีค่าสูงกว่าของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต การผสมพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตลงในเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงทำให้มอดูลัสของยังก์ของพอลิเมอร์ผสมลดลง และมีค่าลดลงเมื่อปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.4 กราฟระหว่างมอดูลัสของยังก์ (Young's modulus) และ ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

ร้อยละการยึดตัว ณ จุดขาดของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต แสดงในรูปที่ 4.5 การเติมพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ลงในเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ทำให้ร้อยละการยึดตัว ณ จุดขาดของพอลิเมอร์ผสมลดลง เป็นผลจากสัณฐานวิทยาแบบไม่เข้ากันของพอลิเมอร์ผสม ซึ่งจะมีช่องว่างขนาดจุลภาคเกิดขึ้นระหว่างเฟสของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและเฟสของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ภายใต้แรงดึงจะทำให้ช่องว่างนี้เกิดการขยายออกอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งขึ้นทดสอบเกิดการแตกหักในที่สุด ร้อยละการยึดตัวก่อนขาดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง มากกว่า 800 ซึ่งเกินขีดจำกัดของเครื่องมือทดสอบ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง จึงไม่แตกหักภายใต้สภาวะการทดสอบแรงดึงด้วยอัตราการดึง 10 มิลลิเมตรต่อนาที

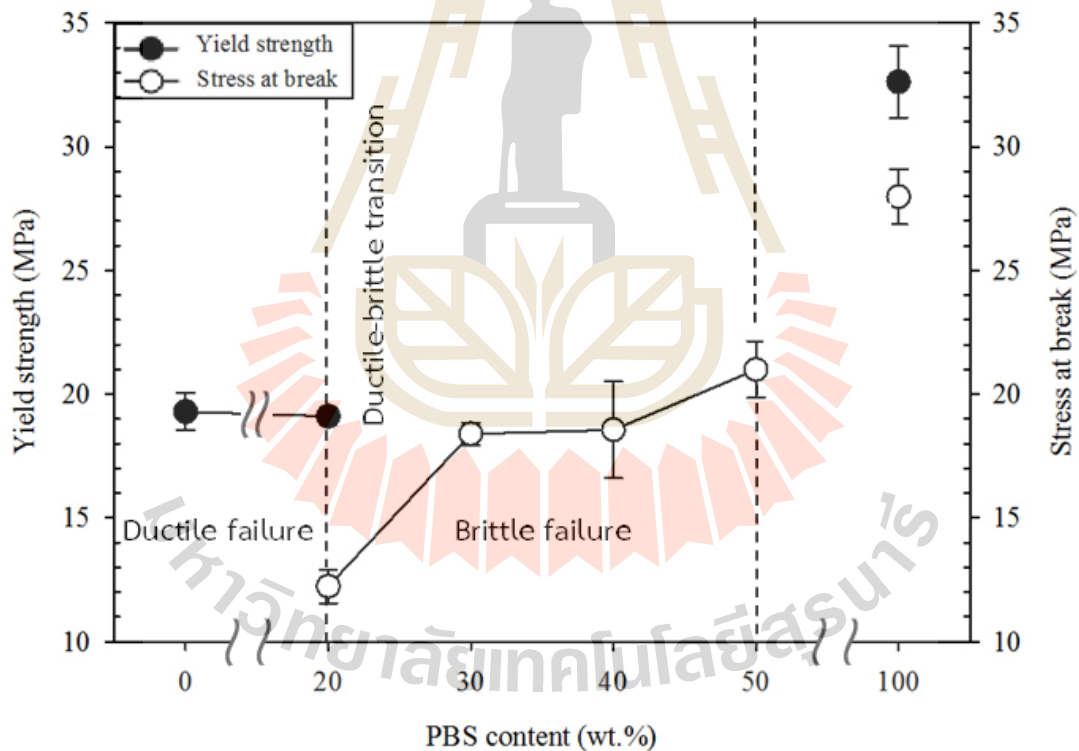
เมื่อปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ร้อยละการยืดตัว ณ จุดขาดยังคงลดลง ซึ่งเป็นผลจากขนาดเฟสกระจายพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นและมีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ ทั้งนี้เมื่ออนุภาคของเฟสกระจายมีขนาดใหญ่ขึ้น จะทำให้ความไม่เข้ากันระหว่างเฟสของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง มีมากขึ้น นำไปสู่การแตกหักของชิ้นงาน อย่างไรก็ตาม ร้อยละการยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่มีปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 40 และ 50 โดยน้ำหนัก ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเมอร์ผสมที่มีปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ซึ่งสอดคล้องกับลักษณะสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสมพอลิเมอร์ผสมที่มีปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก มีสัณฐานวิทยาของเฟสกระจายเป็นแบบเส้นใย และ พอลิเมอร์ผสมที่มีปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก ที่มีสัณฐานวิทยาแบบต่อเนื่องร่วม ค่าร้อยละการยืดตัว ณ จุดขาดไม่ลดลง ผลการทดลองนี้สอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมาของ Pietrasanta et al. [10] ที่พบว่า พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (poly (ethylene terephthalate), PET) ที่มีพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต ในปริมาณร้อยละ 10 - 20 โดยน้ำหนัก มีผลทำให้ร้อยละการยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเมอร์ผสมลดลงอย่างมาก ในขณะที่พอลิเมอร์ผสมที่มีปริมาณพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต ในปริมาณร้อยละ 40 - 60 โดยน้ำหนัก ที่มีสัณฐานวิทยาแบบต่อเนื่องร่วม ไม่มีผลทำให้ร้อยละการยืดตัว ณ จุดขาดลดลง



รูปที่ 4.5 กราฟระหว่างร้อยละการยืดตัว ณ จุดขาดและปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ในพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดครากของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสม ดังในรูปที่ 4.6 แสดงให้เห็นว่าความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดครากของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีค่ามากกว่าพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดครากของพอลิเมอร์ผสมที่มีพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญกับของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง อย่างไรก็ตามพอลิเมอร์ผสมที่มีพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในปริมาณร้อยละ 30 - 50 โดยน้ำหนัก เกิดการล้มเหลวแบบเปราะซึ่งไม่แสดงจุดครากก่อนการแตกหัก โดยที่การเปลี่ยนแปลงจากความล้มเหลวแบบเหนียวไปเป็นความล้มเหลวแบบเปราะ เกิดขึ้นเมื่อปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตของพอลิเมอร์ผสมอยู่ในช่วงร้อยละ 20 - 30 โดยน้ำหนัก

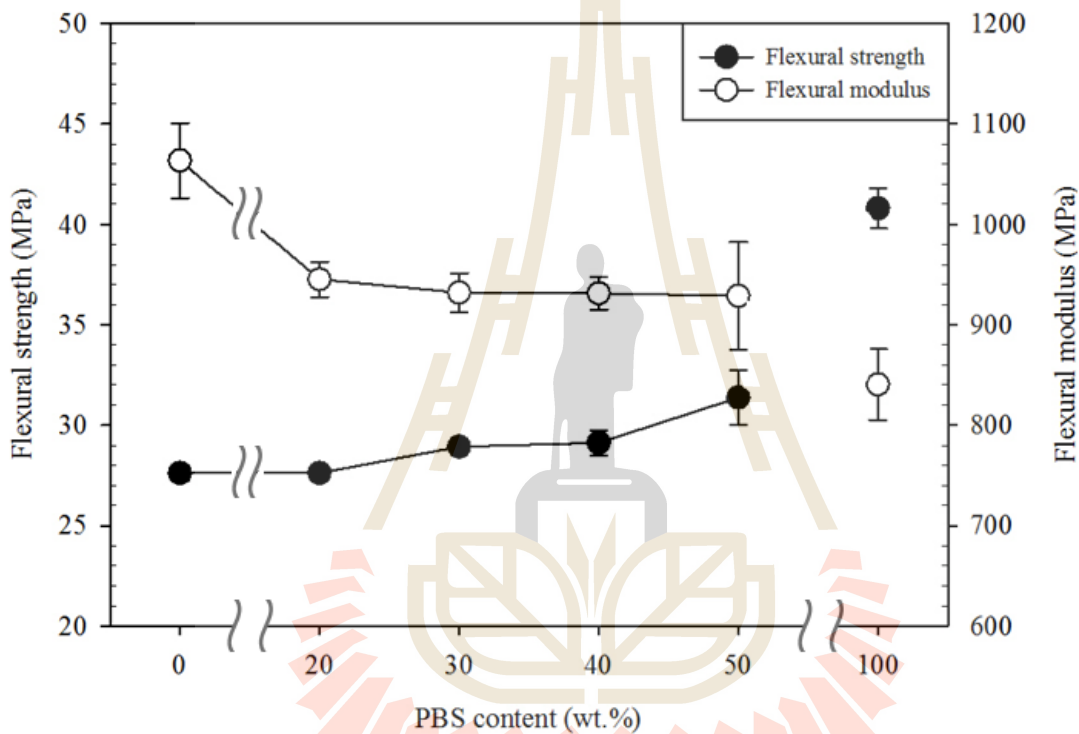
ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเท่ากับ 28 เมกะปาสคาล และความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.6 ผลการทดลองนี้สอดคล้องกับรายงานการวิจัยก่อนหน้านี้ ซึ่งมีการรายงานว่าความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิเอทิลีนเทรฟทาเลตเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณพอลิเอทิลีนเทรฟทาเลตเพิ่มขึ้น [11]



รูปที่ 4.6 กราฟระหว่าง ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก (yield strength) และความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด (stress at break) และปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

4.4.1.4 สมบัติความทนต่อแรงดัด (Flexural Properties)

มอดุลัสแรงดัด (flexural modulus) และความทนทานต่อแรงดัด (flexural strength) ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต แสดงในรูปที่ 4.7 ความทนทานต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีค่าน้อยกว่าความทนทานต่อแรงดัดของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต การเติมพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตลงในเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง มีผลทำให้ความทนทานต่อแรงดัดของพอลิเมอร์ผสมเพิ่มขึ้นเล็กน้อยตามปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เพิ่มขึ้น สำหรับมอดุลัสแรงดัด พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีมอดุลัสแรงดัดสูงกว่ามอดุลัสแรงดัดของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต การเติมพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตลงในเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ทำให้มอดุลัสแรงดัดของพอลิเมอร์ผสมลดลง อย่างไรก็ตาม การเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตไม่มีผลต่อการเพิ่มขึ้นของมอดุลัสแรงดัดของพอลิเมอร์ผสม

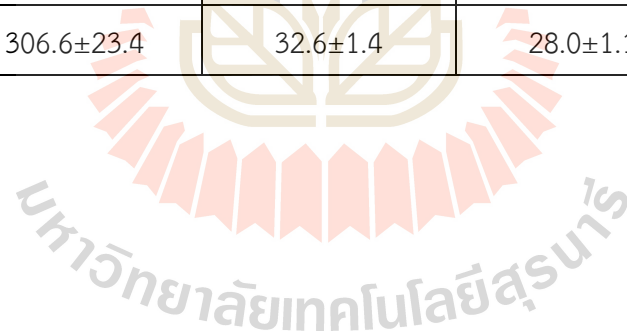


รูปที่ 4.7 กราฟระหว่างมอดุลัสแรงดัด (flexural modulus) และความทนทานต่อแรงดัด (flexural strength) และ ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

