

รหัสโครงการ [SUT710-50-36-75]



รายงานการวิจัย

การเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตจากเปลือกไข่ไก่ (Preparation of Chicken Eggshell-Polymer Composites)

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว



รายงานการวิจัย

การเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตจากเปลือกไข่ไก่ (Preparation of Chicken Eggshell-Polymer Composites)

คณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วิมลลักษณ์ สุตะพันธ์

สาขาวิชาวิศวกรรมพอลิเมอร์

สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผู้ร่วมวิจัย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ยุพาพร รักสกุลพิวัฒน์

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นิธินาถ ศุภกาญจน์

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ 2550-2552

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

กรกฎาคม/2554

กิตติกรรมประกาศ

ในการดำเนินการวิจัยโครงการ “การเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตจากเปลือกไข่ไก่” คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ สภาวิจัยแห่งชาติ ผู้สนับสนุนทุนวิจัย (ปีงบประมาณ 2550-52) และ ขอขอบคุณ ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี สำหรับการสนับสนุน การดำเนินงานของโครงการวิจัย และ ผศ.ดร. สุธรรม ศรีหล่มสัก สำหรับคำแนะนำเกี่ยวกับการวิเคราะห์ องค์ประกอบเชิงปริมาณของผงเปลือกไข่จาก XRD pattern นอกจากนี้ใคร่ขอขอบคุณ Chemical Innovation Co., Ltd. สำหรับสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ (high density polyethylene grafted maleic anhydride) และ Sand and Soil Co., Ltd. สำหรับแคลเซียมคาร์บอเนตทางการค้า และ Mettler-Toledo (Thailand) Co. Ltd. สำหรับการใช้เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

บทคัดย่อ

การศึกษานี้แบ่งงานวิจัยออกเป็นสามส่วน ส่วนแรกเป็นการเตรียมผงเปลือกไข่และการตัดแปรรูปเปลือกไข่ด้วยความร้อนและศึกษาองค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึก สมบัติทางความร้อน และการกระจายของขนาดอนุภาคและลักษณะรูปร่างของอนุภาค ส่วนที่สองเป็นการใช้ผงเปลือกไข่เป็นสารตัวเติมสำหรับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง โดยศึกษาผลของปริมาณ ขนาดอนุภาค และการใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ต่อสมบัติการไหล สมบัติทางความร้อน สมบัติทางกล และลักษณะทางสัณฐานวิทยา หัวข้อสุดท้ายเป็นการใช้ผงเปลือกไข่คัดแปรรูปเป็นสารตัวเติมสำหรับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง โดยศึกษาผลของปริมาณและการใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ต่อสมบัติการไหล สมบัติทางความร้อน สมบัติทางกล และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

จากการศึกษาลักษณะของเปลือกไข่พบว่าผงเปลือกไข่ประกอบด้วยแคลเซียมคาร์บอเนตในรูปผลึกแคลไซต์ และสารอินทรีย์ ผงเปลือกไข่ที่ได้จากการบดมี D_{50} เท่ากับ $12.7 \mu\text{m}$ $D[4,3]$ เท่ากับ $23.6 \mu\text{m}$ และช่วงของขนาดอนุภาคเป็น $0.9 - 124 \mu\text{m}$ การบดทำให้ปริมาณสารอินทรีย์ลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับเปลือกไข่ก่อนบด

การตัดแปรรูปด้วยความร้อนทำให้สารอินทรีย์หมดไปจากเปลือกไข่คัดแปรรูป ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการตัดแปรรูป การตัดแปรรูปเปลือกไข่ที่อุณหภูมิ 650 และ 670°C แม้จะเป็นอุณหภูมิที่ต่ำกว่าการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนต อย่างไรก็ตามยังคงเกิด decarbonation ของแคลเซียมคาร์บอเนต ทำให้ปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตลดลง เนื่องจากการเปลี่ยนไปเป็นแคลเซียมออกไซด์ เปลือกไข่คัดแปรรูปประกอบด้วย แคลเซียมไฮดรอกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ และ แคลเซียมคาร์บอเนตในปริมาณน้อยมาก สภาวะที่เหมาะสมในการตัดแปรรูปเปลือกไข่คือ การตัดแปรรูปเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่ 800°C เนื่องจากใช้เวลาน้อยที่สุดในการตัดแปรรูป

ในการใช้ผงเปลือกไข่เป็นสารตัวเติมสำหรับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงพบว่า การเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ทำให้ความหนืดเพิ่มขึ้นตามปริมาณผงเปลือกไข่ที่เพิ่มขึ้น การเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่ออุณหภูมิการเสื่อมสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง แต่ทำให้อุณหภูมิการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตที่เป็นองค์ประกอบของเปลือกไข่เพิ่มขึ้น

การเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่จะทำให้โมดูลัสของยังก์ ความแข็ง และ HDT เพิ่มขึ้นตามปริมาณผงเปลือกไข่ที่เพิ่มขึ้น การเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่จะทำให้ การยืดตัว ณ จุดขาด ความต้านทานแรงดึง ณ จุดคราก และ ความต้านทานแรงกระแทก ลดลงตามปริมาณผงเปลือกไข่ที่เพิ่มขึ้น ความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่จาก 10 เป็น 20% โดยน้ำหนัก แต่

เมื่อเพิ่มปริมาณเป็น 30% และ 40% ความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดจะคงที่ พฤติกรรมการแตกหัก ภายใต้แรงดึงของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เดิมผงเปลือกไข่จะเปลี่ยนจากการแตกหักแบบเปราะเป็นการแตกหักแบบเหนียวเมื่อปริมาณผงเปลือกไข่เป็น 20% โดยน้ำหนัก มอดูลัสแรงดึงเพิ่มขึ้นในขณะที่ความต้านทานแรงดึงเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่

สมบัติทางกล สมบัติทางความร้อน และสมบัติการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เดิมผงเปลือกไข่ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญจากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เดิมผงแคลเซียมคาร์บอเนต

การลดขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่จาก D_{50} 17.1 μm และ $D[4,3]$ เท่ากับ 24.1 μm เป็น D_{50} เท่ากับ 14.4 μm และ $D[4,3]$ เท่ากับ 16.9 μm ไม่มีผลต่อการปรับปรุงสมบัติการไหล สมบัติทางกล และสมบัติทางความร้อน การใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้เพื่อปรับปรุงการยึดติดที่ผิวหน้าระหว่างผงเปลือกไข่และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีผลต่อการเพิ่มขึ้นของความทนต่อการกระแทก

จากการใช้ผงเปลือกไข่ตัดแปรเป็นสารตัวเติมสำหรับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงพบว่า ความหนืดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เดิมผงเปลือกไข่ตัดแปรเพิ่มขึ้นตามปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปรที่เพิ่มขึ้น การเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปรไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่ออุณหภูมิการเสื่อมสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง

การเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปรทำให้มอดูลัสของยังก์ ความแข็ง และ HDT เพิ่มขึ้นตามปริมาณผงเปลือกไข่ที่เพิ่มขึ้นการเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปรจะทำให้ การยึดตัว ณ จุดขาด ความต้านทานแรงดึง ณ จุดคราก และ ความต้านทานแรงกระแทก ลดลงตามปริมาณผงเปลือกไข่เพิ่มขึ้น ความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดที่ปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปร 10 และ 20% โดยน้ำหนัก มีค่าใกล้เคียงกัน และมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย เมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปรเป็น 30% และ 40% พฤติกรรมการแตกหักภายใต้แรงดึงของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เดิมผงเปลือกไข่จะเปลี่ยนจากการแตกหักแบบเปราะเป็นการแตกหักแบบเหนียวเมื่อปริมาณผงเปลือกไข่เป็น 30% โดยน้ำหนัก มอดูลัสแรงดึงเพิ่มขึ้นในขณะที่ความต้านทานแรงดึงเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปร การใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้เพื่อปรับปรุงการยึดติดที่ผิวหน้าระหว่างผงเปลือกไข่และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีผลต่อการเพิ่มขึ้นของความทนต่อการกระแทกและการเพิ่มขึ้นเล็กน้อยของความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาด

Abstract

This research project comprised three main parts. The first part concentrated on eggshell powder preparation, eggshell heat treatment and characterization of eggshell powder and the treated eggshell powder. The second focused on the preparation and characterization of eggshell powder filled high density polyethylene (HDPE) as well as the effect of eggshell content, size and addition of a compatibilizer on physical properties of the filled HDPE. The third was the study of effect of heat-treated eggshell powder content and addition of a compatibilizer on physical properties of heat treated eggshell powder filled high density polyethylene.

From the first study, it was confirmed that chicken eggshell consisted of 97 wt% calcium carbonate in calcite crystal form and 2 wt% organic substances. Eggshell, after grinding, had a particle size (D_{50}) of 12.7 μm and $D[4,3]$ of 23.6 μm with a particle size range of 0.9 – 124 μm . The eggshell matrix protein, shell membranes, and organic substances were removed by the heat treatment. The removal efficiency of those depended on treatment temperature and time. When the treatment temperatures were 650°C and 670°C, it took more than 24 h and 16 h, respectively, for removing all organic substances. At higher treatment temperatures, 770°C and 800°C, it took 4 h and 3 h to entirely remove the substances, respectively. However, with increasing temperature and time of treatment, calcium carbonate was transformed to calcium oxide. In addition, if calcium oxide was exposed to atmosphere it was turned to calcium hydroxide. Therefore, the heat-treated eggshell prepared at 800°C for 3 h was employed for preparing HDPE composites. The main component of heat-treated eggshell powder (HT-ESP) for preparing the composites was calcium hydroxide.

For the study of eggshell powder (ESP) filled HDPE composites, the shear viscosity of the composites was increased with increasing ESP content. The addition of ESP at various contents did not affect thermal stability of HDPE. In addition, yield strength, tensile stress at break, elongation at break, flexural strength, impact strength, and hardness of the composites were not significantly enhanced by increasing ESP content. However, Young's modulus, flexural modulus, and heat distortion temperature of composites were increased by increasing ESP content. The ductile-brittle transition of the composites occurred at 20 wt% ESP. The rheological, thermal, and mechanical properties of the HDPE composites prepared with ESP were comparable to those of the composites prepared with CaCO_3 .

In addition, when the particle size (D_{50}) of ESP was reduced from 17.1 μm to 14.4 μm , the apparent shear viscosity, melt flow index, thermal stability, and mechanical properties of the HDPE composites prepared with 40 wt% ESP were not significantly different. Furthermore, the 40 wt% ESP/HDPE composites compatibilized with 2 wt% HDPE-g-MAH did not show significant improvement in rheological, thermal, and some mechanical properties such as Young's modulus, and flexural modulus. However, it was found some improvements in these properties, yield strength, tensile stress at break, flexural strength, impact strength, and heat distortion temperature, of the composites.

For HT-ESP/HDPE composites, the apparent shear viscosity of the HDPE composites increased with increasing HT-ESP content. The thermal stability of HDPE composites was slightly improved by increasing HT-ESP content. Young's modulus, yield strength, tensile stress at break, flexural modulus, flexural strength, hardness, and heat distortion temperature of the composites were increased with increasing HT-ESP content. However, elongation at break and impact strength of the composites were decreased with increasing HT-ESP content. In addition, failure behavior of the composite was changed from ductile to brittle at 30 wt% HT-ESP.

Furthermore, the 40 wt% HT-ESP/HDPE composites compatibilized with 2 wt% HDPE-g-MAH had the same rheological, thermal, tensile, flexural, hardness, and heat distortion properties to those of the uncompatibilized HT-ESP/HDPE composites. However, impact strength of the composites was improved by the compatibilization. In addition, the composites at 40 wt% HT-ESP with and without compatibilization were ruptured before yielding under the tensile test.

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญภาพ	ฉ
คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อที่ใช้ในการวิจัย	ด
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญ ที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์หรือเป้าหมายของโครงการวิจัย.....	2
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
1.4 ทฤษฎีหรือกรอบแนวความคิด	3
1.5 การทบทวนเอกสารที่เกี่ยวข้อง.....	3
1.6 ขอบเขตการวิจัย	4
เอกสารอ้างอิง.....	5
บทที่ 2 การศึกษาสมบัติของผงเปลือกไข่และเปลือกไข่ที่ผ่านการตัดแปรด้วยความร้อน	6
2.1 ขอบเขตการวิจัย	6
2.2 วิธีการเตรียมและการตรวจสอบเปลือกไข่บดและการการตัดแปรเปลือกไข่ด้วยความร้อน	6
2.2.1 การเตรียมผงเปลือกไข่และผงแคลเซียมคาร์บอเนต	6
2.2.2 การตัดแปรเปลือกไข่ด้วยความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ	6
2.2.3 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกและองค์ประกอบทางเคมี	6
2.2.4 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อน	7
2.2.5 การตรวจสอบขนาดอนุภาค.....	7
2.2.6 การตรวจสอบลักษณะรูปร่างและพื้นผิว	7

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.3 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล	8
2.3.1 โครงสร้างผลึกของผงเปลือกไข่และเปลือกไข่ตัดแปรด้วยความร้อน	8
2.3.1.1 โครงสร้างผลึกของผงเปลือกไข่.....	8
2.3.1.2 โครงสร้างผลึกของเปลือกไข่ตัดแปร	8
2.3.2 องค์ประกอบทางเคมีของเปลือกไข่ และเปลือกไข่ตัดแปร.....	13
2.3.3 สมบัติทางความร้อน	14
2.3.3.1 สมบัติทางความร้อนของผงเปลือกไข่ และผงเปลือกไข่ตัดแปร	14
2.3.3.2 สมบัติทางความร้อนของเปลือกไข่ตัดแปร	16
2.3.4 ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของอนุภาค.....	24
2.3.5 สัณฐานวิทยาของผงเปลือกไข่และผงเปลือกไข่ตัดแปร	24
2.3.6 สรุปผลการศึกษา.....	26
เอกสารอ้างอิง.....	27
บทที่ 3 การศึกษาพอลิเมอร์คอมพอลิท์จากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและผงเปลือกไข่.....	28
3.1 ขอบเขตการวิจัย	28
3.2 การทดลอง	28
3.2.1 วัสดุและสารเคมี.....	28
3.2.2 การเตรียมพอลิเมอร์คอมพอลิท์จากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและผงเปลือกไข่.....	28
3.2.3 การทดสอบสมบัติทางกล.....	29
3.2.4 การทดสอบสมบัติทางความร้อน.....	29
3.2.5 การทดสอบอุณหภูมิการบิดเบี้ยว.....	29
3.2.6 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของพื้นผิวแตกหักของชิ้นทดสอบ	30
3.3 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล	30
3.3.1 ผลของปริมาณผงเปลือกไข่ต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่	30
3.3.1.1 สมบัติทางกระแสวิทยา.....	30
3.3.1.2 สมบัติทางความร้อน	32

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.1.3 สมบัติทางกล.....	36
3.3.1.4 สมบัติทางสัณฐานวิทยา.....	44
3.3.2 ผลของขนาดอนุภาคผงเปลือกไข่และการใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ต่อ สมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP/HDPE ที่ปริมาณ 40% โดย น้ำหนัก	46
3.3.2.1 สมบัติทางกระแสวิทยา.....	46
3.3.2.2 สมบัติทางความร้อน	48
3.3.2.3 สมบัติทางกล.....	50
3.3.2.4 สัณฐานวิทยา.....	55
3.4 สรุปผลการศึกษา.....	57
เอกสารอ้างอิง.....	58
บทที่ 4 การศึกษาพอลิเมอร์คอมพอสิตจากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและผงเปลือกไข่ ที่ตัดแปรด้วยความร้อน	59
4.1 -ขอบเขตการวิจัย.....	59
4.2 การทดลอง	59
4.2.1 วิธีการเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตจากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและผง เปลือกไข่ที่ตัดแปรด้วยความร้อน (800°C 3 ชั่วโมง).....	59
4.2.2 การทดสอบสมบัติทางกล.....	60
4.2.3 การทดสอบสมบัติทางความร้อน.....	60
4.2.4 การทดสอบอุณหภูมิการบิดเบี้ยว.....	60
4.2.5 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของพื้นผิวแตกหักของชิ้นทดสอบ	60
4.3 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล	61
4.3.1 สมบัติทางกระแสวิทยา	61
4.3.2 สมบัติทางความร้อน.....	62
4.3.3 สมบัติทางกล	65
4.3.4 สมบัติทางสัณฐานวิทยา	74
4.4 สรุปผลการศึกษา.....	76

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
เอกสารอ้างอิง.....	77
ภาคผนวก ก.....	78
ประวัติผู้วิจัย.....	42

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1	ราคาและผลิตภัณฑ์แคลเซียมคาร์บอเนตของไทย จำแนกตามคุณภาพและราคา.....3
2.1	ธาตุองค์ประกอบของเปลือกไข่และเปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง13
2.2	อุณหภูมิการเสื่อมสลาย (T_{peak}) และน้ำหนักที่หายไป (weight loss) ของเปลือกไข่ ผงเปลือกไข่ แคลเซียมคาร์บอเนต และเปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิและเวลาในการดัดแปรต่าง ๆ กัน.....23
2.3	ขนาดอนุภาค และการกระจายตัวของขนาดอนุภาค ผงเปลือกไข่ ผงเปลือกไข่ดัดแปร (800°C เวลา 3 ชั่วโมง) และ แคลเซียมคาร์บอเนต24
3.1	ดัชนีการไหลของ พอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ พอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO ₃ /HDPE ที่ปริมาณของ ESP1 และ CaCO ₃ ต่าง ๆ32
3.2	อุณหภูมิการเสื่อมสลายและน้ำหนักที่เหลืออยู่ (residue) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ พอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO ₃ /HDPE ที่ ปริมาณ ESP1 และ CaCO ₃ ต่าง ๆ36
3.3	สมบัติการต้านทานต่อแรงดึงของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO ₃ /HDPE ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO ₃ ต่าง ๆ41
3.4	มอดูลัสแรงดึงและความต้านทานแรงดึงของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO ₃ /HDPE ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO ₃ ต่าง ๆ42
3.5	ความต้านทานแรงกระแทกแบบไอซอดไม์บากของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO ₃ /HDPE ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO ₃ ต่าง ๆ43
3.6	ความแข็งและอุณหภูมิบิดงอของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และพอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO ₃ /HDPE ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO ₃ ต่าง ๆ44
3.7	ดัชนีการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE ที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ (ESP) 40% โดยน้ำหนัก47
3.8	อุณหภูมิการเสื่อมสลายของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก50

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
3.9 สมบัติความต้านทานแรงดึงของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก.....	52
3.10 มอดูลัสแรงค้ำและความต้านทานต่อแรงค้ำของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก	54
3.11 ความต้านทานแรงกระแทก ความแข็ง และอุณหภูมิการบิดงอของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก.....	54
4.1 ดัชนีการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่เติมตัวและไม่เติม HDPE-g-MAH.....	62
4.2 อุณหภูมิการเชื่อมสลายของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่เติมตัวและไม่เติม HDPE-g-MAH	63
4.3 มอดูลัสของยังค์ ค่าการยืดตัว ณ จุดขาด ค่าความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุด คราก และค่าความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ทั้งที่ไม่เติมและเติม HDPE-g-MAH.....	69
4.4 มอดูลัสแรงค้ำ และความต้านทานต่อแรงค้ำของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ทั้งเติมและไม่เติม HDPE-g-MAH.....	71
4.5 ความต้านทานต่อแรงกระแทกแบบไอซอดไม์บาคของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ทั้งที่ไม่เติมและเติม HDPE-g-MA.....	72
4.6 ความแข็งและอุณหภูมิการบิดงอของพอลิเมอร์คอมพอสิตพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ทั้งไม่เติมและเติม HDPE-g-MAH.....	73

สารบัญภาพ

รูปที่	หน้า
1.1	แผนภาพโครงสร้างของไขไก่.....1
2.1	กราฟระหว่างองศาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และความเข้มสัญญาณของผงเปลือก ไขและแคลเซียมคาร์บอเนต8
2.2	กราฟระหว่างองศาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และความเข้มสัญญาณของเปลือกไข ตัดแปรด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 16 20 และ 24 ชั่วโมง9
2.3	กราฟระหว่างองศาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และความเข้มสัญญาณของเปลือก ไขตัดแปรด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 670°C เป็นเวลา 12 และ 16 ชั่วโมง10
2.4	กราฟระหว่างองศาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และความเข้มสัญญาณของเปลือก ไขตัดแปรด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 770°C เป็นเวลา 4 และ 6 ชั่วโมง11
2.5	กราฟระหว่างองศาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และความเข้มสัญญาณของเปลือก ไขตัดแปรด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 4 และ 5 ชั่วโมง12
2.6	กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของเปลือกไข (ES) ผงเปลือกไข (ESP) เมมเบรน เปลือกไข (ESM) และแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO ₃).....15
2.7	กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของผงเปลือกไขและเปลือกไขตัดแปรที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 16 20 และ 24 ชั่วโมง17
2.8	กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของผงเปลือกไขและเปลือกไขตัดแปรที่อุณหภูมิ 670°C เป็นเวลา 12 และ 16 ชั่วโมง19
2.9	กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของผงเปลือกไขและเปลือกไขตัดแปรที่อุณหภูมิ 770°C เป็นเวลา 4 และ 6 ชั่วโมง.....20
2.10	กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของผงเปลือกไขและเปลือกไขตัดแปรที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 4 และ 5 ชั่วโมง22
2.11	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (x200) และกราฟการ กระจายตัวของขนาดอนุภาค CaCO ₃ (a) ESP (b) และ HT-ESP1 (c)25
3.1	กราฟระหว่างความหนืดเฉือนปรากฏและอัตราเฉือนปรากฏของพอลิเมอร์คอมพ สิต ESP1/HDPE (a) และ CaCO ₃ /HDPE (b) ที่ปริมาณของ ESP1 และ CaCO ₃ ต่าง ๆ31

สารบัญญภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.2 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเมอร์คอมพอลิธ ESP1/HDPE ที่ปริมาณ ESP1 ต่าง ๆ.....	34
3.3 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเมอร์คอมพอลิธ CaCO ₃ /HDPE ที่ปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตแตกต่างกัน.....	35
3.4 กราฟ ความเค้น-ความเครียด จากการทดสอบแรงดึงของพอลิเมอร์คอมพอลิธ ESP1/HDPE (a) และ CaCO ₃ /HDPE (b) ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO ₃ ต่าง ๆ.....	37
3.5 กราฟระหว่างมอดุลัสของยังค์ (—) และ การยืดตัว ณ จุดขาด (— —) ของพอลิเมอร์คอมพอลิธ ESP1/HDPE และ CaCO ₃ /HDPE ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO ₃ ต่าง ๆ.....	38
3.6 กราฟระหว่างความต้านทานแรงดึง ณ จุด คราก (—) และ ความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาด (— —) ของพอลิเมอร์คอมพอลิธ ESP1/HDPE และ CaCO ₃ /HDPE ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO ₃ ต่าง ๆ.....	40
3.7 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (x300) ของพอลิเมอร์คอมพอลิธ ESP1/HDPE (a) และ CaCO ₃ /HDPE (b): 10% (1) 20% (2) 30% (3) และ 40% (4) โดยน้ำหนั.....	45
3.8 กราฟระหว่างความหนืดเนียนปรากฏและอัตราการเนียนปรากฏของพอลิเมอร์คอมพอลิธ ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE ที่มีการเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนั.....	47
3.9 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของพอลิเมอร์คอมพอลิธ ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนั.....	49
3.10 กราฟของมอดุลัสของยังค์ และการยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอลิธ ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนั.....	51
3.11 กราฟของค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุด คราก และค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอลิธ ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนั.....	52

สารบัญญภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.12 กราฟของมอดูลัสแรงค้ำและความต้านทานต่อแรงค้ำของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก	53
3.13 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยาย 300x (1) และ 1000x (2) ของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP1/HDPE (a) ESP2/HDPE (b) และ ESP2/HDPE ที่มีการเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ (c) ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก	56
4.1 กราฟระหว่างความหนืดเฉือนปรากฏและอัตราการเฉือนปรากฏต่าง ๆ ของพอลิเมอร์คอมพอลิที HT-ESP1/HDPE ที่เติมและไม่มีการเติม HDPE-g-MAH	61
4.2 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิเมอร์คอมพอลิที HT-ESP1/HDPE ที่ไม่เติมและเติม HDPE-g-MAH	64
4.3 กราฟระหว่างความเค้นและความเครียดจากการทดสอบความทนต่อแรงดึงของพอลิเมอร์คอมพอลิที HT-ESP1/HDPE ที่ไม่เติมและเติม HDPE-g-MAH.....	65
4.4 กราฟระหว่างมอดูลัสของยังค์และปริมาณของ HT-ESP1 ของพอลิเมอร์คอมพอลิที HT-ESP1/HDPE	67
4.5 กราฟของการยืดตัว ณ จุดขาดและปริมาณของ HT-ESP1 ของพอลิเมอร์คอมพอลิที HT-ESP1/HDPE	67
4.6 กราฟระหว่างความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุด คราก และปริมาณของ HT-ESP1 ของพอลิ-เมอร์คอมพอลิที HT-ESP1/HDPE.....	68
4.7 กราฟระหว่างความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด และปริมาณของ HT-ESP1 ของพอลิเมอร์คอมพอลิที HT-ESP1/HDPE.....	68
4.8 กราฟระหว่างมอดูลัสแรงค้ำและปริมาณของ HT-ESP1 ของพอลิเมอร์คอมพอลิที HT-ESP1/HDPE	70
4.9 กราฟระหว่างความต้านทานต่อแรงค้ำและปริมาณของ HT-ESP1 ของพอลิเมอร์คอมพอลิที HT-ESP1/HDPE.....	71

สารบัญภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.10	
ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(x300) ของพอลิเมอร์คอม	
พอลิทีท: 10 wt% HT-ESP1(a) 20 wt% HT-ESP1 (b) 30 wt% HT-ESP1 (c) 40 wt%	
HT-ESP1 (d) และ 40 wt% HT-ESP1+ 2% HDPE-g-MAH (e)	75

คำอธิบายคำย่อที่ใช้ในการวิจัย

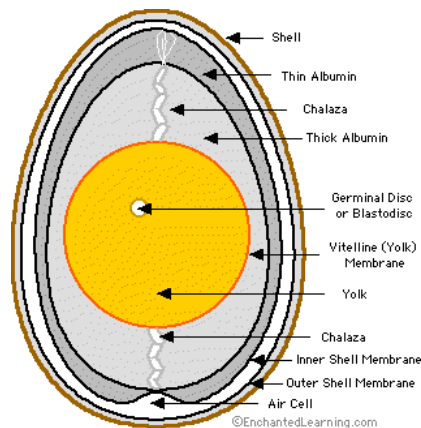
DTGA	Differential Thermogravimetric Analysis
ES	eggshell
ESP	eggshell powder
HDPE	high density polyethylene
HDPE-g-MAH	maleic anhydride grafted high density polyethylene
HDT	heat deflection temperature
HT-ESP	heat-treated eggshell powder
SEM	Scanning electron microscope
TGA	Thermogravimetric Analysis

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญ ที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

เปลือกไข่ไก่เป็นผลิตภัณฑ์ธรรมชาติที่หาได้ง่ายภายในประเทศ และยังไม่มีการนำมาใช้ประโยชน์อย่างจริงจัง เปลือกไข่ไก่เป็นเซรามิกคอมโพสิตทางชีวภาพ (biocomposite ceramic) โครงสร้างของเปลือกไข่ไก่มีส่วนประกอบที่สำคัญคือ ผลึกแคลไซต์ของแคลเซียมคาร์บอเนต (calcium carbonate) และ สารอินทรีย์ในปริมาณเล็กน้อย [1-3] สำหรับเปลือกไข่ไก่กระจอกเทศมีปริมาณแคลไซต์สูงถึง 96% [4] ด้านในของเปลือกไข่ประกอบด้วยชั้นเมมเบรน (shell membrane) ซึ่งเป็นสารจำพวกโปรตีน [5] สองชั้น คือ เมมเบรนชั้นนอก (outer shell membrane) และ เมมเบรนชั้นใน (inner shell membrane) ดังแสดงในรูปที่ 1



รูปที่ 1 แผนภาพแสดงโครงสร้างของไข่ไก่ [6]

แคลเซียมคาร์บอเนตมีการใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมพอลิเมอร์คอมโพสิต ดังนั้นจึงมีความเป็นไปได้สูงที่เปลือกไข่ไก่จะเป็นวัสดุทดแทนแคลเซียมคาร์บอเนตในพอลิเมอร์คอมโพสิตได้เป็นอย่างดี ข้อดีของการใช้เปลือกไข่ไก่สำหรับพอลิเมอร์คอมโพสิต คือ เป็นการเพิ่มประโยชน์ใช้สอยของเปลือกไข่ไก่ซึ่งเป็นวัสดุภายในประเทศและลดขยะจากไข่ไก่ เป็นการพัฒนาวัสดุเชิงประกอบชนิดใหม่ที่มีเปลือกไข่ไก่เป็นองค์ประกอบ และ ลดต้นทุนการผลิตแคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้ในอุตสาหกรรมพลาสติก

สารตัวเติมที่นิยมใช้ในพอลิเอทิลีนคือ แคลเซียมคาร์บอเนต โดยจัดเป็น reinforcing filler สำหรับพอลิเมอร์คอมโพสิต ผงเปลือกไข่จึงมีศักยภาพสูงในการใช้เป็น bio reinforcing filler สำหรับวัสดุพอลิเอทิลีนคอมโพสิต เนื่องจากเปลือกไข่ไก่เป็นวัสดุที่ได้จากธรรมชาติ

ในขณะนี้ยังไม่พบงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการใช้เปลือกไข่ไก่ในพอลิเอทิลีนคอมโพสิต จึงสมควรเป็นอย่างยิ่งที่จะศึกษาวิจัยการใช้เปลือกไข่ไก่เป็น bio reinforcing filler เพื่อใช้ทดแทนแคลเซียมคาร์บอเนตที่ได้จากการสกัดแร่ที่เป็นทรัพยากรธรรมชาติที่นับวันจะลดน้อยลงและหมดไปในที่สุด

1.2 วัตถุประสงค์หรือเป้าหมายของโครงการวิจัย

- เพื่อใช้เปลือกไข่ไก่ที่เป็นทรัพยากรที่มีอยู่ให้เกิดประโยชน์สูงสุด เป็นการลดขยะจากไข่ไก่และเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับเปลือกไข่ไก่
- เพื่อนำเปลือกไข่ไก่มาใช้เป็นสารตัวเติมสำหรับพอลิเอทิลีนคอมโพสิตที่สามารถใช้ประโยชน์ได้ในเชิงพาณิชย์ โดยวัสดุที่ได้มีสมบัติที่เหมาะสมต่อการใช้งาน
- เพื่อส่งเสริมการพึ่งพาตนเองจากการใช้วัตถุดิบจากทรัพยากรภายในประเทศ
- เพื่อตอบสนองต่อยุทธศาสตร์ของชาติในการพัฒนาศักยภาพการแข่งขันทางอุตสาหกรรม

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- เป็นองค์ความรู้ในการวิจัยต่อไปสำหรับเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตจากผงเปลือกไข่ไก่
- บริการความรู้แก่ภาคธุรกิจอุตสาหกรรมพอลิเมอร์คอมโพสิต
- นำไปสู่การผลิตเชิงพาณิชย์
- เป็นการพัฒนาทางด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีวัสดุของประเทศอย่างต่อเนื่อง
- เป็นการพัฒนานักวิจัยรุ่นใหม่ให้สามารถเริ่มการวิจัยและพัฒนาได้ และดำเนินการวิจัยต่อไปได้อย่างต่อเนื่องในระยะยาว
- เป็นการลดปริมาณขยะจากไข่ไก่ และ เป็นการสร้างมูลค่าเพิ่มให้แก่เปลือกไข่ไก่

หน่วยงานที่จะนำผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์

- ผู้ประกอบการอุตสาหกรรมพอลิเมอร์คอมโพสิต
- ผู้ประกอบการและเกษตรกรผู้เลี้ยงไก่ไข่
- มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

1.4 ทฤษฎีหรือกรอบแนวความคิด

เปลือกไข่ไก่แม้จะมีแคลเซียมคาร์บอเนตในปริมาณสูง อย่างไรก็ตามยังประกอบด้วยสารอินทรีย์จากชั้นเมมเบรน และ เมทริกซ์โปรตีน ในงานวิจัยนี้จึงใช้เปลือกไข่ทั้งในรูปเปลือกไข่ผงที่ได้จากการบด และกำจัดสารอินทรีย์ก่อนการใช้โดยการตัดแปรด้วยความร้อน ที่อุณหภูมิที่ต่ำกว่าและสูงกว่าอุณหภูมิการเกิดคาร์บอนเนชัน (decarbonation) ของแคลเซียมคาร์บอเนต

1.5 การทบทวนเอกสารที่เกี่ยวข้อง

แคลเซียมคาร์บอเนต ใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น อุตสาหกรรมพลาสติก อุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมสี อุตสาหกรรมวัสดุก่อสร้าง เช่น กระจกเบื้องหลังคา คอนกรีตผสมเสร็จ รวมไปถึงในอุตสาหกรรมหนังสือพิมพ์ และผ้าอ้อมเด็ก อัตราเติบโตแคลเซียม คาร์บอเนตของไทย ปัจจุบันอยู่ในอัตราร้อยละ 10 ต่อปี มีบริษัทผลิตแคลเซียมคาร์บอเนตเพิ่มขึ้น 9 ราย ในจำนวนนี้เป็นบริษัทจากต่างชาติ 2 ราย บริษัทสุรินทร์ ออมยา เป็นผู้ผลิตและจำหน่ายแคลเซียมคาร์บอเนตที่มีกำลังการผลิตมากที่สุดในประเทศไทย ด้วยกำลังการผลิต 3.6 แสนตันต่อปีเป็นวัตถุดิบให้กับอุตสาหกรรมในประเทศ ปัจจุบันแคลเซียมคาร์บอเนตมีตลาดรวมอยู่ที่ 8 แสนตันต่อปี คิดเป็นร้อยละ ของกำลังการผลิตป้อนให้กับอุตสาหกรรมในประเทศ มีมูลค่าตลาดรวม 2,000 ล้านบาท [7] ราคาแคลเซียมคาร์บอเนตประมาณ 1000-8000 บาท/ตัน ทั้งนี้ขึ้นกับคุณภาพและขนาดของอนุภาค [8]

แคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้ในอุตสาหกรรมพลาสติกส่วนใหญ่เป็นชนิด GCC (ground calcium carbonate) ที่ได้จากการบด แคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้สำหรับปรับปรุงเนื้อพลาสติกให้มีความแข็งแรงขึ้นควรมีสมบัติดังนี้ มีความบริสุทธิ์สูง ไม่มีโลหะที่ก่อให้เกิดปฏิกิริยา มีความขาวสูง ไม่เกาะกันเป็นกลุ่มก้อน ไม่ดูดกลืนสารเติมแต่ง มีพื้นผิวจำเพาะตัว ไม่กักร่อนชิ้นงานของเครื่องจักรกระจายตัวได้ดี ไม่เป็นพิษ ไม่มีกลิ่น ทนความร้อนได้สูงถึง 600°C [8]

เปลือกไข่มีส่วนประกอบที่สำคัญ คือ ฟอสฟอรัสของแคลเซียมคาร์บอเนต (calcium carbonate) และสารอินทรีย์ในปริมาณเล็กน้อย มนุษย์ได้ใช้ผงเปลือกไข่เป็นสารเติมแต่งอาหาร (food additive) [9] และใช้เป็นส่วนผสมของวัสดุฉนวนอากาศ ได้มีการศึกษาวิจัยที่เกี่ยวข้องกับเปลือกไข่ ได้แก่ การศึกษาผลของการใช้ผงเปลือกไข่ (Eggshell Powder, ESP) เป็นแหล่งของแคลเซียมสำหรับการบริโภคที่มีต่อความหนาแน่นของกระดูก (Bone Mineral Density, BMD) [9,10] การศึกษาการแยกโปรตีนไกลโคซอมิโนไกลเคน (glycosaminoglycans) จากเปลือกไข่ไก่ [11] การศึกษาวิธีการทำบริสุทธิ์โอโวแคลลิซิน-32 (ovocalyxin-32) ซึ่งเป็นสารที่สกัดได้จากเปลือกไข่ [12] และการใช้เปลือกไข่ในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (hydroxyl-apatite) และ ไตรแคลเซียมฟอสเฟต (tricalcium phosphate) เพื่อใช้ในการทำวัสดุทดแทนกระดูก [13]

นอกจากที่กล่าวข้างต้นได้มีการศึกษาการคัดแปรเปลือกไข่นกกระจอกเทศ (*Struthio camelus*) ด้วยความร้อนสูงกว่า 500°C องค์ประกอบที่คงอยู่คือผลึกแคลไซต์ (calcite) และถ้าให้ความร้อนประมาณ 500°C ผลึกจะจัดเรียงตัวในแนวแกนที่ตั้งฉากกับแมมเบรนชั้นในของเปลือกไข่ [2] อย่างไรก็ตามไม่พบงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการใช้เปลือกไข่ไก่ในพอลิเมอร์คอมโพสิต

ตารางที่ 1 ราคาและผลิตภัณฑ์แคลเซียมคาร์บอเนตของไทย จำแนกตามคุณภาพและราคา [8]

ขนาดอนุภาค (ไมครอน)	แคลเซียมคาร์บอเนต (%)	ความขาว	การใช้ประโยชน์	ราคา (บาท/ตัน)
0.3-1	98.5	>95	อุตสาหกรรมกระดาษในรูป slurry 65-75% solid	5000-8000
1-2	98.5	>95	อุตสาหกรรมกระดาษเกรดสูง อุตสาหกรรมสีเกรดสูง อุตสาหกรรมพลาสติกเกรดสูง	3000-5000 2500-5000
2-3	98.5	>95	อุตสาหกรรมสี อุตสาหกรรมพลาสติก และพีวีซี อุตสาหกรรมยาง เสื่อน้ำมัน wall paper กระสอบปุ๋ย ถุงพลาสติก	1500-2000 1000-15000
5	98	>94	อุตสาหกรรมสีเกรดต่ำ	1000-15000
45	98	>94	ผงซักฟอก ยาสีฟัน อุตสาหกรรมยาง	800-1000
147	98	>94	อาหารสัตว์และปุ๋ย	400-600