มอดุลัสของยังก์ ร้อยละการยืดออก ณ จุดขาด ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด มอดุลัสแรงดัด และความทนทานต่อแรงดัด ได้สรุปไว้ในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 มอดูลัสของยังก์ ร้อยละการยืดออก ณ จุดขาด ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด มอดูลัสแรงดัด และความทนทานต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซีคซีเนต ในปริมาณพอลิบิวทิลีนซีคซีเนตร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก

| Materials (wt.%) | Young's Modulus (MPa) | Elongation at Break (%) | Yield Strength (MPa) | Tensile Stress at Break (MPa) | Flexural Modulus (MPa) | Flexural Strength (MPa) |
|------------------|-----------------------|-------------------------|----------------------|-------------------------------|------------------------|-------------------------|
| neat HDPE | 390.7±25.7 | >800 | 19.3±0.8 | not break | 1063.5±37.5 | 27.6±0.4 |
| 20PBS/80HDPE | 360.5±12.9 | 149.7±44.4 | 19.1±0.1 | 12.2±0.7 | 945.1±17.5 | 27.6±0.3 |
| 30PBS/70HDPE | 359.1±29.1 | 21.1±1.8 | brittle failure | 18.4±0.5 | 931.9±19.5.4 | 28.9±0.3 |
| 40PBS/60HDPE | 334.7±14.5 | 32.2±2.1 | brittle failure | 18.6±1.9 | 931.3±16.0 | 29.1±0.6 |
| 50PBS/50HDPE | 329.7±26.9 | 26.4±2.6 | brittle failure | 21.0±1.1 | 928.8±53.3 | 31.4±1.4 |
| neat PBS | 259.3±25.8 | 306.6±23.4 | 32.6±1.4 | 28.0±1.1 | 840.6±35.2 | 40.8±1.0 |

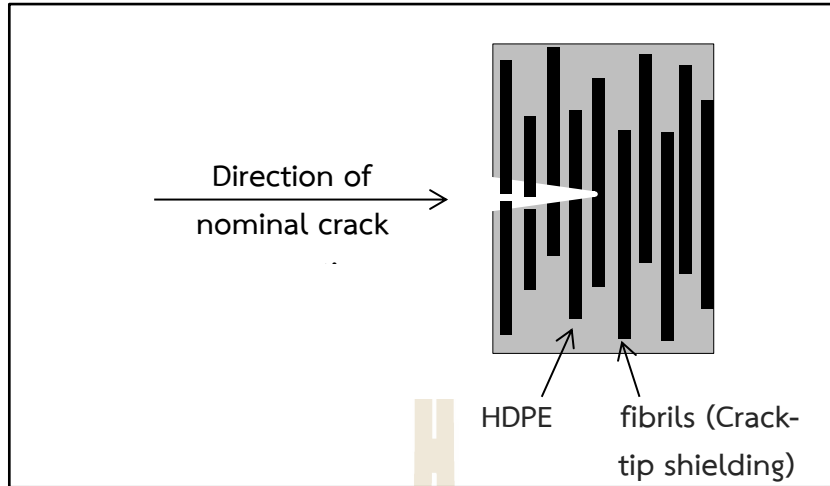


4.4.1.5 ความทนต่อแรงกระแทก (Impact Resistance)

ความทนทานต่อแรงกระแทก (impact strength) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต แสดงในตารางที่ 4.3 จะเห็นได้ว่า พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ไม่เกิดการแตกหักภายใต้สภาวะการทดสอบเนื่องจากเครื่องมือมีขีดจำกัดที่ 135 กิโลจูลต่อตารางเมตร จากผลการทดสอบแสดงให้เห็นว่าพอลิเมอร์ผสมที่มีพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 20 - 30 โดยน้ำหนัก ความทนทานต่อแรงกระแทก ลดลงอย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจากการขยายขนาดของช่องว่างระหว่างสองเฟสองค์ประกอบของพอลิเมอร์ผสมที่ไม่เข้ากัน และนำไปสู่การแตกหักภายใต้แรงกระแทก อย่างไรก็ตาม เมื่อปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 40 และ 50 โดยน้ำหนัก ความทนทานต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์ผสมเพิ่มขึ้น การเพิ่มขึ้นของความทนทานต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์ผสมที่มีปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเท่ากับร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก เป็นผลมาจากสัณฐานวิทยาแบบเส้นใยของพอลิเมอร์ผสม ซึ่งเฟสกระจายที่มีรูปร่างแบบเส้นใยจะทำหน้าที่เสมือนเป็นเกราะป้องกันการเกิดจุดเริ่มของการแตกหัก (crack initiation) [12] ดังแสดงในรูปที่ 4.8 สำหรับการเพิ่มขึ้นของความทนทานต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์ผสมที่มีปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก สอดคล้องกับลักษณะสัณฐานวิทยาแบบต่อเนื่องร่วมของพอลิเมอร์ผสม [8, 13].

ตารางที่ 4.3 ความทนทานต่อแรงกระแทก (impact strength) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก

| Materials | Impact Strength (kJ/m ²) |
|--------------|---|
| neat HDPE | >130 |
| 20PBS/80HDPE | 33.5±1.2 |
| 30PBS/70HDPE | 26.4±1.1 |
| 40PBS/60HDPE | 35.5±0.9 |
| 50PBS/50HDPE | >130 |
| neat PBS | >130 |

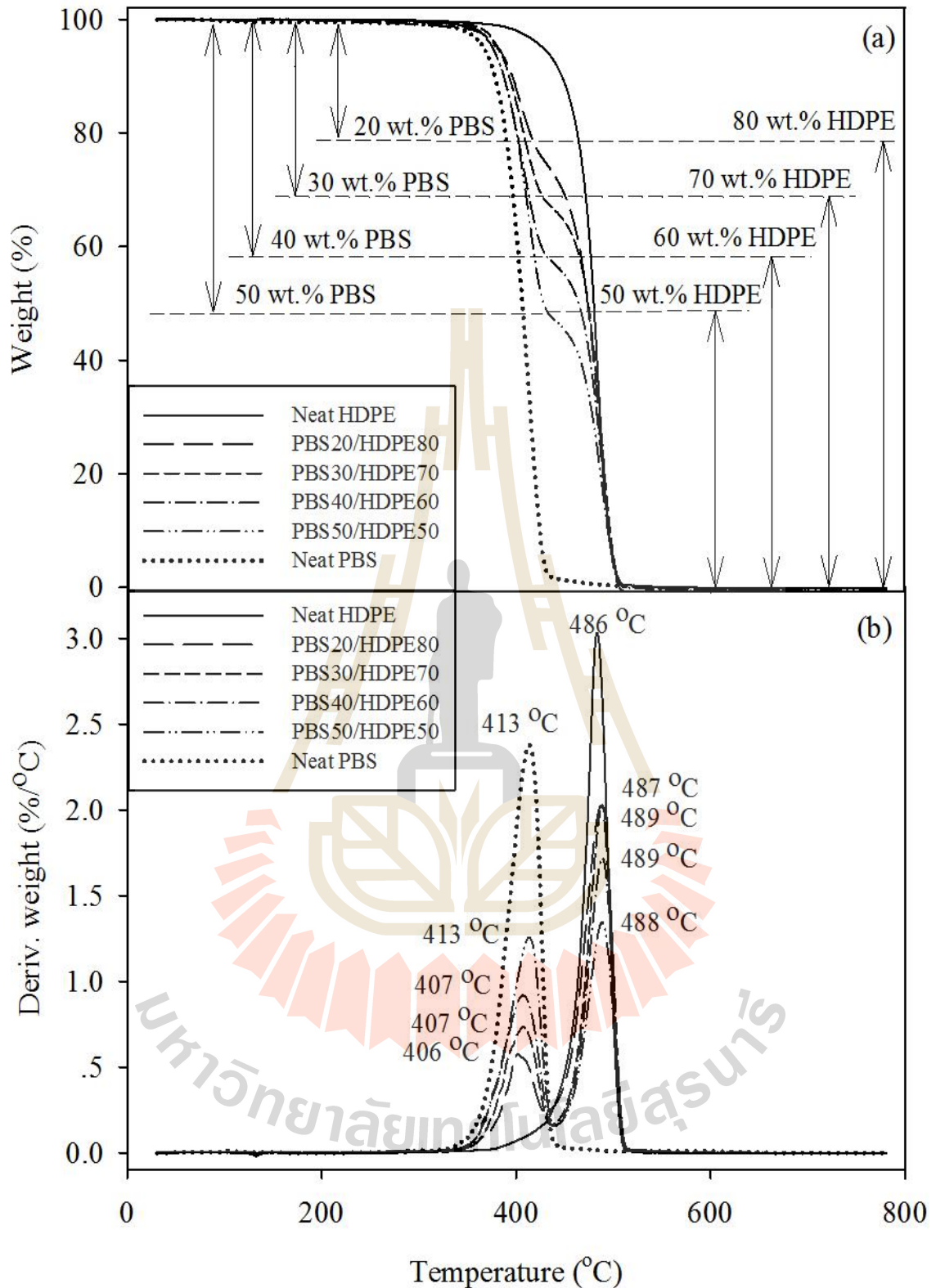


รูปที่ 4.8 แผนภาพแบบจำลองแสดงการเพิ่มความทนทานแรงกระแทกของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก ซึ่งสัณฐานวิทยาของเฟสกระจายมีรูปร่างแบบเส้นใย [11]

4.4.1.6 การเสื่อมสลายเนื่องจากความร้อน (Thermal Degradation)

กราฟ TGA และ DTGA ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง, พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต แสดงในรูปที่ 4.9 พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงแสดงทรานซิชันทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 423 - 506 องศาเซลเซียส และ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตแสดงทรานซิชันทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 350 - 433 องศาเซลเซียส พอลิเมอร์ผสมแสดงทรานซิชันทางความร้อนสองขั้น ทรานซิชันทางความร้อนขั้นแรก (the first transition) เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 413 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากการเสื่อมสลายทางความร้อน (thermal degradation) ของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ทรานซิชันทางความร้อนขั้นที่สอง (the second transition) เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 486 องศาเซลเซียส เนื่องมาจากการเสื่อมสลายทางความร้อนของเฟสพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง อุณหภูมิการเสื่อมสลายทางความร้อนของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในพอลิเมอร์ผสมจะน้อยกว่าของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต แต่อุณหภูมิการเสื่อมสลายทางความร้อนของเฟสพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง เมื่อปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มขึ้นจากร้อยละ 20 ถึง 50 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิการเสื่อมสลายทางความร้อนของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มขึ้นเล็กน้อยจาก 406 องศาเซลเซียส เป็น 413 องศาเซลเซียส อุณหภูมิการเสื่อมสลายทางความร้อนของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงไม่ขึ้นกับปริมาณของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ทั้งนี้กราฟ TGA แสดงให้เห็นว่าน้ำหนักที่หายไปจากการเสื่อมสลายของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงสอดคล้องกับร้อยละโดยน้ำหนักของเฟสองค์ประกอบในพอลิเมอร์ผสม

อุณหภูมิการเสื่อมสลายทางความร้อน และน้ำหนักที่สูญเสียไปจากการเสื่อมสลายได้สรุปไว้ในตารางที่ 4.4



รูปที่ 4.9 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และ พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่มีปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 4.4 อุณหภูมิการสลายตัว (T_{peak}) ช่วงอุณหภูมิการสลายตัว ($T_{d, range}$) และน้ำหนักที่สูญเสียไปจากการสลายตัวทางความร้อน (Weight loss) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมออร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่มีพอลิ-บิวทิลีนซัคซิเนตในปริมาณร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก

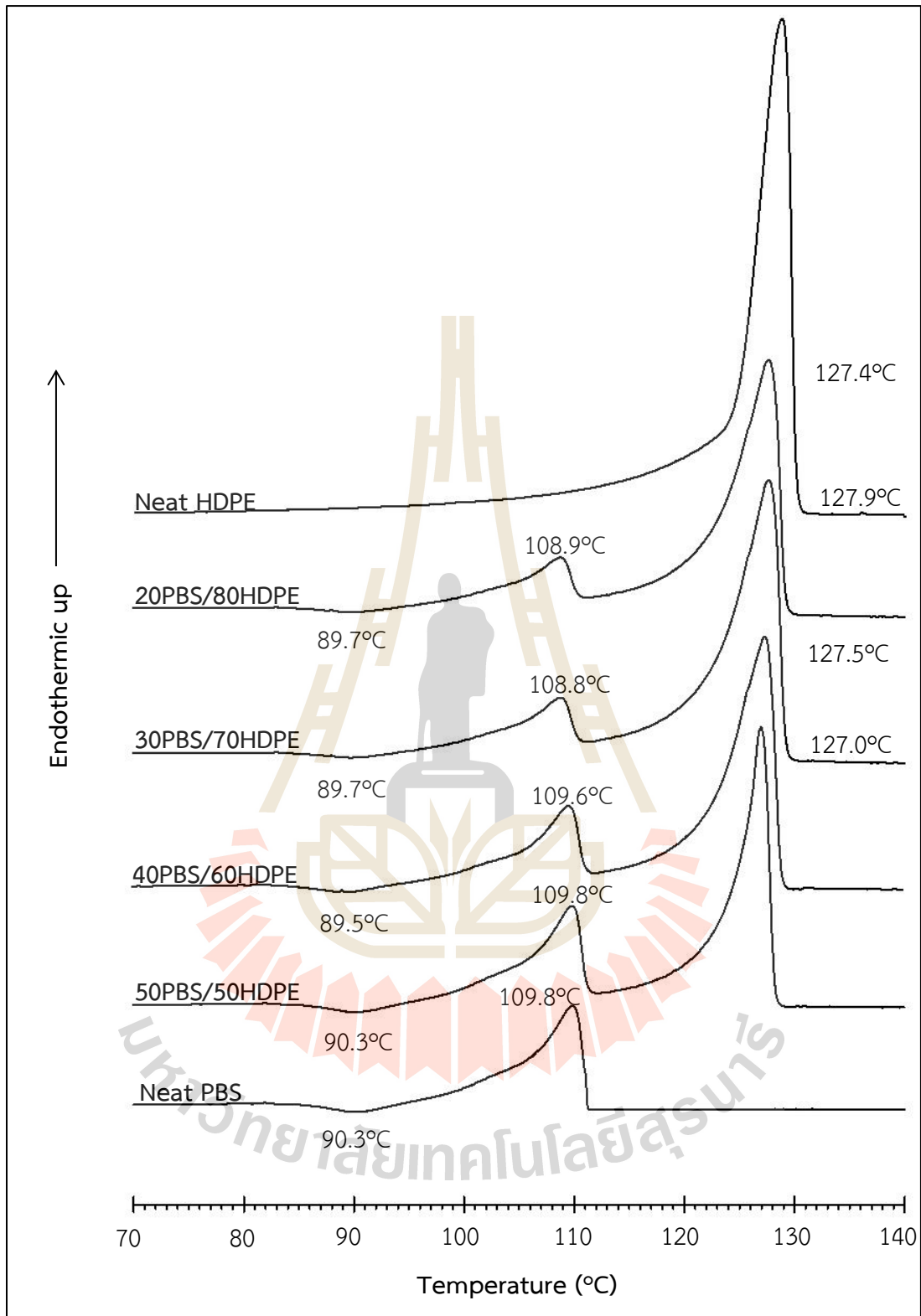
| Materials | HDPE Phase | | | PBS Phase | | |
|--------------|-----------------|-----------------|---------------------|-----------------|-----------------|---------------------|
| | T_{peak} (°C) | Weight Loss (%) | $T_{d, range}$ (°C) | T_{peak} (°C) | Weight Loss (%) | $T_{d, range}$ (°C) |
| neat HDPE | 486 | 100.0 | 423 - 506 | - | - | - |
| 20PBS/80HDPE | 487 | 79.6 | 423 - 508 | 406 | 19.9 | 352 - 430 |
| 30PBS/70HDPE | 489 | 69.9 | 427 - 506 | 407 | 29.7 | 355 - 430 |
| 40PBS/60HDPE | 489 | 59.6 | 426 - 506 | 407 | 39.9 | 355 - 433 |
| 50PBS/50HDPE | 488 | 49.6 | 431 - 504 | 413 | 49.9 | 355 - 433 |
| neat PBS | - | - | - | 413 | 100.0 | 350 - 433 |



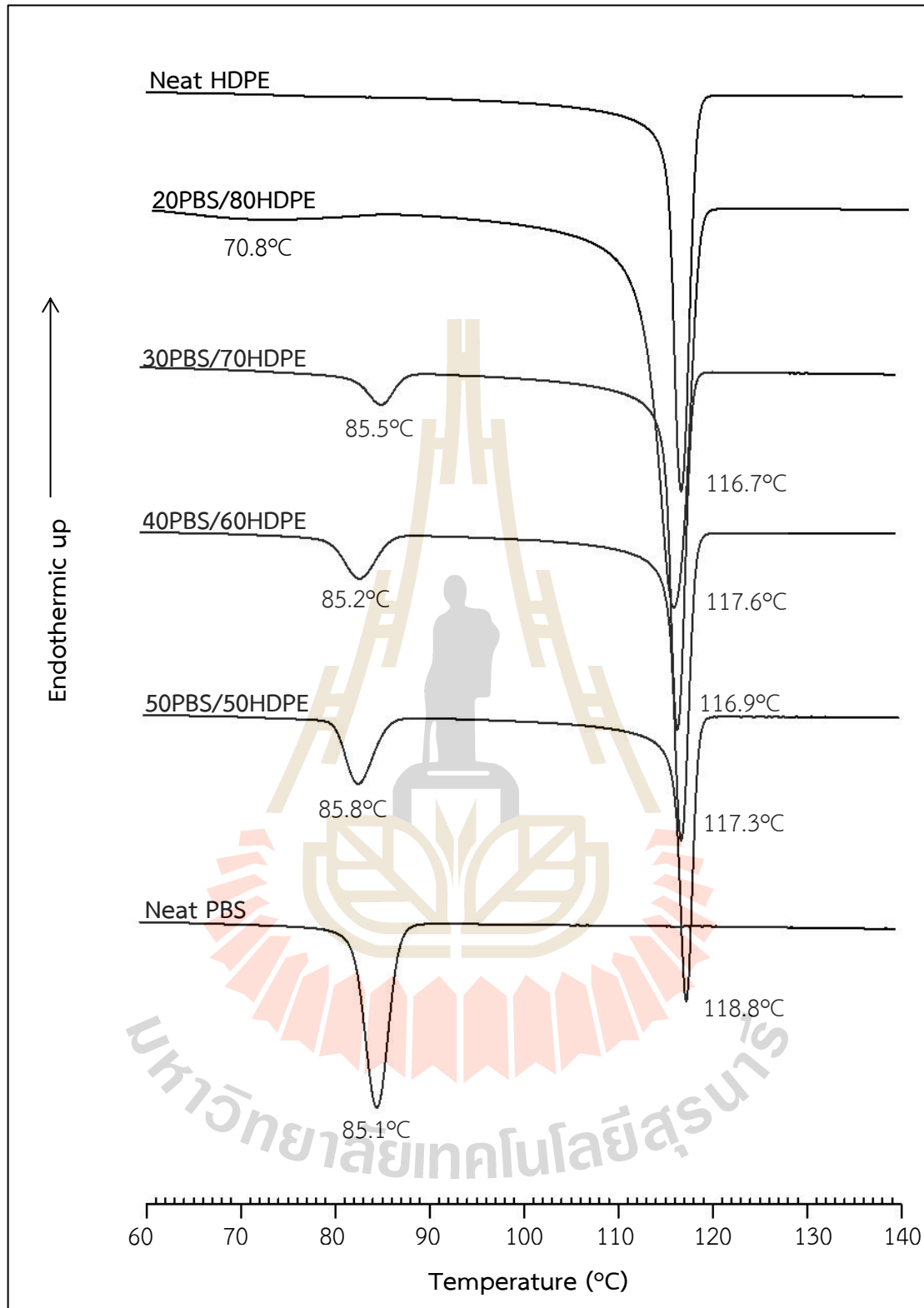
4.4.1.7 อุณหภูมิการหลอมเหลวและอุณหภูมิการเกิดผลึก (Melting and Crystallization Temperature)

กราฟ DSC thermogram ที่ได้จากการอบการให้ความร้อนครั้งแรก (first heating scan) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่มีพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในปริมาณร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก แสดงในรูปที่ 4.10 การหลอมเหลวของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 128.1 องศาเซลเซียส และ การหลอมเหลวของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 109.8 องศาเซลเซียส ร่วมกับการเกิดผลึกเย็น (cold crystallization) [14] ณ อุณหภูมิประมาณ 90.3 องศาเซลเซียส ได้มีรายงานการวิจัยก่อนหน้านี้เกี่ยวกับการเกิดผลึกเย็น (cold crystallization) ของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่อุณหภูมิ 90.3 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลทางความร้อนระหว่างการหล่อเย็นและการให้ความร้อนซ้ำ [15] อย่างไรก็ตาม อุณหภูมิการหลอมเหลวของเฟสที่เป็นองค์ประกอบของพอลิเมอร์ผสมไม่แตกต่างจากอุณหภูมิการหลอมเหลวของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และอุณหภูมิการเกิดผลึกเย็นของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ไม่แตกต่างจากของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

กราฟ DSC thermogram ที่ได้จากการทำให้เย็นตัวครั้งแรก (first cooling scan) ของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่มีพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในปริมาณร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก แสดงในรูปที่ 4.11 อุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature, T_c) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เท่ากับ 116.7 และ 85.1 องศาเซลเซียส ตามลำดับ อุณหภูมิการเกิดผลึกของเฟสองค์ประกอบของพอลิเมอร์ผสมไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญกับอุณหภูมิการเกิดผลึกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ยกเว้นเมื่อพอลิเมอร์ผสมมีปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเท่ากับร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิการเกิดผลึกของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เท่ากับ 70.8 องศาเซลเซียส ซึ่งต่ำกว่าอุณหภูมิการเกิดผลึกของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตอย่างมีนัยสำคัญ ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากเมื่อปริมาณของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตน้อยกว่าของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมาก ทำให้ในระหว่างกระบวนการเกิดผลึกของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต สายโซ่โมเลกุลของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ถูกรบกวนด้วยผลึกของเฟสพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ที่กระบวนการเกิดผลึกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่าของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต



รูปที่ 4.10 กราฟ DSC thermogram ของการให้ความร้อนครั้งแรก ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทีลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทีลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก



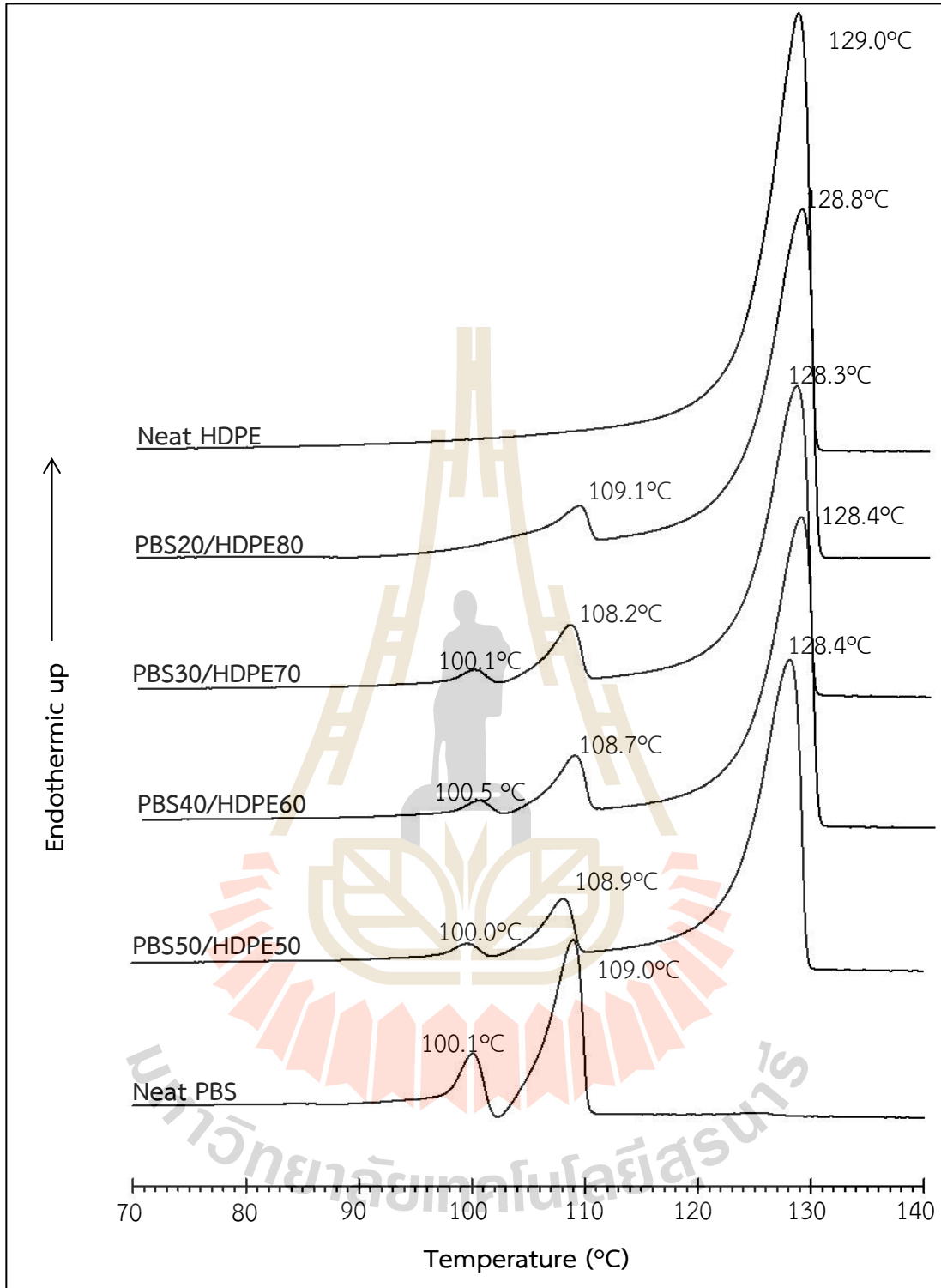
รูปที่ 4.11 กราฟ DSC thermogram ที่ได้จากการหล่อเย็นครั้งแรกของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก

กราฟ DSC thermogram ที่ได้จากกระบวนการให้ความร้อนครั้งที่สอง (second heating scan) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่มีพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในปริมาณร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก แสดงในรูปที่ 4.12 ผลึกพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 129.0 องศาเซลเซียส ผลึกพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 100.1 และ 109.0 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากลักษณะผลึกที่แตกต่างกัน ได้มีงานวิจัยก่อนหน้านี้รายงานว่า พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต มีผลึก 2 รูปแบบคือ ผลึกอัลฟา (α form) และ ผลึกเบต้า (β form) [16] โดยที่ผลึกอัลฟาจะหลอมเหลวที่อุณหภูมิสูงกว่าผลึกเบต้า อย่างไรก็ตามบางครั้งพีคของผลึกเบต้าอาจจะไม่สังเกตเห็นได้จาก DSC thermogram ซึ่งขึ้นกับอัตราเร็วในการให้ความร้อนหรืออัตราเร็วในการลดอุณหภูมิในระหว่างการทดสอบหรือกระบวนการขึ้นรูป

นอกจากนี้ปริมาณของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อพฤติกรรมการหลอมเหลวของเฟสพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต แต่พอลิเมอร์ผสมที่มีปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเท่ากับร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แสดงอุณหภูมิหลอมเหลวของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพียงตำแหน่งเดียวคือที่อุณหภูมิสูงซึ่งเป็นตำแหน่งพีคหลอมเหลวของผลึกอัลฟา

อุณหภูมิการหลอมเหลว อุณหภูมิการเกิดผลึกเย็น และอุณหภูมิการเกิดผลึก ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่มีพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในปริมาณร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก ได้สรุปไว้ในตารางที่ 4.5





รูปที่ 4.12 กราฟ DSC thermogram จากการให้ความร้อนครั้งที่สอง (second cooling scan) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 4.5 อุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) และอุณหภูมิเกิดผลึก (T_c) ของ โพลีเอทิลีนความหนาแน่นสูง โพลีบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างโพลีเอทิลีน-ความหนาแน่นสูงและโพลีบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณโพลีบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก

| Materials | First Heating Scan | | | Crystallization Temperature (°C) | | Second Heating Scan | |
|--------------|--------------------------|-----------|-----------------------------|----------------------------------|-----------|--------------------------|--------------|
| | Melting Temperature (°C) | | Cocrystallization Temp (°C) | | | Melting Temperature (°C) | |
| | HDPE Phase | PBS Phase | PBS Phase | HDPE Phase | PBS Phase | HDPE Phase | PBS Phase |
| neat HDPE | 128.8 | - | - | 116.7 | - | 129.0 | - |
| 20PBS80/HDPE | 127.4 | 108.9 | 89.7 | 117.6 | 70.8 | 128.8 | 109.1 |
| 30PBS/70HDPE | 127.9 | 108.8 | 89.7 | 116.9 | 85.5 | 128.3 | 101.1, 108.2 |
| 40PBS/60HDPE | 127.5 | 109.6 | 89.5 | 117.3 | 85.2 | 128.4 | 100.5, 108.7 |
| 50PBS/50HDPE | 127.0 | 109.8 | 90.3 | 118.8 | 85.8 | 128.4 | 100.0, 108.9 |
| neat PBS | - | 109.8 | 90.3 | - | 85.1 | - | 100.1, 109.0 |

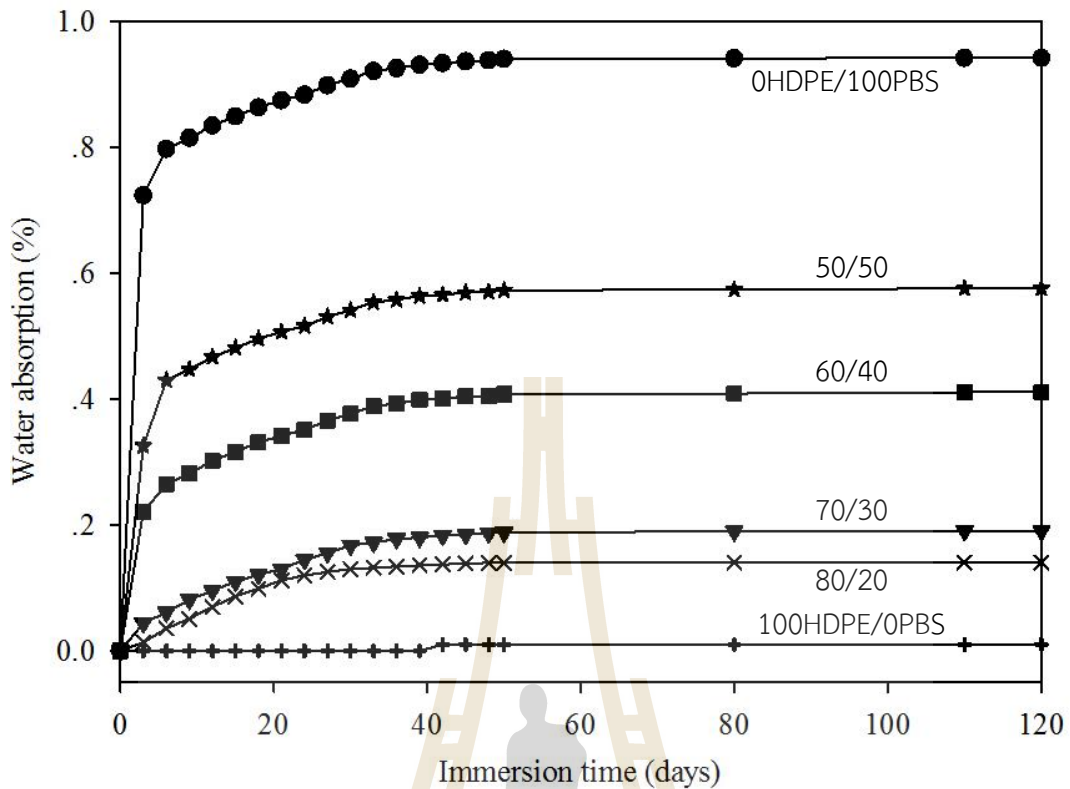
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

4.4.2 ปริมาณการดูดน้ำและการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

4.4.2.1 ปริมาณการดูดน้ำ (Water Absorption)

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการดูดน้ำและระยะเวลาการทดสอบ (immersion time) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และ พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก แสดงในรูปที่ 4.13 ปริมาณการดูดน้ำของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงต่ำกว่าของพอลิเมอร์ผสมและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต อย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีคุณสมบัติเป็นพอลิเมอร์ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic polymer) ในทางตรงกันข้าม พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีคุณสมบัติเป็นพอลิเมอร์ชอบน้ำ (hydrophilic polymer) เนื่องจากมีเอสเทอร์ (ester group) ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันที่สามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับโมเลกุลของน้ำ [16] นอกจากนี้ กราฟยังแสดงให้เห็นว่าปริมาณการดูดน้ำของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วภายในระยะเวลาการทดสอบ 6 วัน จากการทดสอบพบว่า ปริมาณการดูดน้ำของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเข้าสู่สมดุลหลังจากทำการทดสอบเป็นระยะเวลา 42 วัน และปริมาณการดูดน้ำของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เข้าสู่สมดุลหลังจากทำการทดสอบเป็นระยะเวลา 51 วัน

สำหรับพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิ-บิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก เมื่อปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มขึ้นปริมาณการดูดน้ำของพอลิเมอร์ผสมเพิ่มมากขึ้น ปริมาณการดูดน้ำที่เพิ่มขึ้นของพอลิเมอร์ผสมนี้สอดคล้องกับการขนาดอนุภาคเฟสกระจายของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ดังแสดงในภาพถ่าย SEM micrograph ในรูปที่ 4.3 อนุภาคที่มีขนาดใหญ่ของเฟสกระจายพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ก่อให้เกิดช่องว่างระหว่างเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและเฟสพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ซึ่งช่องว่างนี้เอื้อให้โมเลกุลของน้ำแทรกซึมเข้าไปได้ง่าย ปริมาณการดูดน้ำของพอลิเมอร์ผสมที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 20 30 40 และ 50 โดยน้ำหนัก เริ่มเข้าสู่สมดุลหลังจากการทดสอบที่ระยะเวลา 39 42 45 และ 45 วัน ตามลำดับ นอกจากนี้ระยะเวลาและปริมาณน้ำเมื่อเข้าสู่สมดุลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และ พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ได้สรุปไว้ในตารางที่ 4.6



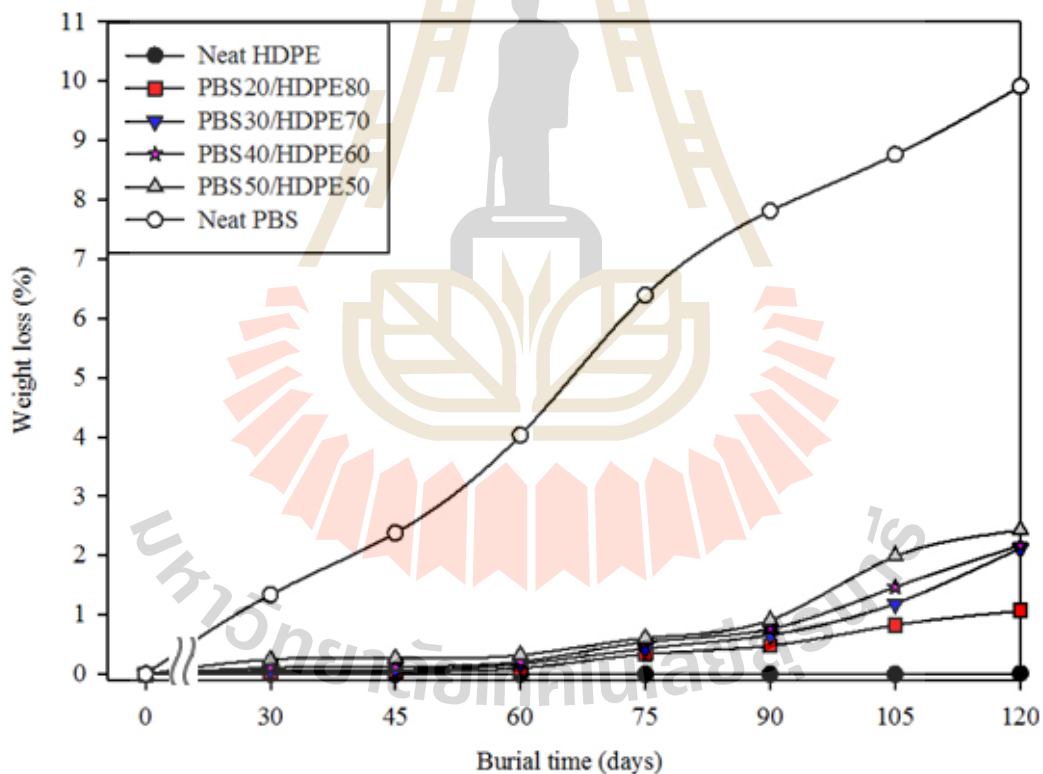
รูปที่ 4.13 กราฟระหว่างปริมาณการดูดน้ำและระยะเวลาการทดสอบ (immersion time) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอรัฟสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 4.6 ระยะเวลาการทดสอบและปริมาณการดูดน้ำเมื่อเข้าสู่สมดุลของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอรัฟสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก

| Materials | ระยะเวลาในการทดสอบ (days) | ปริมาณการดูดน้ำเมื่อเข้าสู่สมดุล (%) |
|--------------|---------------------------|--------------------------------------|
| neat HDPE | 42 | 0.01 |
| 20PBS/80HDPE | 39 | 0.14 |
| 30PBS/70HDPE | 42 | 0.18 |
| 40PBS/60HDPE | 45 | 0.40 |
| 50PBS/50HDPE | 45 | 0.58 |
| neat PBS | 51 | 0.94 |

4.4.2.2 การย่อยสลายทางชีวภาพ (Biodegradation)

ความสัมพันธ์ระหว่างการสูญเสียน้ำหนัก (weight loss (%)) และเวลาที่ใช้ในการฝังดิน (burial time) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และ พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ดังรูปที่ 4.14 แสดงให้เห็นว่าการสูญเสียน้ำหนักของชิ้นตัวอย่างเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาที่ใช้ในการฝังดิน ทั้งนี้การสูญเสียน้ำหนักของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงต่ำกว่าของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต สำหรับพอลิเมอร์ผสมพบว่าการสูญเสียน้ำหนักเพิ่มมากขึ้นเมื่อปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มขึ้น เนื่องจากการสูญเสียน้ำหนักของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเป็นหลัก การสูญเสียน้ำหนักเป็นผลเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ของหมู่เอสเทอร์ [17] และการเกิดการย่อยสลายทางชีวภาพด้วยจุลินทรีย์ที่อยู่ในดิน ซึ่งภายหลังจากการวิเคราะห์ดินบริเวณที่ทำการฝังชิ้นตัวอย่างโดยศูนย์พันธุวิศวกรรมและเทคโนโลยีชีวภาพแห่งชาติ (BIOTEC) พบว่ามีจุลินทรีย์ชนิด *Aspergillus Niger* ซึ่งผลการทดสอบนี้สอดคล้องกับรายงานการวิจัยของ Zhao *et al.* [18, 19] ซึ่งแสดงให้เห็นว่าจุลินทรีย์ที่พบในดิน ได้แก่ *Aspergillus Niger*, *Penicillium*, *Bacillus* และ *Thermopolyspora* สามารถย่อยสลายพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยกระบวนการทางชีวภาพ โดยที่ *Aspergillus Niger* เป็นจุลินทรีย์ที่สามารถย่อยสลายพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตได้ดีที่สุด



รูปที่ 4.14 กราฟระหว่างการสูญเสียน้ำหนักและระยะเวลาการฝังดิน (burial time) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก

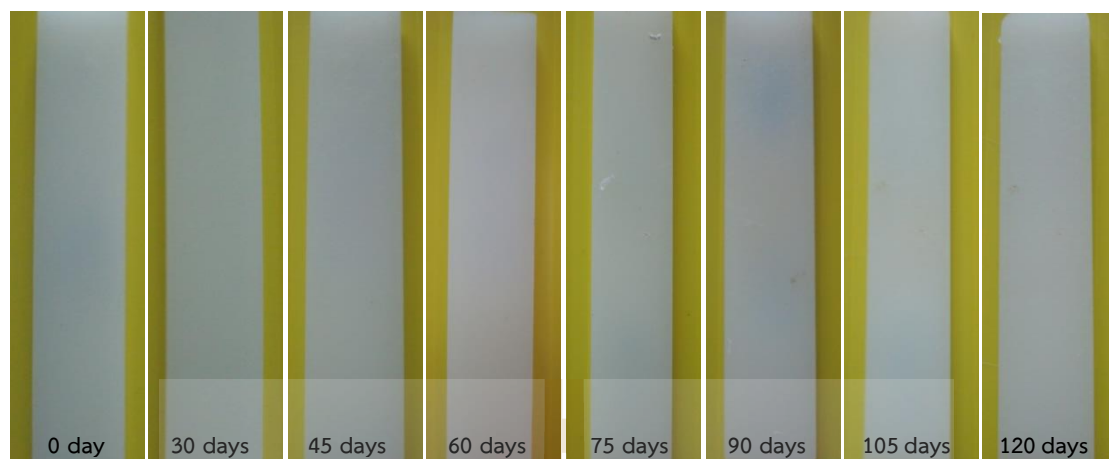
ภาพถ่ายของพื้นผิวชิ้นตัวอย่างที่ผ่านการฝังดินที่ระยะเวลาแตกต่างกัน ดังรูปที่ 4.15 แสดงให้เห็นว่า ชิ้นตัวอย่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงภายในระยะเวลาการฝังดิน 120 วัน การย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเกิดขึ้นในช่วงระยะเวลาการฝังดิน 30 วัน โดยสังเกตได้จากความขรุขระของผิวตัวอย่างและสีที่คล้ำขึ้น นอกจากนี้การย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเกิดเพิ่มมากขึ้นตามระยะเวลาที่ใช้ในการฝังดินที่เพิ่มขึ้น

ลักษณะพื้นผิวของชิ้นตัวอย่างพอลิเมอร์ผสมที่มีพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ในปริมาณร้อยละ 20 ถึง 30 โดยน้ำหนัก ยังคงไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง ในช่วงระยะเวลาการฝังดิน 30 วัน ทั้งนี้สีของชิ้นตัวอย่างมีลักษณะที่คล้ำขึ้นหลังจากทำการฝังดินเป็นระยะเวลา 60 วัน เมื่อปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก ชิ้นงานตัวอย่างของพอลิเมอร์ผสมเริ่มมีจุดสีขาวเกิดขึ้นที่บริเวณขอบของชิ้นงานหลังจากทำการฝังดินเป็นระยะเวลา 30 วัน ซึ่งจุดสีขาวนี้บ่งบอกถึงการเริ่มเกิดการย่อยสลายทางชีวภาพ และที่ระยะเวลาการฝังดิน 90 วัน ชิ้นงานตัวอย่างเกิดจุดสีดำอย่างชัดเจนเนื่องจากการย่อยสลายทางชีวภาพเกิดขึ้น และเมื่อปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก มีจุดสีดำเกิดขึ้นที่บริเวณขอบของชิ้นงานตัวอย่าง หลังจากทำการฝังดินเป็นระยะเวลา 30 วัน และหลังจาก 45 วันของการฝังดิน จุดสีขาวเกิดการขยายวงกว้างไปทั่วพื้นผิวชิ้นงานและพื้นผิวตัวอย่างเริ่มเกิดรอยขรุขระ หลังจากทำการฝังดินเป็นระยะเวลา 75 วัน การย่อยสลายทางชีวภาพเกิดเพิ่มมากขึ้นดังที่สังเกตเห็นเป็นรอยดำของชิ้นงาน

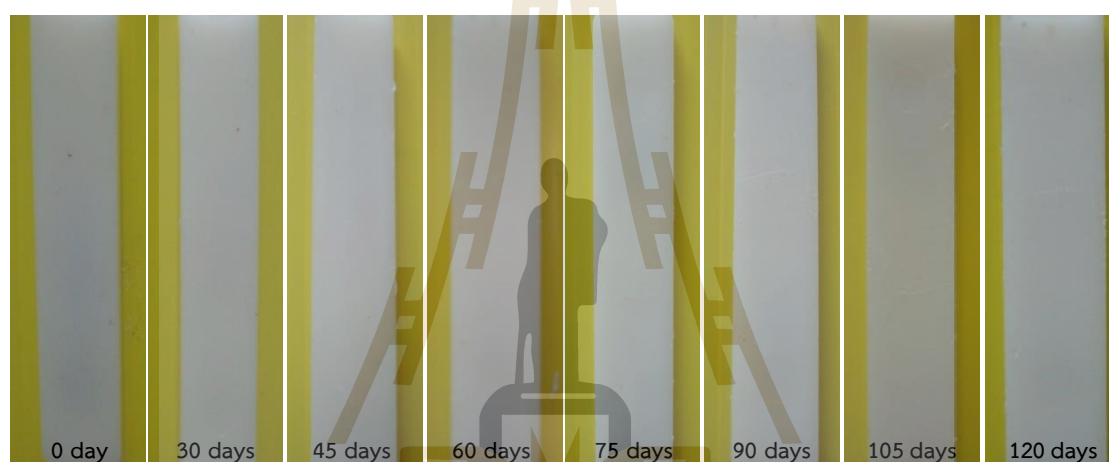
ความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพและการเพิ่มขึ้นของการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และ พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงได้สรุปในตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 การย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก

| Materials | การย่อยสลายทางชีวภาพ (weight loss, %) | การเพิ่มขึ้นของการย่อยสลายทางชีวภาพเมื่อเทียบกับ HDPE (%) |
|--------------|---------------------------------------|---|
| neat HDPE | 0.01 | - |
| 20PBS/80HDPE | 1.07 | 1.06 |
| 30PBS/70HDPE | 2.12 | 2.11 |
| 40PBS/60HDPE | 2.17 | 2.16 |
| 50PBS/50HDPE | 2.44 | 2.43 |
| neat PBS | 9.90 | - |