1.6 ขอบเขตการวิจัย

- เตรียมเปลือกไข่ผง โดยการบดและคัดแปรเปลือกไข่ด้วยความร้อน ที่อุณหภูมิระหว่าง 650-880°C
- เตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตจากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและผงเปลือกไข่ ไข่ผงเปลือกไข่สองขนาด และใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้
- เตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตจากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและผงเปลือกไข่ที่คัดแปรด้วยความร้อน และใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้

เอกสารอ้างอิง

1. S.E. Solomon (1997). **Egg and Eggshell Quality**. Manson Publishing, London,.
2. A. Heredia, A.G. Rodriguez-Hernandez, L.F. Lozano, M.A. Pena-Rico, R. Velazquez, V.A. Basiuk, and L. Bucino (2005). **Material Science and Engineering**. **C25**: 1-9.
3. M.S. Fernandez, M. Araya, and J.L. Arias (1997). **Matrix Biology**. **16**: 13-20.
4. A. Heredia, L.F. Lozano, C.A. Martinez-Matias, M.A. Pena-Rico, A.G. Rodriguez-Hernandez, M.V. Garcia-Garduno, V.A. Basiuk, L. Bucino, and E. Orozco (2002). **MRS Symposium Proceedings**. 724: N7.5.1.
5. <http://www.exploratorium.edu/cooking/eggs/eggcomposition.html>
6. <http://www.EnchantedLearning.com>
7. ที่มา: **กรุงเทพธุรกิจ** วันศุกร์ที่ 2 มิถุนายน พ.ศ. 2549.
8. กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่. **แคลเซียมคาร์บอเนต**. พิมพ์ครั้งที่ 1 2547.
9. A. Schaafsma, I. Pakan, G.J.H. Hofstede, F.A.J. Muskiet, E. Van Der Veer, and P.J.F. De Vries (2000). **Poultry Science**. 79: 1833-1838.
10. A. Schaafsma, J.J. Van Doormaal, F.A.J. Muskiet, G.J.H. Hofstede, I. Pakan, and E. Van Der Veer (2002). **British Journal of Nutrition**. 87: 267-275.
11. T. Nakano, N. Ikawa, and L. Ozimek (2001). **Poultry Science**. 80: 681-684.
12. M.T. Hincke, J. Gautron, K. Mann, M. Panheleux, M.A. McKee, M. Bain, S.E. Solomon, and Y. Nys (2003). **Connective Tissue Research**. 44: 16-19.
13. N-S Oh, Y-H Na, S-W Ji, S-W Song, S-H Oh, S-J Lee, M-H Lee (2007). **Bioceramics**. 19: 23-26.

บทที่ 2

การศึกษาสมบัติของผงเปลือกไข่และเปลือกไข่ที่ผ่านการตัดแปรด้วยความร้อน

2.1 ขอบเขตการวิจัย

- เตรียมผงเปลือกไข่โดยการบดและตรวจสอบลักษณะจำเพาะ
- ตรวจสอบประสิทธิภาพการตัดแปรเปลือกไข่ไก่ด้วยความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ
- ตรวจสอบคุณลักษณะจำเพาะเชิงเปรียบเทียบระหว่างเปลือกไข่ไก่ที่ไม่ผ่านและผ่านการตัดแปรด้วยความร้อน

2.2 การทดลอง

2.2.1 วัสดุ

- เปลือกไข่ไก่ที่ใช้ในงานวิจัยได้จากร้านเบเกอร์ (30ฟอง/วัน)ของฟาร์มมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
- แคลเซียมคาร์บอเนต (commercial grade) ได้รับความอนุเคราะห์จาก Sand and Soil Industry Co., Ltd.

2.2.2 การเตรียมผงเปลือกไข่และผงแคลเซียมคาร์บอเนต

- ทำความสะอาดเปลือกไข่ด้วยน้ำสะอาด ตากให้แห้ง และบดให้เป็นผงละเอียดด้วย ball mill คัดแยกขนาดด้วยตะแกรงทดสอบ 230-325 mesh
- บดแคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้เป็นสารตัวเติมในเชิงพาณิชย์ให้เป็นผงละเอียดด้วย ball mill คัดแยกขนาดด้วยตะแกรงทดสอบ 230-325 mesh

2.2.3 การตัดแปรเปลือกไข่ด้วยความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ

- นำเปลือกไข่ที่ล้างสะอาดแล้วไปตัดแปรด้วยความร้อนในเตาเผาที่อุณหภูมิ และเวลาต่าง ๆ กันดังแสดงข้างล่างนี้
650°C: 16 20 24 ชั่วโมง
670°C: 12 16 ชั่วโมง
770°C: 4 6 ชั่วโมง
800°C: 3 4 5 ชั่วโมง
- นำเปลือกไข่ตัดแปรที่ได้ไปบดด้วยเครื่อง ball mill คัดแยกขนาดด้วยตะแกรงทดสอบ 230-325 mesh

2.2.4 การตรวจสอบโครงสร้างผลึก

ตรวจสอบโครงสร้างผลึกของผงเปลือกไข่ และ เปลือกไข่ที่ตัดแปรด้วยความร้อนโดยใช้ X-ray diffractometer (Bruker AXS, D5005) 2θ อยู่ในช่วง $5-70^\circ$ scan step 0.02° scan speed 0.5 s/step accelerating voltage 40 kV และ กระแส 40 mA

2.2.5 การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี

ตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของผงเปลือกไข่ และ เปลือกไข่ที่ตัดแปรด้วยความร้อนโดยใช้ X-ray fluorescence spectrometer (Philips, PW2400 K_α radiation) ภายใต้ accelerating voltage $80-100$ kV และ กระแส $24-30$ mA

2.2.6 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อน

ตรวจสอบสมบัติทางความร้อน โดยการวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน (Thermogravimetric Analysis: TGA) ด้วยเครื่อง Thermal Analyzer (TA Instrument model SDT2960) โดยให้ความร้อนในอัตราเร็วคงที่ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จากอุณหภูมิห้องจนถึง 1100 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน

2.2.7 การตรวจสอบขนาดอนุภาค

ตรวจสอบขนาดอนุภาคและการกระจายขนาด โดยใช้เครื่องวัดขนาด (Particle Analyzer, Malvern, Mastersizer S: range length 300RF, beam length 2.40 mm)

2.2.8 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา

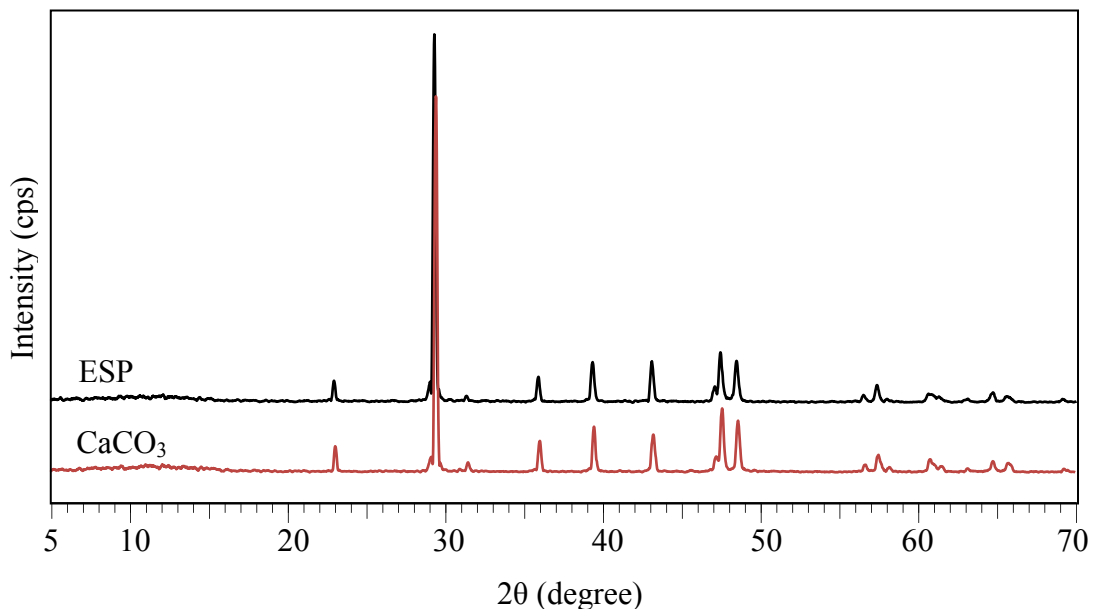
ตรวจสอบโดยใช้เทคนิคไมโครสโคปีแบบอิเล็กตรอนส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM model JOEL/JSM-6400) ที่ 20 kV ซึ่งตัวอย่างจะถูกเคลือบด้วยทองเพื่อเพิ่ม contrast และช่วยป้องกันการถูกทำลายขึ้นตัวอย่างจากลำอิเล็กตรอน

2.3 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

2.3.1 โครงสร้างผลึกของผงเปลือกไข่และเปลือกไข่ดัดแปรด้วยความร้อน

2.3.1.1 โครงสร้างผลึกของผงเปลือกไข่

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงเปลือกไข่และแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) แสดงในรูปที่ 2.1 พีคสูงสุดของแคลเซียมคาร์บอเนตเกิดที่มุม 2θ เท่ากับ 29.5° รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผงเปลือกไข่สอดคล้องกับรูปแบบของแคลเซียมคาร์บอเนตเป็นอย่างดี รูปแบบดังกล่าวแสดงถึงคุณลักษณะของแคลไซต์ซึ่งมีโครงสร้างเป็นรอมโบฮีดรอล ($a = 4.9887$, $b = 4.9887$, $c = 17.0529$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$).

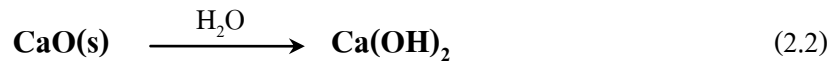
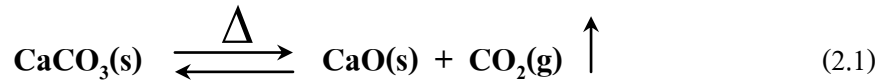


รูปที่ 2.1 กราฟระหว่างองศาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และความเข้มสัญญาณของผงเปลือกไข่และแคลเซียมคาร์บอเนต

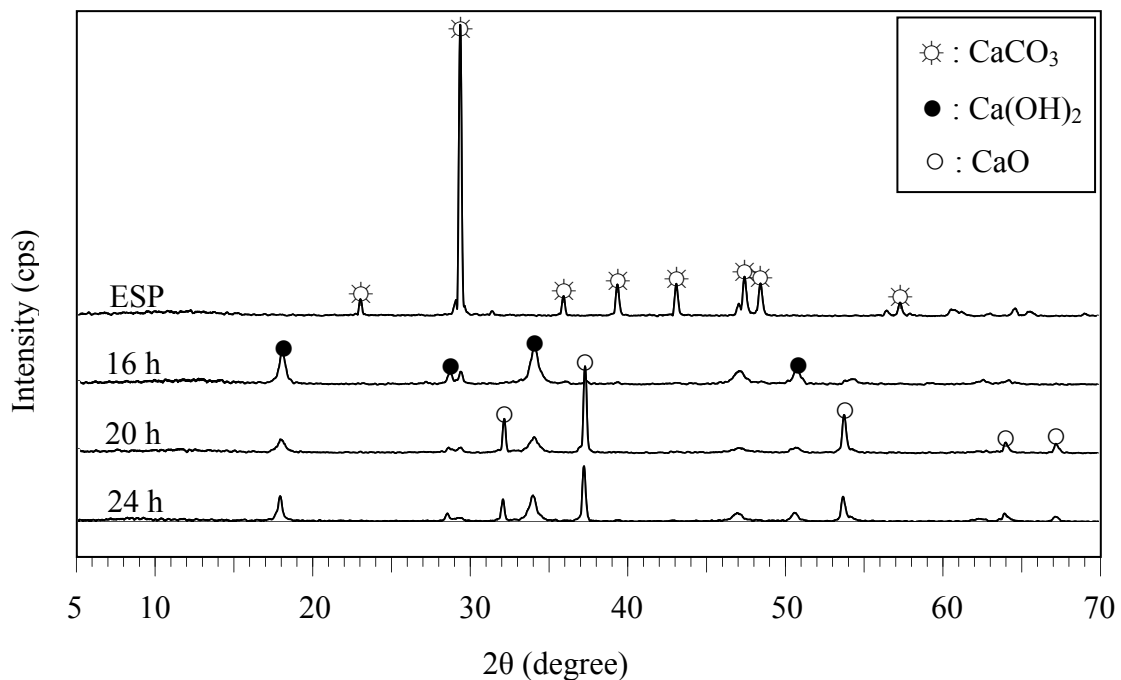
2.3.1.2 โครงสร้างผลึกของเปลือกไข่ดัดแปร

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเปลือกไข่ดัดแปรด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 16, 20 และ 24 ชั่วโมง แสดงในรูปที่ 2.2 เมื่อเปลือกไข่ถูกดัดแปรที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลานานน้อยกว่า 16 ชั่วโมงเปลือกไข่ดัดแปรที่ได้จะมีสีดำ เนื่องจากการเสื่อมสลายที่ไม่สมบูรณ์ของเมทริกซ์โปรตีน และเมมเบรนหุ้มเปลือกไข่ รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 16 ชั่วโมงแสดงให้เห็นว่าเปลือกไข่ดัดแปรประกอบด้วย 3 องค์ประกอบ คือ แคลเซียมออกไซด์ (CaO) แคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH)_2) และ แคลเซียม

คาร์บอนเนต แต่เปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 20 และ 24 ชั่วโมง ประกอบด้วย เฉพาะ แคลเซียมออกไซด์ และแคลเซียมไฮดรอกไซด์เท่านั้น แคลเซียมออกไซด์เกิดจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอนเนต ดังสมการ (2.1):

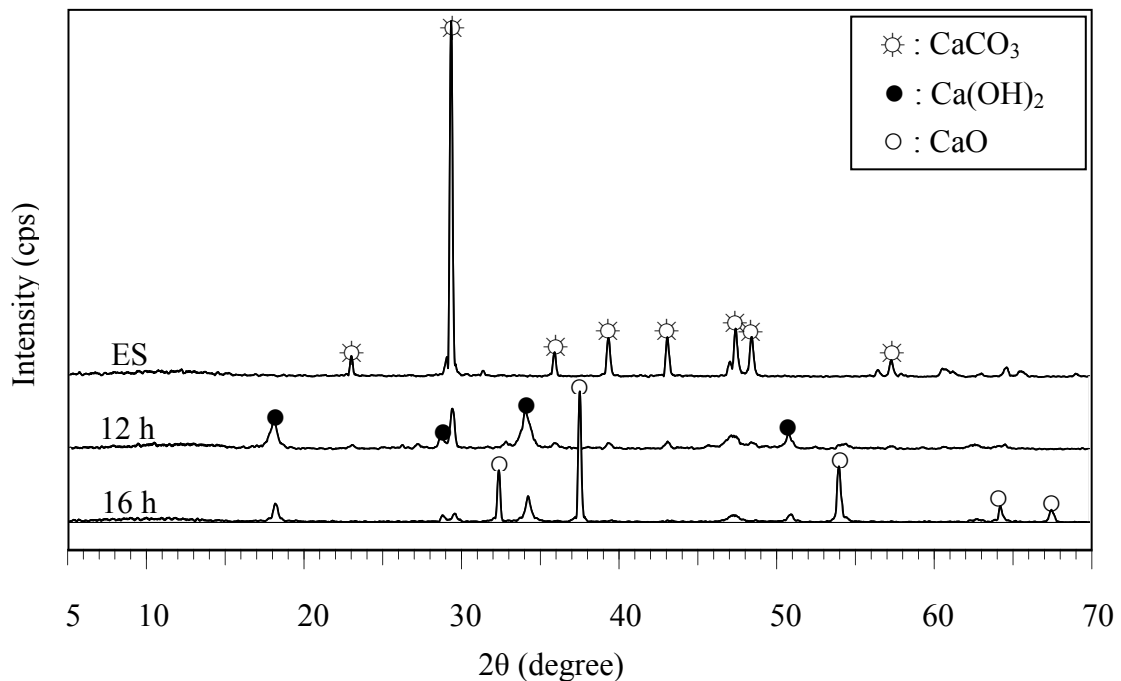


อย่างไรก็ตาม เมื่อเปลือกไข่ดัดแปรสัมผัสกับความชื้นในบรรยากาศ ความชื้นดังกล่าวจะเข้าทำปฏิกิริยากับแคลเซียมออกไซด์แล้วจึงเปลี่ยนไปเป็นแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ดังแสดงในสมการ (2.2) เมื่อเพิ่มเวลาในการดัดแปรปริมาณแคลเซียมคาร์บอนเนตลดลงอย่างมีนัยสำคัญแต่ปริมาณแคลเซียมออกไซด์เพิ่มขึ้น การเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอนเนตเกิดขึ้นเกือบสมบูรณ์ที่เวลาในการดัดแปรมากกว่า 16 ชั่วโมง



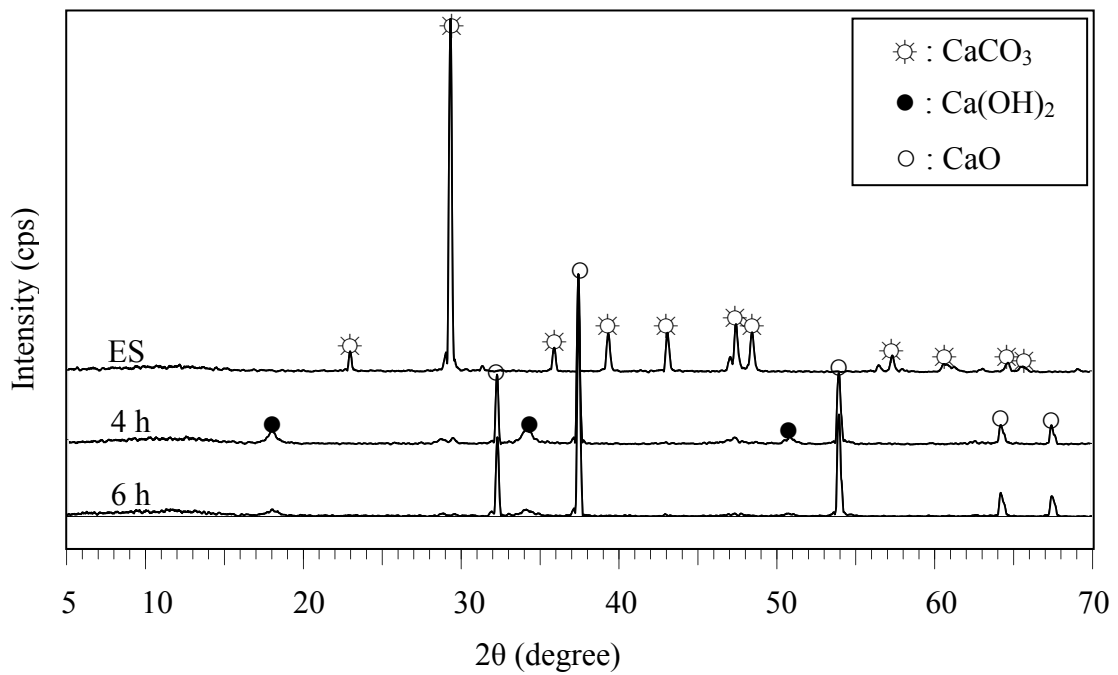
รูปที่ 2.2 กราฟระหว่างองศาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และความเข้มสัญญาณของเปลือกไข่ดัดแปรด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 16 20 และ 24 ชั่วโมง

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเปลือกไข่ดัดแปรด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 670°C เป็นเวลา 12 และ 16 ชั่วโมง แสดงในรูปที่ 2.3 เมื่อเปลือกไข่ถูกดัดแปรที่อุณหภูมิ 670°C เป็นเวลาน้อยกว่า 12 ชั่วโมง เปลือกไข่ที่ได้จะมีสีดำ เปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 670°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมงประกอบด้วย 3 องค์ประกอบ คือ แคลเซียมออกไซด์ แคลเซียมไฮดรอกไซด์ และแคลเซียมคาร์บอเนต ส่วนเปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 670°C เป็นเวลา 16 ชั่วโมงประกอบด้วย 2 องค์ประกอบที่สำคัญอย่างชัดเจน คือ แคลเซียมออกไซด์และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ การเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตเกิดขึ้นเกือบสมบูรณ์ที่เวลาการดัดแปร 16 ชั่วโมง



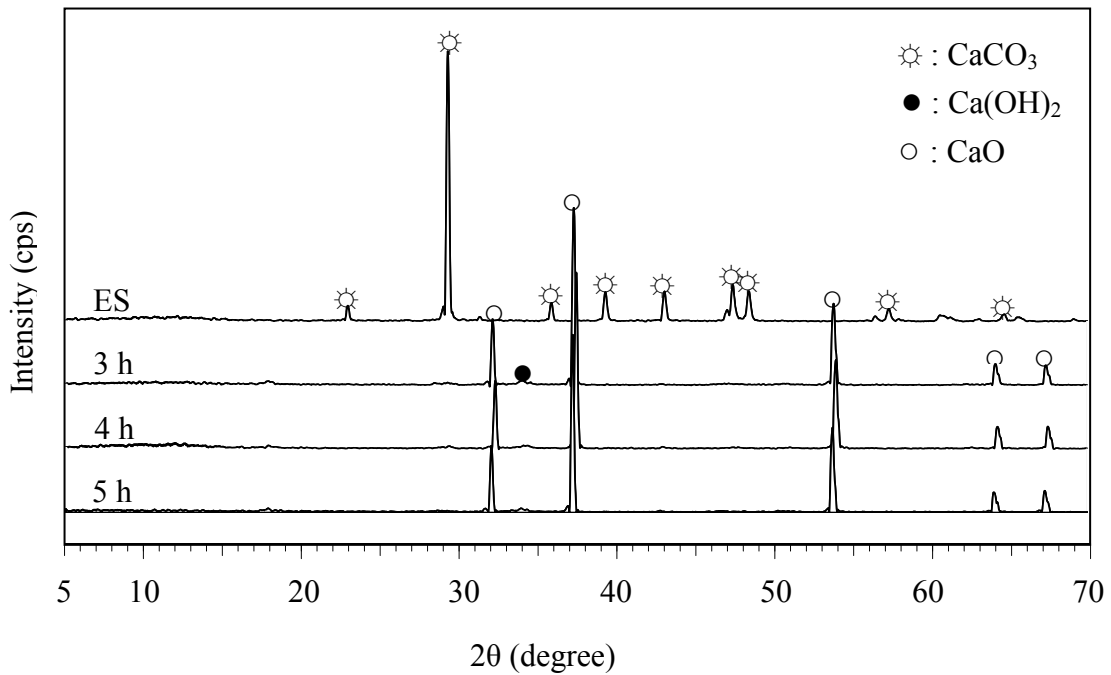
รูปที่ 2.3 กราฟระหว่างองศาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และความเข้มสัญญาณของเปลือกไข่ดัดแปรด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 670°C เป็นเวลา 12 และ 16 ชั่วโมง

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเปลือกไข่ที่ดัดแปรด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 770°C เป็นเวลา 4 และ 6 ชั่วโมง แสดงในรูปที่ 2.4 นอกจากนั้นเปลือกไข่ยังได้ถูกดัดแปร เป็นเวลา 3 ชั่วโมงอีกด้วย แต่ไม่สามารถกำจัดสารอินทรีย์ได้อย่างสมบูรณ์ โดยปรากฏให้เห็นเป็นสีดำ รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์แสดงให้เห็นว่าเปลือกไข่ดัดแปรประกอบด้วยสาร 2 ชนิด คือ แคลเซียมออกไซด์ และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ เห็นอย่างชัดเจนว่าแคลเซียมคาร์บอเนตเสื่อมสลายได้อย่างสมบูรณ์ที่เวลาการดัดแปร 4 ชั่วโมง



รูปที่ 2.4 กราฟระหว่างองศาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และความเข้มสัญญาณของเปลือกไข่ดัดแปรด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 770°C เป็นเวลา 4 และ 6 ชั่วโมง

เมื่อเปลือกไข่ถูกตัดแปรด้วยอุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 4 และ 5 ชั่วโมง พิกที่แสดงความเป็นแคลเซียมคาร์บอเนตไม่ปรากฏให้เห็นอีกต่อไป ดังแสดงในรูปที่ 2.5 นั้นแสดงว่าแคลเซียมคาร์บอเนตได้เสื่อมสลายอย่างสมบูรณ์ที่เวลาการตัดแปร 3 ชั่วโมง องค์ประกอบของเปลือกไข่ตัดแปรด้วยอุณหภูมิ 800°C ประกอบด้วย แคลเซียมออกไซด์ และแคลเซียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ 2.5 กราฟระหว่างองศาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และความเข้มสัญญาณของเปลือกไข่ตัดแปรด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 4 และ 5 ชั่วโมง