Neat HDPE

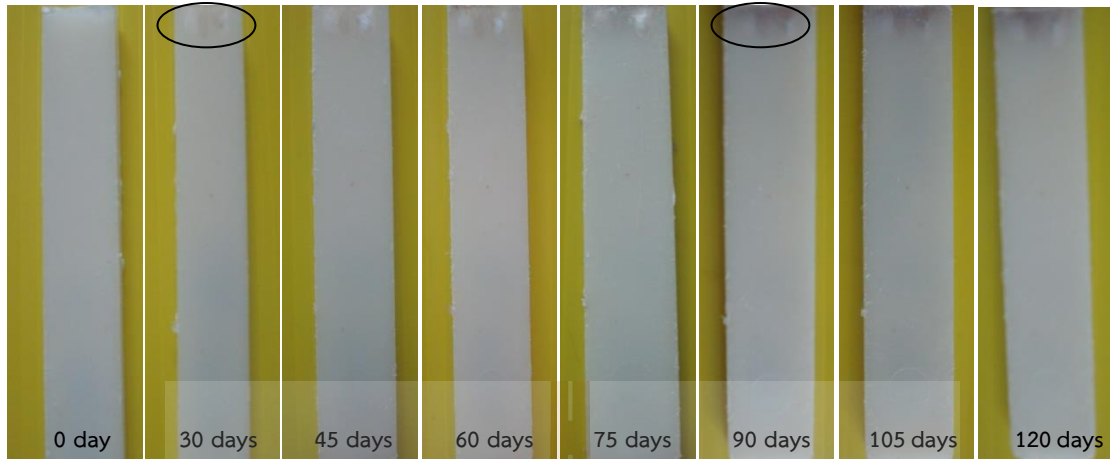


20PBS/80HDPE

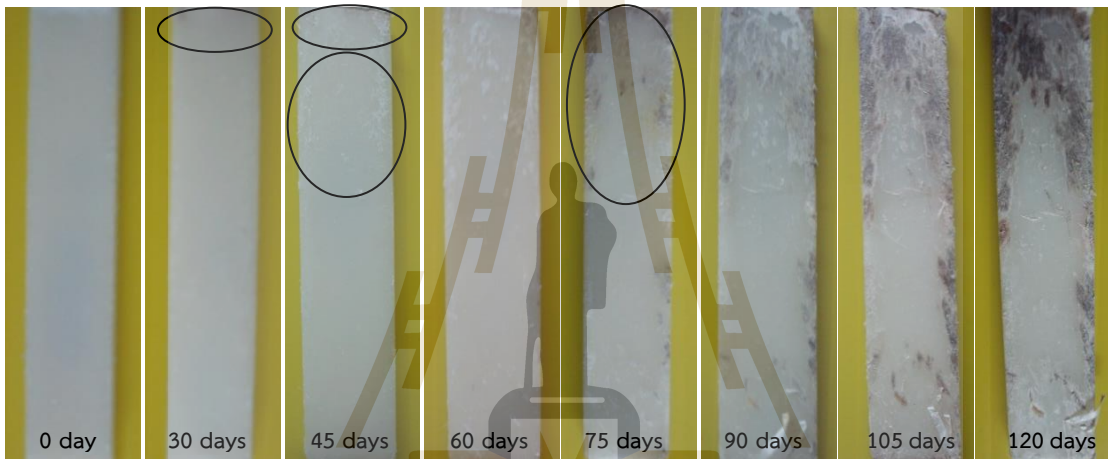


30PBS/70HDPE

รูปที่ 4.15 ภาพถ่ายแสดงลักษณะของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสม ระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก หลังจากการทดสอบการฝังดินที่ระยะเวลา 0 - 120 วัน



40PBS/60HDPE



50PBS/50HDPE



Neat PBS

รูปที่ 4.15 (ต่อ) ภาพถ่ายแสดงลักษณะของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ร้อยละ 20 - 50 โดยน้ำหนัก หลังจากการฝังดินที่ระยะเวลา 0 - 120 วัน

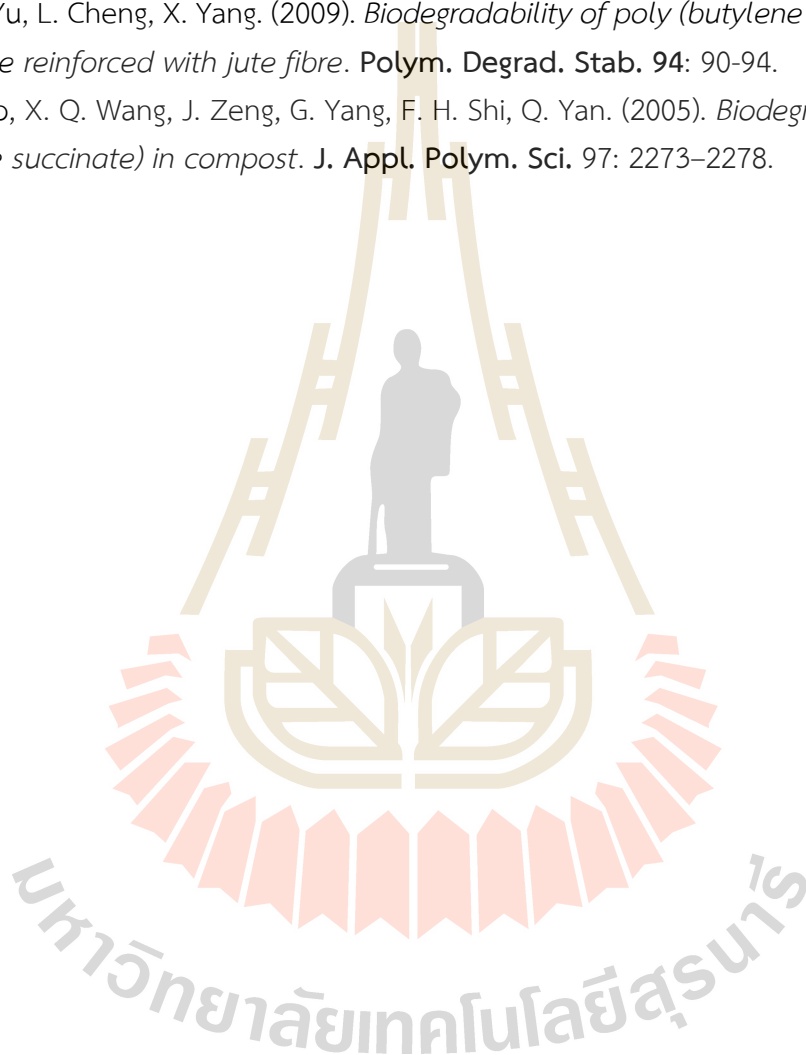
4.5 สรุปผลการศึกษา

1. ดัชนีการไหลของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต
2. พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก มีพฤติกรรมการแตกหักแบบเหนียว และเมื่อเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมากกว่าร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก มีผลทำให้พอลิเมอร์ผสมเกิดการแตกหักแบบเปราะ
3. อนุภาคกระจายของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ในพอลิเมอร์ผสมที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก มีลักษณะเป็นทรงกลม และเมื่อเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เป็นร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ทำให้รูปร่างเฟสกระจายของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ไม่สม่ำเสมอ ประกอบด้วย ทรงกลม ลักษณะที่ยึดออก และลักษณะคล้ายหนอน และที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก เฟสกระจายของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต มีลักษณะเป็นเส้นใยและบางส่วนมีลักษณะเป็นแบบต่อเนื่องร่วม ในขณะที่พอลิเมอร์ผสมที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 50 โดยน้ำหนักนั้น โครงสร้างสัณฐานวิทยาเฟสเป็นแบบต่อเนื่องร่วม
4. การเพิ่มปริมาณของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต มีผลทำให้มอดูลัสของยังก์ การยืดตัว ณ จุดขาด และมอดูลัสแรงดัดของพอลิเมอร์ผสมลดลง ในขณะที่ความทนแรงดึง ณ จุดขาดและความทนแรงดัดของพอลิเมอร์ผสมเพิ่มขึ้น
5. การเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ไม่มีผลต่อความเสถียรทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสม พฤติกรรมการหลอมและปริมาณผลึกของพอลิเมอร์ผสม
6. ปริมาณการดูดน้ำและการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเมอร์ผสมเพิ่มขึ้นตามปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เพิ่มขึ้น

เอกสารอ้างอิง

1. S. Sahebian, S. M. Zebarjad, J. V. Khaki, S. A. Sajjad. (2009). *The effect of nano - sized calcium carbonate on thermodynamic parameters of HDPE*. **J. Mater. Process. Technol.** **209**: 1310-1317.
2. Y. J. Phua, W. S. Chow, Z. A. Mohd Ishak. (2011). *The hydrolytic effect of moisture and hydrothermal aging on poly (butylene succinate)/organomontmorillonite nanocomposites*. **Polym. Degrad. Stab.** **96**: 1194-1203.
3. H. S. Kim, H. S. Yang, H. J. Kim. (2005). *Biodegradability and Mechanical Properties of Agro-Flour-Filled Polybutylene Succinate Biocomposites*. **J. Appl. Polym. Sci.** **97**: 1513–1521.
4. I. Brough, R. N. Haward, G. Healey, A. Wood. (2004). *Scanning electron micrographs of high density polyethylene fracture surfaces*. **Polymer.** **45**: 3115-3123.
5. G. Lafitte, E. Espuche, J. F. Gerard. (2011). *Polyamide 11/poly (hydroxy amino ether) blends: Influence of the blend composition and morphology on the barrier and mechanical properties*. **Eur. Polym. J.** **47**: 1994–2002.
6. C. Harrats. (2009). **Multiphase Polymer - Based Materials: An Atlas of Phase Morphology at the Nano and Micro Scale**. CRC Press Taylor and Francis Group: Florida.
7. N. Chapleau, B. D. Favis. (1995). *Droplet/fibre transitions in immiscible polymer blends generated during melt processing*. **J. Mater. Sci.** **30**: 142-150.
8. C. Harrats, S. Thomas, G. Groeninckx. (2006). **Micro - and Nanostructured Multiphase Polymer Blend Systems: Phase Morphology and Interfaces**. CRC Press Taylor and Francis Group: Florida.
9. C. H. Tsai, F. C. Chang. (1996). *Polymer blends of PBT and PP compatibilized by ethylene-co-glycidyl methacrylate copolymers*. **J. Appl. Polym. Sci.** **61**: 321-332.
10. Y. Pietrasanta, J. J. Robin N. Torres, B. Boutevin. (1999). *Reactive compatibilization of HDPE/PET blends by glycidyl methacrylate functionalized polyolefins*. **Macromol. Chem. Phys.** **200**: 142-149.
11. S. Mbarek, M. Jaziri, Y. Chalamet, C. Carrot. (2010). *Effect of the viscosity ratio on the morphology and properties of PET/HDPE blends with and without compatibilization*. **J. Appl. Polym. Sci.** **117**: 1683–1694.
12. S. Bandyopadhyay, R. Iyer, R. Majumder, B. Satapathy, A. K. Ghosh. (2013). *Studies on wear properties of polystyrene in the presence of fibrillated network of polytetrafluoroethylene*. **ISRN Polym. Sci.** **2013**: 837952.
13. L. A. Utracki (Editor). (2002). **Polymer Blends Handbook**. Kluwer Academic. Boston.
14. M. Yasuniwa, S. Tsubakihara, T. Satou, K. Iura. (2005). *Multiple melting behavior of poly (butylene succinate) II. Thermal analysis of isothermal crystallization and melting process*. **J. Polym. Sci.: Part B: Polym. Phys.** **43**: 2039–2047.