กล่าวโดยสรุปคือเมื่อเพิ่มอุณหภูมิและเวลาในการตัดแปรจะทำให้ได้แคลเซียมออกไซด์เพิ่มมากขึ้น และสารอินทรีย์ถูกกำจัดออกไปได้เพิ่มมากขึ้นเช่นกัน การกำจัดสารอินทรีย์ในเปลือกไข่โดยการตัดแปรด้วยอุณหภูมิ 650°C และ 670°C ใช้เวลานานกว่าการตัดแปรด้วยอุณหภูมิ 770°C และ 800°C เนื่องจากอุณหภูมิ 770°C และ 800°C เป็นอุณหภูมิที่ใกล้เคียงกับอุณหภูมิของการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนต และสูงกว่าอุณหภูมิของการเสื่อมสลายของสารอินทรีย์ ช่วงเวลาที่สั้นที่สุดในการกำจัดสารอินทรีย์แล้วได้แคลเซียมออกไซด์ในปริมาณมากเมื่อเปลือกไข่ถูกตัดแปรเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 800°C

2.3.2 องค์ประกอบทางเคมีของเปลือกไข่ และเปลือกไข่ดัดแปร

ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของเปลือกไข่ และเปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้เอกซเรย์ ฟลูออเรสเซนซ์ สเปกโทรสโกปี แสดงในตารางที่ 2.1 จากตาราง พบว่าเปลือกไข่มีธาตุ Ca เป็นองค์ประกอบอยู่ 38% โดยน้ำหนัก จากงานวิจัยที่ผ่านมายังได้แสดงให้เห็นว่าธาตุ Ca เป็นองค์ประกอบของเปลือกไข่ประมาณ 37.7 – 38.0% โดยน้ำหนัก [1]เปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงมีปริมาณธาตุ Ca เป็นองค์ประกอบ 70% โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ยังประกอบรองอื่น ๆ ในเปลือกไข่ และเปลือกไข่ดัดแปร ได้แก่ Mg Na S P K และ Cl และธาตุอื่น ๆ ที่มีอยู่ในปริมาณน้อย ได้แก่ Al Si Fe Ni Zn และ Sr

ตารางที่ 2.1 ธาตุองค์ประกอบของเปลือกไข่และเปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

ธาตุ	ปริมาณ (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)	
	ESP	HT-ESP (800°C, 3 h)
Ca	38.04	70.01
Mg	0.31	0.62
Na	0.07	0.14
S	0.15	0.11
P	0.11	0.22
K	0.03	0.03
Cl	0.02	<0.01
Al	<0.01	<0.01
Si	<0.01	<0.01
Fe	<0.01	<0.01
Ni	<0.01	<0.01
Zn	<0.01	<0.01
Sr	<0.01	0.01

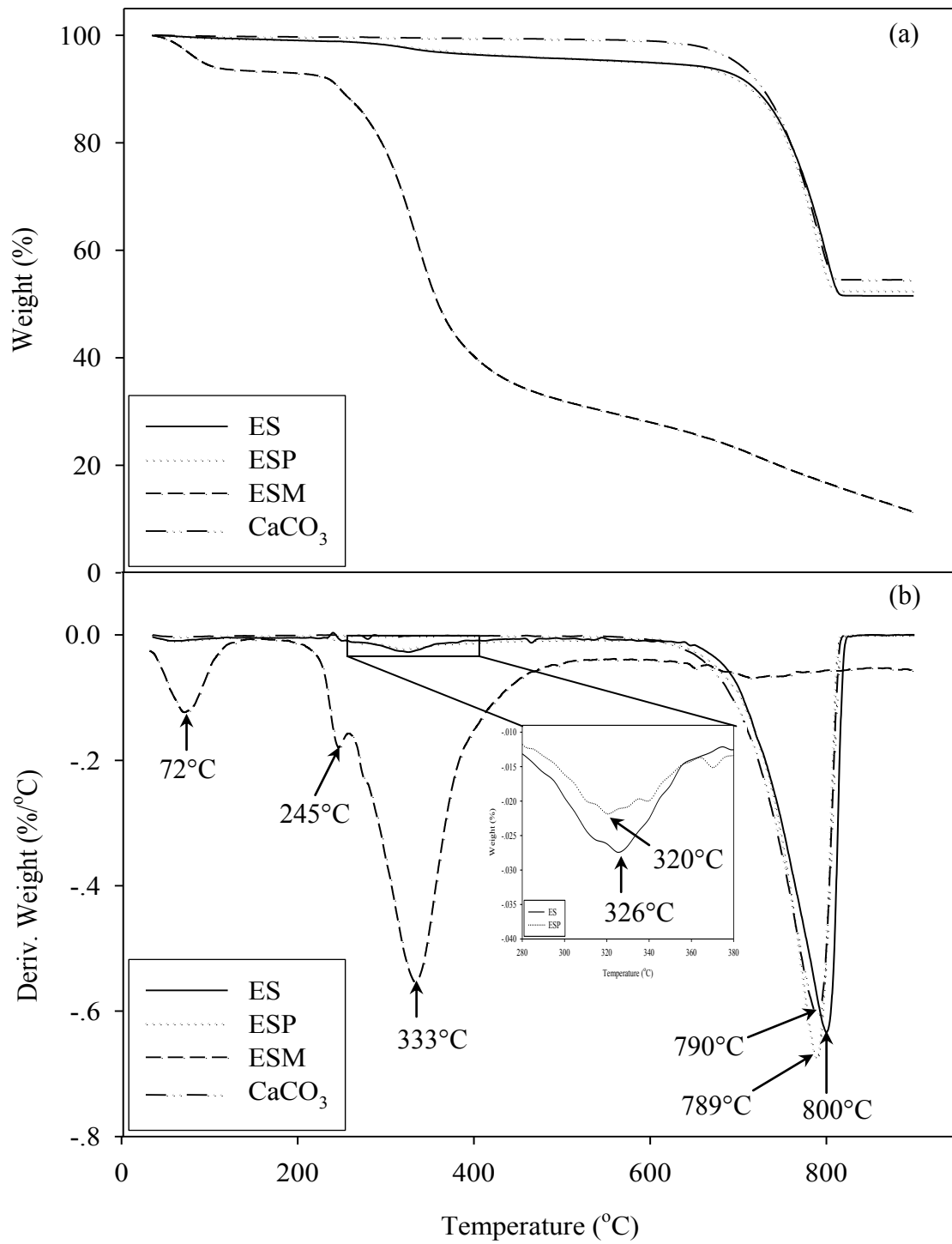
2.3.3 สมบัติทางความร้อน

2.3.3.1 สมบัติทางความร้อนของผงเปลือกไข่ และผงเปลือกไข่ดัดแปร

กราฟ TGA และ DTGA ของเปลือกไข่ (ES) ผงเปลือกไข่ (ESP) เมมเบรนเปลือกไข่ (ESM) และผงแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) แสดงในรูปที่ 2.6 จากกราฟ TGA และ DTGA แสดงการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตที่อุณหภูมิ 790°C ปฏิกิริยาการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตเป็นไปตามสมการ (2.1) ภายหลังจากการเสื่อมสลายอย่างสมบูรณ์ของแคลเซียมคาร์บอเนต จะมีแคลเซียมออกไซด์เหลืออยู่ประมาณ 55% โดยน้ำหนัก และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ถูกปลดปล่อยออกไปประมาณ 45% โดยน้ำหนัก

กราฟ TGA และ DTGA ของเมมเบรนเปลือกไข่แสดงการเสื่อมสลายที่หนึ่งที่อุณหภูมิ 245°C และการเสื่อมสลายที่สองที่อุณหภูมิ 333°C ตามลำดับ เนื่องจากความแตกต่างของสารอินทรีย์ที่เป็นองค์ประกอบของเมมเบรนเปลือกไข่ ที่ผ่านมามีการรายงานว่าอุณหภูมิการเสื่อมสลายของเมมเบรนเปลือกไข่เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 200°C และ 350°C [2] การเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิ 72°C เกิดขึ้นเนื่องจากการระเหยออกของน้ำที่ถูกดูดซับ

กราฟ TGA และ DTGA ของเปลือกไข่ และผงเปลือกไข่ แสดงการระเหยออกของน้ำในช่วงอุณหภูมิ $50 - 60^\circ\text{C}$ [3] และแสดงการเสื่อมสลายที่หนึ่งในช่วงอุณหภูมิ $320 - 326^\circ\text{C}$ และการเปลี่ยนแปลงที่สองในช่วงอุณหภูมิ $789 - 800^\circ\text{C}$ การเสื่อมสลายที่หนึ่งเป็นผลมาจากการเสื่อมสลายของสารอินทรีย์ที่เป็นองค์ประกอบของเมมเบรนเปลือกไข่และเมทริกซ์โปรตีน การเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิประมาณ 800°C มีสาเหตุมาจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตที่เป็นองค์ประกอบหลักของเปลือกไข่ แคลเซียมคาร์บอเนตที่อยู่ในเปลือกไข่นี้เกิดการเสื่อมสลายที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิการเสื่อมสลายของผงแคลเซียมคาร์บอเนตประมาณ 10°C เป็นผลจากการมีอยู่ของสารอินทรีย์ที่ในเปลือกไข่ที่ทำหน้าที่เป็นสารยึดผลึกแคลไซต์เข้าด้วยกัน งานวิจัยที่ผ่านมาได้รายงานว่าแคลเซียมคาร์บอเนตในเปลือกไข่เสื่อมสลายที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตประมาณ 30°C [4] อย่างไรก็ตาม การเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตในผงเปลือกไข่ใกล้เคียงกับอุณหภูมิการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนต อุณหภูมิการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตในผงเปลือกไข่ต่ำกว่าอุณหภูมิการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตในเปลือกไข่อาจมีสาเหตุมาจากปริมาณที่ลดลงเมมเบรนเปลือกไข่และเมทริกซ์โปรตีนที่ทำหน้าที่เป็นสารยึด [5] และเปลือกไข่อยู่ในรูปของผงไม่ได้ถูกยึดให้ติดกันเป็นแผ่นของเปลือกไข่ มีรายงานเกี่ยวกับขนาดอนุภาคที่มีผลต่อการเสื่อมสลายของผงเปลือกไข่อีกด้วย แคลเซียมคาร์บอเนตของผงเปลือกไข่ที่มีขนาดอนุภาคใหญ่จะเสื่อมสลายที่อุณหภูมิสูงกว่าแคลเซียมคาร์บอเนตที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า [4] ประเด็นของขนาดอนุภาคก็อาจเป็นอีกเหตุผลหนึ่งที่ผงเปลือกไข่เสื่อมสลายที่อุณหภูมิต่ำกว่าการเสื่อมสลายของเปลือกไข่

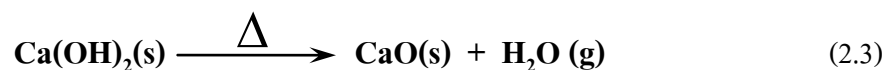


รูปที่ 2.6 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของเปลือกไข่ (ES) ผงเปลือกไข่ (ESP) เมมเบรนเปลือกไข่ (ESM) และแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO₃)

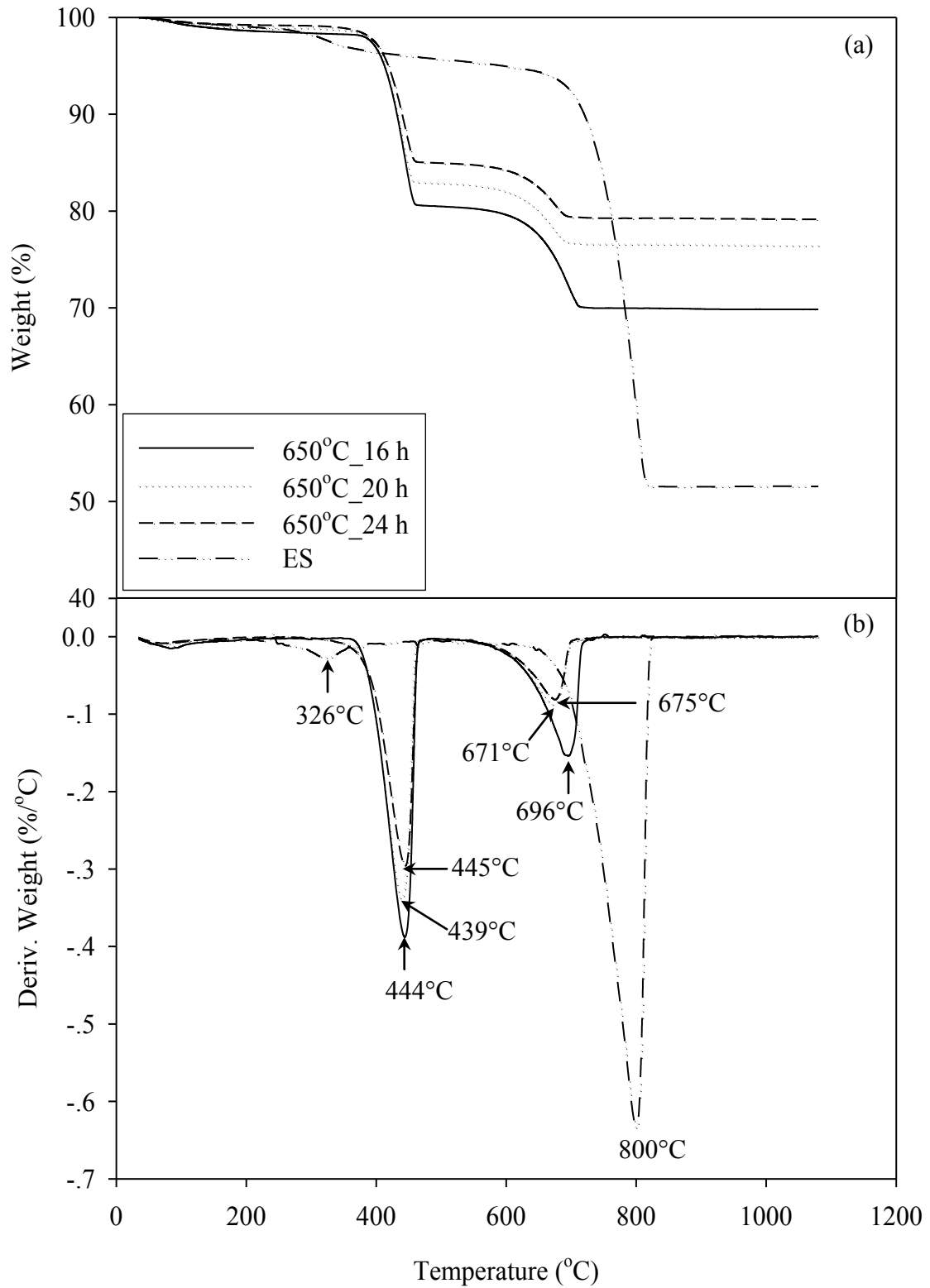
สำหรับ TGA ของเปลือกไข่ แสดงให้เห็นว่ามีปริมาณความชื้นอยู่ 1% โดยน้ำหนัก และสารอินทรีย์ประมาณ 2% โดยน้ำหนัก และแสดงให้เห็นว่ามีปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตในเปลือกไข่อยู่ 97% โดยน้ำหนัก ปริมาณดังกล่าวนี้สอดคล้องกันเป็นอย่างดีกับการศึกษาปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตในเปลือกไข่ของสัตว์ปีกที่มีอยู่ 94 – 98% โดยน้ำหนัก [6] นอกจากนี้ ส่วนที่เหลืออยู่ในรูปของแคลเซียมออกไซด์จากการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตมีอยู่ประมาณ 52% โดยน้ำหนัก อุณหภูมิการเสื่อมสลายและการเปลี่ยนแปลงมวลสารของเปลือกไข่ ผงเปลือกไข่และแคลเซียมคาร์บอเนต สรุปไว้ในตารางที่ 2.2

2.3.3.2 สมบัติทางความร้อนของเปลือกไข่ตัดแปร

กราฟ TGA และ DTGA ของเปลือกไข่ตัดแปรที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 16 20 และ 24 ชั่วโมง แสดงในรูปที่ 2.7 พิคแสดงการเสื่อมสลายของสารอินทรีย์ไม่สามารถสังเกตเห็นได้จากกราฟของเปลือกไข่ตัดแปร เป็นหลักฐานยืนยันได้ว่าสารอินทรีย์ได้ถูกกำจัดออกไปจากเปลือกตัดแปรไข่ กราฟ DTGA ของเปลือกไข่ตัดแปรแสดงน้ำหนักที่หายไปในช่วง 70 – 80°C เนื่องจากการระเหยออกของน้ำเท่ากับ 1% โดยน้ำหนัก การเสื่อมสลายที่หนึ่งเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 444°C สำหรับการตัดแปร 16 ชั่วโมง 440°C สำหรับการตัดแปร 20 ชั่วโมง และ 445°C สำหรับการตัดแปร 24 ชั่วโมง การเปลี่ยนแปลงนี้เป็นผลมาจากการเกิด dehydration ของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ดังแสดงในสมการ (2.3) น้ำหนักที่หายไปของการเปลี่ยนแปลงนี้อยู่ที่ประมาณ 18% 16% และ 14% โดยน้ำหนัก ตามลำดับการตัดแปรเปลือกไข่เป็นเวลา 16 20 และ 24 ชั่วโมง รายงานการวิจัยก่อนหน้านี้ได้รายงานว่าปฏิกิริยานี้เกิดในช่วงอุณหภูมิ 350 – 600°C ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับปริมาณความชื้นในบรรยากาศของการทดสอบ [7]



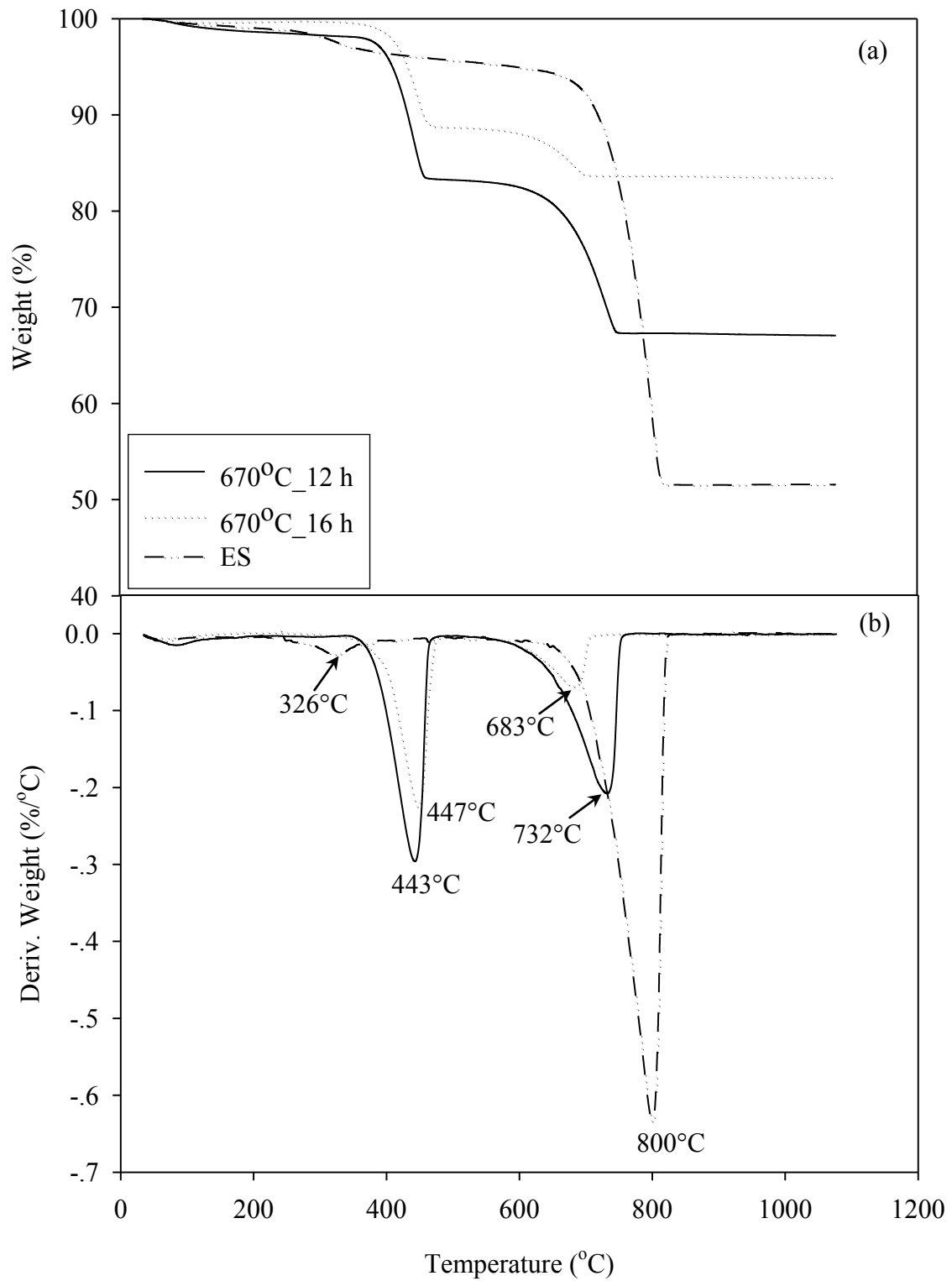
การเสื่อมสลายที่สองเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 670 – 700°C โดยน้ำหนักที่หายไปของการเสื่อมสลายนี้อยู่ในช่วงประมาณ 6 – 11% โดยการเปลี่ยนแปลงนี้เป็นผลมาจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตที่เหลืออยู่ภายหลังจากการตัดแปรด้วยความร้อน [5] ภายหลังจากการเสื่อมสลายของเปลือกไข่ตัดแปรมีแคลเซียมออกไซด์เหลืออยู่ประมาณ 70 - 80% โดยน้ำหนัก อุณหภูมิ อุณหภูมิการเสื่อมสลายและน้ำหนักที่หายไปของเปลือกไข่ตัดแปรที่อุณหภูมิ 650°C สรุปไว้ในตารางที่ 2.2



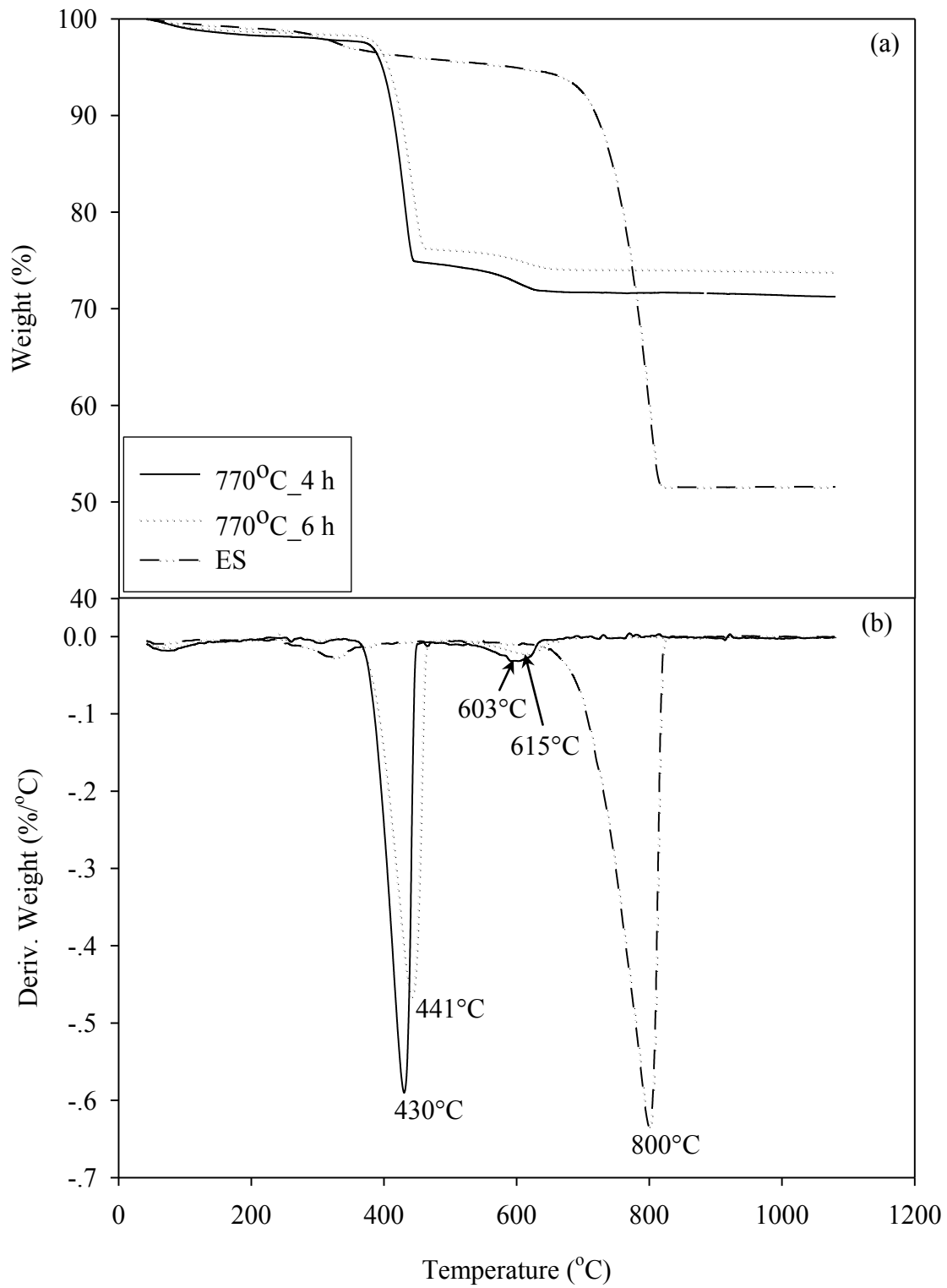
รูปที่ 2.7 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของผงเปลือกไม้และเปลือกไม้คัดแปรที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 16 20 และ 24 ชั่วโมง