15. E. S. Yoo, S. S. Im. (1999). *Melting behavior of poly (butylene succinate) during heating scan by DSC*. **J. Polym. Sci.: Part B: Polym. Phys.** **37**: 1357–1366.
16. J. Xu, B. H. Guo. (2010). *Microbial Succinic Acid, Its Polymer Poly (butylene succinate), and Applications*. In G. Guo, Q. Chen (ed.). **Plastics from Bacteria: Natural Functions and Applications** (347-388). Springer Berlin-Heidelberg: Berlin.
17. Y. J. Kim, O. O. Park. (1999). *Miscibility and biodegradability of poly (butylene succinate)/poly (butylene terephthalate) blends*. **J. Environ. Polym. Degrad.** **7**: 53-66.
18. L. Liu, J. Yu, L. Cheng, X. Yang. (2009). *Biodegradability of poly (butylene succinate) (PBS) composite reinforced with jute fibre*. **Polym. Degrad. Stab.** **94**: 90-94.
19. J. H. Zhao, X. Q. Wang, J. Zeng, G. Yang, F. H. Shi, Q. Yan. (2005). *Biodegradation of poly (butylene succinate) in compost*. **J. Appl. Polym. Sci.** **97**: 2273–2278.



บทที่ 5

บทสรุปการวิจัย

5.1 การศึกษาผลของขนาดอนุภาคต่อสมบัติทางกายภาพของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน

- ผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนประกอบด้วยแคลเซียมคาร์บอเนตในรูปผลึกแคลไซต์ในปริมาณไม่ต่ำกว่าร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก และมีปริมาณสารอินทรีย์ร้อยละ 3 – 4 โดยน้ำหนัก และกระบวนการบดไม่มีผลต่อรูปผลึกของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน
- ขนาดผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนมีผลต่อพื้นที่ผิวจำเพาะ ผงเปลือกไข่บดที่มีขนาดเล็กจะมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงกว่าผงเปลือกไข่บดที่มีขนาดใหญ่กว่า
- ผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนที่มีขนาดอนุภาคเล็กจะเสื่อมสลายด้วยความร้อนที่อุณหภูมิที่ต่ำกว่าผงเปลือกไข่บดที่มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่า

5.2 การศึกษาผลของปริมาณและขนาดอนุภาคต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ลอกเมมเบรน

- ดัชนีการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนลดลงเมื่อปริมาณผงเปลือกไข่บดเพิ่มขึ้น แต่ขนาดอนุภาคของเปลือกไข่บดไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อดัชนีการไหล
- พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน มีการเปลี่ยนแปลงพฤติกรรมการแตกหักแบบเหนียวไปเป็นการแตกหักแบบเปราะ เมื่อปริมาณเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนเท่ากับร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก
- พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน จะมีความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด และความทนทานต่อแรงกระแทก ลดลง แต่โมดูลัสแรงดัดและโมดูลัสของยังก์ จะเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ และความทนทานต่อแรงดัดเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน
- ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดคราก ความทนทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด โมดูลัสของยังก์ โมดูลัสแรงดัด และความทนทานต่อแรงดัดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนไม่ขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาคผงเปลือกไข่บด
- พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก และผงเปลือกไข่บดมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยน้อยกว่า 13.96 ไมโครเมตร จะสามารถปรับปรุงการยึดตัว ณ จุดขาด และความทนทานต่อแรงกระแทก

- การเพิ่มปริมาณของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนไม่มีผลต่ออุณหภูมิการการสลายตัว อุณหภูมิการหลอมเหลว และอุณหภูมิการเกิดผลึกของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง
- ขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนมีผลต่อการสลายตัวทางความร้อนของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ซึ่งอุณหภูมิการสลายตัวของเมทริกซ์จะเพิ่มขึ้นเมื่อขนาดอนุภาคผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรนลดลง แต่ขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่บดไม่มีผลต่ออุณหภูมิหลอมเหลว และอุณหภูมิการเกิดผลึกของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง
- เมื่อเพิ่มปริมาณของผงเปลือกไข่บดลอกเมมเบรน ปริมาณผลึกของเมทริกซ์พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงลดลง แต่ขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่บดไม่มีผลต่อปริมาณผลึก

5.3 การศึกษาการย่อยสลายทางชีวภาพและสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

- ดัชนีการไหลของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต
- พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก มีพฤติกรรมการแตกหักแบบเหนียว และเมื่อเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต มากกว่าร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก มีผลทำให้พอลิเมอร์ผสมเกิดการแตกหักแบบเปราะ
- อนุภาคกระจายของเฟสพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ในพอลิเมอร์ผสมที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก มีลักษณะเป็นทรงกลม และเมื่อเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเป็นร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก รูปร่างเฟสกระจายของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจะไม่สม่ำเสมอ ประกอบด้วย ทรงกลม ลักษณะที่ยืดออก และลักษณะคล้ายหนอน และที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก เฟสกระจายของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต มีลักษณะเป็นเส้นใยและบางส่วนมีลักษณะเป็นแบบต่อเนื่องร่วม ในขณะที่พอลิเมอร์ผสมที่ปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตร้อยละ 50 โดยน้ำหนักนั้น โครงสร้างสัณฐานวิทยาเฟสเป็นแบบต่อเนื่องร่วม
- การเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีผลทำให้ มอดุลัสของยังก์ การยืดตัว ณ จุดขาดและมอดุลัสตัดโค้งของพอลิเมอร์ผสมลดลง ในขณะที่ความทนแรงดึง ณ จุดขาด และความทนแรงดัดของพอลิเมอร์ผสมเพิ่มขึ้น
- การเพิ่มปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ไม่มีผลต่อความเสถียรทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสม พฤติกรรมการหลอม และปริมาณผลึกของพอลิเมอร์ผสม
- ปริมาณการดูดน้ำและการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเมอร์ผสมเพิ่มขึ้นตามปริมาณพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

บรรณานุกรม

กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่, แคลเซียมคาร์บอเนต, พิมพ์ครั้งที่ 1 2547.

ที่มา: กรุงเทพมหานคร วันศุกร์ที่ 2 มิถุนายน พ.ศ. 2549.

A. Heredia, L. F. Lozano, C. A. Martinez-Matias, M. A. Pena-Rico, A. G. Rodriguez-Hernandez, E. Villarreal, A. Martinez, M. V. Garcia-Garduno, V. A. Basiuk, L. Bucino, E. Orozco. (2002). *Microstructure and thermal expansion properties of ostrich eggshell*. **MRS Symposium Proceeding. 724:** N7.5.

A. Heredia, A. G. Rodriguez-Hernandez, L. F. Lozano, M. A. Pena-Rico, R. Velazquez, V. A. Basiuk, L. Bucino. (2005). *Microstructure and thermal change of texture of calcite crystals in ostrich eggshell Struthio camelus*. **Mater. Sci. Eng. C25:** 1-9.

A. K. Mohanty, M. Misra, G. Hinrichsen. (2000). *Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview*. **Macromol. Mater. Eng. 276/277:** 1-24.

A. Schaafsma, G. M. Beelen. (1999). *Eggshell powder, a comparable or better source of calcium than purified calcium carbonate: piglet studies*. **J. Sci. Food Agr. 79:** 1596-1600.

A. Schaafsma, I. Pakan, G. J. H. Hofstede, F. A. J. Muskiet, E. Van Der Veer, P. J. F. De Vries. (2000). *Mineral, amino acid, and hormonal composition of chicken eggshell powder and the evaluation of its use in human nutrition*. **Poultry Sci. 79:** 1833-1838.

A. Schaafsma, J. J. van Doormaal, F. A. J. Muskiet, G. J. H. Hofstede, I. Pakan, E. van der Veer. (2002) *Positive effects of a chicken eggshell powder - enriched vitamin-mineral supplement on femoral neck bone mineral density in healthy late post - menopausal Dutch women*. **Br. J. Nutr. 87:** 267-275.

C. H. Tsai, F. C. Chang. (1996). *Polymer blends of PBT and PP compatibilized by ethylene-co-glycidyl methacrylate copolymers*. **J. Appl. Polym. Sci. 61:** 321-332.

C. Harrats. (2009). **Multiphase Polymer - Based Materials: An Atlas of Phase Morphology at the Nano and Micro Scale**. CRC Press Taylor and Francis Group: Florida.

C. Harrats, S. Thomas, G. Groeninckx. (2006). **Micro - and Nanostructured Multiphase Polymer Blend Systems: Phase Morphology and Interfaces**. CRC Press Taylor and Francis Group: Florida.

E. M. Rivera, M. Araiza, W. Brostow, V. M. Castano, J. R. Diaz-Estrada, R. Hernandez, J. R. Rodriguez. (1999). *Synthesis of hydroxyapatite from eggshells*. **Mater. Lett. 41:** 128-134.

F. B. Ali, R. Mohan. (2010). *Thermal, mechanical, and rheological properties of biodegradable poly (butylene succinate)/carbon nanotubes nanocomposites*. **Polym. Compos. 31**: 1309-1314.

G. Lafitte, E. Espuche, J. F. Gerard. (2011). *Polyamide 11/poly (hydroxy amino ether) blends: Influence of the blend composition and morphology on the barrier and mechanical properties*. **Eur. Polym. J. 47**: 1994–2002.

G. Wypuch. (1999). **Handbook of Fillers: 2nd Ed.** ChemTech Publishing: Toronto.

[Http://www.scielo.br/img/revistas/rbca/v7n2/a01fig05.gif](http://www.scielo.br/img/revistas/rbca/v7n2/a01fig05.gif).

H. -S. Kim, H. -S. Yang, H. -J. Kim. (2005). *Biodegradability and mechanical properties of agro -flour – filled poly (butylene succinate) biocomposites*. **J. Appl. Polym. Sci. 97**: 1513-1521.

I. Brough, R. N. Haward, G. Healey, A. Wood. (2004). *Scanning electron micrographs of high density polyethylene fracture surfaces*. **Polymer. 45**: 3115-3123.

J. Xu, B. H. Guo. (2010). *Microbial succinic acid, its polymer poly (butylene succinate), and applications*. In G. Guo, Q. Chen (ed.). **Plastics from Bacteria: Natural Functions and Applications** (347-388). Springer Berlin-Heidelberg: Berlin.

J. H. Zhao, X. Q. Wang, J. Zeng, G. Yang, F. H. Shi, Q. Yan. (2005). *Biodegradation of poly (butylene succinate) in compost*. **J. Appl. Polym. Sci. 97**: 2273–2278.

J. Suwanprateeb. (2000). *Calcium carbonate filled polyethylene: correlation of hardness and yield stress*. **Composite. Part A. 31**: 353-359.

J. Suwanprateeb, S. Tiemprateeb, S. Kangwantrakool, K. Hemachandra. (1998). *The role of filler volume fraction in the strain - rate dependence of calcium carbonate - reinforced polyethylene*. **J. App. Polym. Sci. 70**: 1717-1724.

K. Okamoto, S. S. Ray, M. Okamoto. (2003). *New poly (butylene succinate)/layered silicate nanocomposites II. Effect of organically modified layered silicates on structure, properties, melt rheology, and biodegradability*. **J. Polym. Sci. Part B 41**: 3160-3172.

L. A. Utracki (Editor). (2002). **Polymer Blends Handbook**. Kluwer Academic. Boston.

L. Dobiasova, R. Kuzel, H. Sichova, J. Kopecek. **The Egg - shell Microstructure Studied by Powder Diffraction**, published on the web.

E. S. Yoo, S. S. Im. (1999). *Melting behavior of poly (butylene succinate) during heating scan by DSC*. **J. Polym. Sci.: Part B: Polym. Phys. 37**: 1357–1366.

- L. Liu, J. Yu, L. Cheng, X. Yang. (2009). *Biodegradability of poly (butylene succinate) (PBS) composite reinforced with jute fibre*. **Polym. Degrad. Stab.** **94**: 90-94.
- M. Al Mijan, D. -H. Kim, H. -S. Kwak. (2014). *Physicochemical properties of nanopowdered eggshell*. **Int. J. Food Sci. Technol.** **49**: 1751-1757.
- M. Mohamed, S. Yusup, S. Mattra. (2012). *Decomposition study of calcium carbonate in cockle shell*. **J. Eng. Sci. technol.** **7**: 1-10.
- M. Nishioka, T. Tuzuki, Y. Wanajyo, H. Oonami, T. Horuchi. (1994). in **Biodegradable Plastics and Polymers**. Edited by Y. Doi, K. Fukuda. 584-590. Elsevier: Amsterdam.
- M. N. Freire, J. N. F. Holanda. (2006). *Characterization of avian eggshell waste aiming its use in a ceramic wall tile paste*. **Cerâmica** **52**: 240-244.
- M. Xanthos. (2010). **Functional Fillers for Plastics: 2nd Ed.** Wiley-VCH Verlag GmbH: Weinheim.
- M. Yasuniwa, S. Tsubakihara, T. Satou, K. Iura. (2005). *Multiple melting behavior of poly (butylene succinate) II. Thermal analysis of isothermal crystallization and melting process*. **J. Polym. Sci.: Part B: Polym. Phys.** **43**: 2039-2047.
- M. A. Osman, A. Atallah, T. Schweizer, H. C. Ottinger. (2004). *Particle - particle and particle-matrix interactions in calcite filled high-density polyethylene steady shear*. **J. Rheol.** **48**: 1167-1184.
- N. Chapleau, B. D. Favis. (1995). *Droplet/fibre transitions in immiscible polymer blends generated during melt processing*. **J. Mater. Sci.** **30**: 142-150.
- M. S. Fernandez, M. Araya, J. L. Arias. (1997). *Eggshells are shaped by a precise spatio-temporal arrangement of sequentially deposited macromolecules*. **Matrix Biol.** **16**: 13-20.
- N. S. Oh, Y. H. Na, S. W. Ji, S. W. Song, S. H. Oh, S. J. Lee, M. H. Lee. (2007). *Biocompatibility of calcium phosphate ceramics synthesized from eggshell*. **Bioceramics** **19**: 23-26.
- P. Pakdeechote, N. Suppakarn, Y. Ruksakulpiwat, W. Sutapun. (2010). *Rheological, mechanical and morphological properties of eggshell powder (ESP) filled high density polyethylene (HDPE)*. Paper presented at **The Sixth Thailand Materials Science and Technology Conference (MSAT-6)**. Bangkok.
- P. H. Jai, S. W. Jeong, J. K. Yang, B. G. Kim, S. M. Lee. (2007). *Removal of heavy metals using waste eggshell*. **J. Environ. Sci.** **19**: 1436-1441.

P. Zhao, W. Liu, Q. Wu, J. Ren. (2010). *Preparation, mechanical, and thermal properties of biodegradable polyesters/poly (lactic acid) blends*. **J. Nanomater.** **2010**: Doi: 10.1155/2010/287082.

R. Ishioka, E. Kitakuni, Y. Ixhikawa. (2002). in **Biopolymers vol 4**, Edited by Y. Doi, A. Steinbüchel, 275-297, Wiley-VCH: Weinheim.

S. B. Hassan, V. S. Aigbodion, S. N. Patrick. (2012). *Development of polyester/eggshell particulate composites*. **Trib. Ind.** **34**: 217-225.

S. Bandyopadhyay, R. Iyer, R. Majumder, B. Satapathy, A. K. Ghosh. (2013). *Studies on wear properties of polystyrene in the presence of fibrillated network of polytetrafluoroethylene*. **ISRN Polym. Sci.** **2013**: 837952.

S. Labuzek, B. Nowak, J. Pajak. (2004). *The susceptibility of polyethylene modified with Bionolle to biodegradation by filamentous fungi*. **Pol. J. Environ. Stud.** **13**: 59-68.

S. Labuzek, J. Pajak; B. Nowak; E. Majdiuk; J. Karcz. (2002). *Biodegradation of polyethylene modified with Bionelle polyester*. **Int. Polym. Sci. Technol.** **29**: T71-T76.

S. Mbarek, M. Jaziri, Y. Chalamet, C. Carrot. (2010). *Effect of the viscosity ratio on the morphology and properties of PET/HDPE blends with and without compatibilization*. **J. Appl. Polym. Sci.** **117**: 1683-1694.

S. E. Solomon. (1997). **Egg and Eggshell Quality**. Manson Publishing: London.

S. Sahebian, S. M. Zebarjad, J. V. Khaki, S. A. Sajjad. (2009). *The effect of nano - sized calcium carbonate on thermodynamic parameters of HDPE*. **J. Mater. Process. Technol.** **209**: 1310-1317.

S. S. Ray, K. Okamoto, P. Maiti, M. Okamoto. (2002). *New poly (butylenes succinate)/layered silicate nanocomposites: preparation and mechanical properties*. **J. Nanosci. Nanotech.** **2**: 171-176.

S. -Y. Fu, X. -Q. Feng, B. Lauke, Y. -W. Mai. (2008). *Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate-polymer composites*. **Composite Part B.** **39**: 933-961.

T. Fujimaki. (1998). *Processability and properties of aliphatic polyesters, 'BIONOLLE', synthesized by polycondensation reaction*. **Polym. Degrad. Stab.** **59**: 209-214.

T. Gcwabaza, S. S. Ray, W. W. Focke, A. Maity. (2009). *Morphology and properties of nanostructured materials based on polypropylene/poly (butylene succinate) blend and organoclay*. **Eur. Polym. J.** **45**: 353-367.

T. Witoon. (2011). *Characterization of calcium oxide derived from waste eggshell and its application as CO₂ sorbent*. **Ceram. Int.** **37**: 3291-3298.

US Patent: 7007806.

US Patent: 6899294.

W. C. J Zuiderduin, C. Westzaan, J. Huétink, R. J. Gaymans. (2003). *Toughening of polypropylene with calcium carbonate particles*. **Polymer** **44**: 261–275.

W. J. Stadelman. (1995). *Quality Identification of Shell Eggs*. in W. J. Stadelman and O. J. Cotterill, **Egg Science and Technology: 4th Ed.**, Food Product Press: New York.

W. Sutapun, P. Pakdeechot, N. Suppakarna, Y. Ruksakulpiwata. (2013). *Application of calcined eggshell powder as functional filler for high density polyethylene*. **Polym. Plast. Technol. Eng.** **52**: 1025-1033.

W. -T. Tsai, J. -M. Yang, H. -C. Hsu, C. -M. Lin, K. -Y. Lin, C. -H. Chiu. (2008). *Development and characterization of mesoporosity in eggshell ground by planetary ball milling*. *Micropor. Mesopor. Mater.* **111**: 379-386.

Y. -F. Shih. (2009). *Thermal degradation and kinetic analysis of biodegradable PBS/multiwalled carbon nanotube nanocomposites*. **J. Polym. Sci. Part B** **47**: 1231-1239.

Y. J. Phua, W. S. Chow, Z. A. Mohd Ishak. (2011). *The hydrolytic effect of moisture and hydrothermal aging on poly (butylene succinate)/organomontmorillonite nanocomposites*. **Polym. Degrad. Stab.** **96**: 1194-1203.

Y. J. Kim, O. O. Park. (1999). *Miscibility and biodegradability of poly (butylene succinate)/poly (butylene terephthalate) blends*. **J. Environ. Polym. Degrad.** **7**: 53-66.

Y. Pietrasanta, J. J. Robin N. Torres, B. Boutevin. (1999). *Reactive compatibilization of HDPE/PET blends by glycidyl methacrylate functionalized polyolefins*. **Macromol. Chem. Phys.** **200**: 142-149.

Z. A. Abdel-Salam, A. M. Abdou, M. A. Harith. (2006). *Elemental and ultrastructural analysis of the eggshell: Ca, Mg and Na distribution during embryonic development via LIBS and SEM techniques*. **Int. J. Poul. Sci.** **5**: 35-42.

Z. Bartczak, A. S. Argon, R. E. Cohen, M. Weinberg. (1999). *Toughness mechanism in semi-crystalline polymer blends: II. High-density polyethylene toughened with calcium carbonate filler particles*. **Polymer** **40**: 2347-2365.

ประวัติผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

นางวิมลลักษณ์ สุตะพันธ์ ดำรงตำแหน่ง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขาวิศวกรรมพอลิเมอร์ สำนักวิชา วิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี นครราชสีมา จบการศึกษา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมี) มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ พ.ศ. 2532 วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต (วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์) จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย พ.ศ. 2536 และ จบการศึกษาระดับปริญญาเอกสาขา Macromolecular Science จาก Case Western Reserve University มลรัฐโอไฮโอ ประเทศสหรัฐอเมริกา พ.ศ. 2543 สาขาวิชาการที่มีความสนใจ สเปกโทรสโกปีของพอลิเมอร์ (spectroscopy of polymers) คอมโพสิทอินเทอร์เฟส (composite interface/interphase) และ พอลิเมอร์ที่เติมอนุภาคเสริมแรง (particulate filled polymers) ผลงานทาง วิชาการ ประกอบด้วย บทความทางวิชาการ 28 บทความ และรายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ 7 ฉบับ



มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผลงานเผยแพร่ของโครงการ

1. W. Buakaew, Y. Ruksakulpiwat, N. Suppakarn, W. Sutapun. (2013). *Effect of filler particle size on mechanical and thermal properties of high density polyethylene filled with bio - filler from eggshell waste*. **Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON 2013)**. Jan 23-25. Chonburi Thailand. 607-610.
2. A. Aontee, W. Sutapun. (2013). *Effect of Blend Ratio on Phase Morphology and Mechanical Properties of High Density Polyethylene and Poly (Butylene Succinate) Blend*. **Advanced Materials Research 747**: 555-559.