กราฟ TGA และ DTGA ของเปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 670°C เป็นเวลา 12 และ 16 ชั่วโมง แสดงไว้ในรูปที่ 2.8 กราฟ TGA และ DTGA การลดลงของน้ำหนักที่อุณหภูมิประมาณ 70 - 80°C มีสาเหตุมาจากการระเหยออกของความชื้น น้ำหนักที่หายไปเนื่องจากการระเหยนี้ประมาณ 1% โดยน้ำหนัก การเสื่อมสลายที่หนึ่ง ในช่วงอุณหภูมิ 440 - 445°C เนื่องจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ น้ำหนักที่หายไปจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ประมาณ 10 - 15% โดยน้ำหนัก การเสื่อมสลายที่สองที่อุณหภูมิ 732°C เกิดขึ้นเนื่องจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนต สำหรับการดัดแปร 12 ชั่วโมง และ 683°C สำหรับการดัดแปร 16 ชั่วโมง น้ำหนักที่หายไปของการเปลี่ยนแปลงนี้อยู่ในช่วง 5 - 15% โดยน้ำหนัก อุณหภูมิการเสื่อมสลายและน้ำหนักที่หายไปของเปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 670°C สรุปไว้ในตารางที่ 2.2

รูปที่ 2.9 แสดงกราฟ TGA และ DTGA ของเปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 770°C เป็นเวลา 4 และ 6 ชั่วโมง การระเหยออกของน้ำเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 65 - 82°C น้ำหนักของน้ำที่หายไปประมาณ 1 - 2% โดยน้ำหนัก การเสื่อมสลายที่หนึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิประมาณ 430 - 440°C น้ำหนักที่หายไปของเนื่องจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ประมาณ 23% โดยน้ำหนัก การเสื่อมสลายที่สองที่อุณหภูมิประมาณ 600 - 615°C เกิดขึ้นเนื่องจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนต น้ำหนักที่หายไปจากการเสื่อมสลายประมาณ 2 - 3% โดยน้ำหนัก อุณหภูมิของการเสื่อมสลาย และน้ำหนักที่หายไปของเปลือกไข่ดัดแปรสรุปไว้ในตารางที่ 2.2



รูปที่ 2.8 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของผงเปลือกไข่และเปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 670°C เป็นเวลา 12 และ 16 ชั่วโมง



รูปที่ 2.9 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของผงเปลือกไข่และเปลือกไข่ตัดแปรที่อุณหภูมิ 770°C เป็นเวลา 4 และ 6 ชั่วโมง

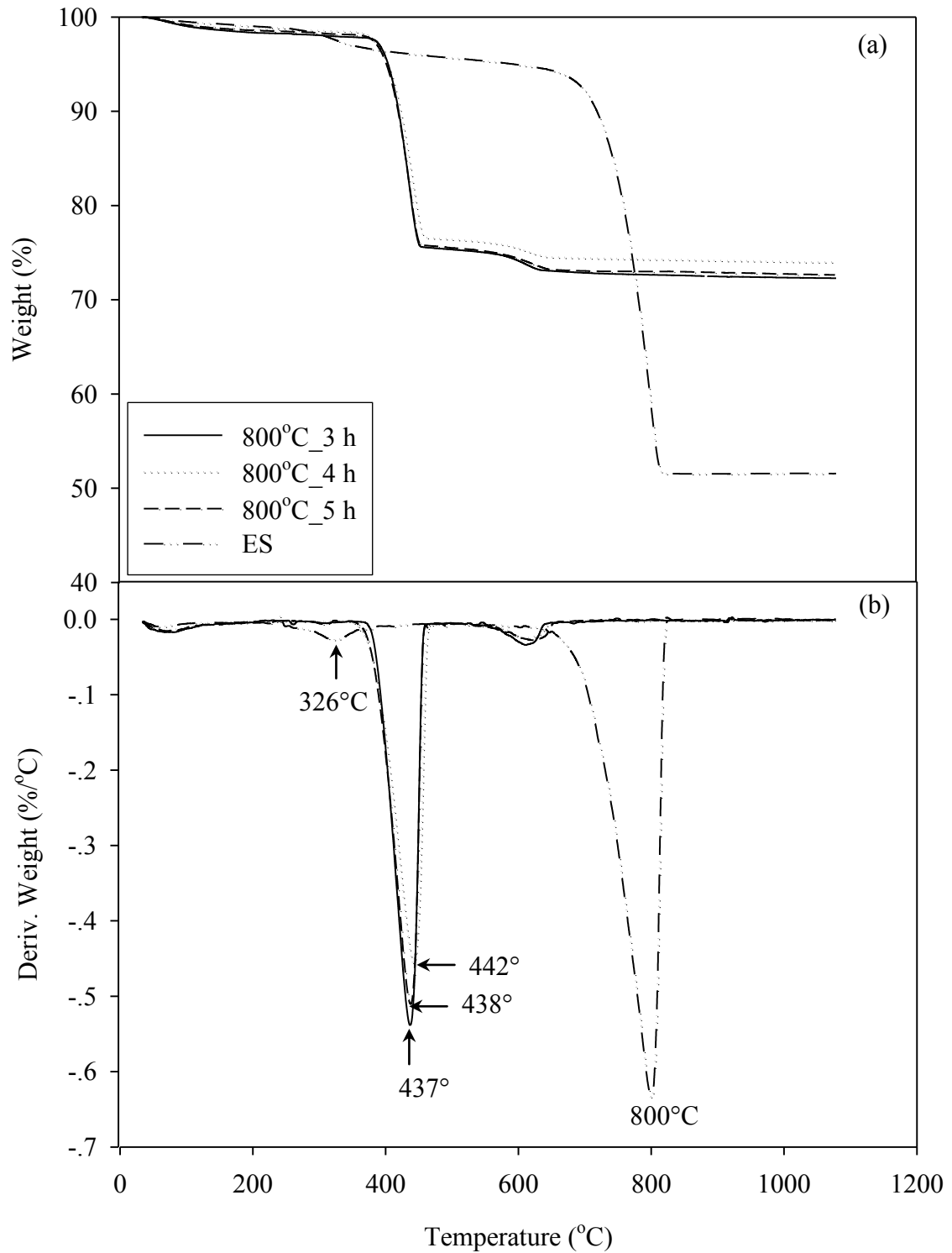
กราฟ TGA และ DTGA ของเปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 4 และ 5 ชั่วโมง แสดงในรูปที่ 2.10 การระเหยออกของน้ำเกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 70 – 80°C พร้อมกับน้ำหนักที่หายไปประมาณ 1 – 2% โดยน้ำหนัก การเสื่อมสลายที่หนึ่งที่อุณหภูมิประมาณ 440°C มีสาเหตุมาจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมไฮดรอกไซด์โดยน้ำหนักจะมีการหายไป 23% การเสื่อมสลายที่สองในช่วงอุณหภูมิ 610 – 620°C เกิดขึ้นเนื่องจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนต

จากกราฟที่ 2.6-2.10 อุณหภูมิการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตในเปลือกไข่ดัดแปรจะเสื่อมสลายที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนต สาเหตุที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตในเปลือกไข่ดัดแปรถูกหน่วงมาจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ทำให้แคลเซียมคาร์บอเนตที่เหลืออยู่ในเปลือกไข่ดัดแปรเสื่อมสลายที่อุณหภูมิต่ำลง

นอกจากนั้น พิจารณาการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตในเปลือกไข่ดัดแปรทั้งหมดสังเกตเห็นได้จากกราฟ DTGA แต่แคลเซียมคาร์บอเนตในเปลือกไข่ดัดแปรบางตัวไม่สามารถตรวจวัดได้ด้วย XRD เนื่องจากสภาพความไวของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตรีดีกว่าเทคนิคเอ็กซ์-เรย์ ดิฟแฟรกชันสเปกโทรสโกปี โดยเฉพาะเมื่อสารที่ถูกตรวจวัดมีความเข้มข้นน้อยกว่า 5% โดยน้ำหนัก

ดังนั้น TGA ยืนยันว่าองค์ประกอบหลักของเปลือกไข่ ผงเปลือกไข่ คือ แคลเซียมคาร์บอเนต และองค์ประกอบหลักของเปลือกไข่ดัดแปร คือ สารประกอบของแคลเซียมสองชนิด ในรูปของแคลเซียมแคลเซียมไฮดรอกไซด์ และแคลเซียมออกไซด์ สารอินทรีย์ในรูปของเมมเบรนเปลือกไข่ และเมตริกซ์โปรตีนถูกกำจัดได้อย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 770°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เวลาตัดแปรที่สั้นที่สุดที่กำจัดสารอินทรีย์และได้แคลเซียมออกไซด์ คือ เวลา 3 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 800°C

ดังนั้น สภาวะการดัดแปรที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ถูกนำมาใช้ในการเตรียมเปลือกไข่ดัดแปรสำหรับการใช้เป็นสารตัวเติมเสริมแรง (reinforcing filler) สำหรับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง



รูปที่ 2.10 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของผงเปลือกไข่และเปลือกไข่ดัดแปรที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3.4 และ 5 ชั่วโมง

ตารางที่ 2.2 อุณหภูมิการเสื่อมสลาย (T_{peak}) และน้ำหนักที่หายไป (weight loss) ของเปลือกไข่ ฟงเปลือกไข่ แคลเซียมคาร์บอเนต และเปลือกไข่คัดแปรที่ อุณหภูมิและเวลาในการคัดแปรต่าง ๆ กัน

วัสดุ	การระเหยของน้ำ		การสลายของสารอินทรีย์		การสลายของ $Ca(OH)_2$		การสลายของ $CaCO_3$		น้ำหนักสุดท้าย (%)
	T_{peak} (°C)	Weight loss (%)	T_{peak} (°C)	Weight loss (%)	T_{peak} (°C)	Weight loss (%)	T_{peak} (°C)	Weight loss (%)	
ES	55	1	326	2	-	-	800	45	52
ESP	60	1	320	2	-	-	789	45	52
$CaCO_3$	-	-	-	-	-	-	790	45	54
HT-ES (650°C, 16 h)	83	1	-	-	444	18	696	11	70
HT-ES (650°C, 20 h)	82	1	-	-	439	16	671	6	77
HT-ES (650°C, 24 h)	69	1	-	-	445	14	675	6	79
HT-ES (670°C, 12 h)	84	1	-	-	443	16	732	16	67
HT-ES (670°C, 16 h)	70	<1	-	-	439	11	683	5	84
HT-ES (770°C, 4 h)	65	2	-	-	430	23	603	3	72
HT-ES (770°C, 6 h)	82	1	-	-	441	23	615	2	74
HT-ES (800°C, 3 h)	74	2	-	-	437	23	611	3	72
HT-ES (800°C, 4 h)	80	1	-	-	442	22	613	3	74
HT-ES (800°C, 5 h)	69	1	-	-	438	23	621	3	73

2.3.4 ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของอนุภาค

ขนาดอนุภาค และการกระจายตัวของอนุภาคผงเปลือกไข่ แคลเซียมคาร์บอเนต และผงเปลือกไข่ตัดแปรที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แสดงในตารางที่ 2.3 ผงเปลือกไข่มีขนาดอนุภาคตั้งแต่ 0.7 ถึง 113 μm และ อนุภาคที่มีขนาดน้อยกว่า 2.7 μm มีอยู่ 10% โดยปริมาตร อนุภาคที่มีขนาดน้อยกว่า 17.1 μm มีอยู่ 50% โดยปริมาตร และ อนุภาคที่น้อยกว่า 56.1 μm มีอยู่ 90% โดยปริมาตร ขนาดอนุภาคเฉลี่ยโดยปริมาตร เท่ากับ 24.1 μm ขนาดอนุภาคเฉลี่ยและการกระจายขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่และผงแคลเซียมคาร์บอเนตมีค่าใกล้เคียงกัน

ผงเปลือกไข่ตัดแปรหลังจาก มี D_{50} เท่ากับ 4.6 μm และช่วงขนาดอนุภาคเท่ากับ 0.14 – 20.3 อนุภาคที่มีขนาดน้อยกว่า 0.4 μm มีอยู่ 10% โดยปริมาตร อนุภาคที่มีขนาดน้อยกว่า 4.6 μm มีอยู่ 50% โดยปริมาตร และ อนุภาคที่มีขนาดน้อยกว่า 10.7 μm มีอยู่ 90% โดยปริมาตร ขนาดอนุภาคเฉลี่ยโดยปริมาตร เท่ากับ 5.1 μm อนุภาคที่มีขนาดใหญ่อาจเกิดจากการรวมตัวกันของอนุภาคปฐมภูมิตามที่สังเกตเห็นได้ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ในรูปที่ 2.11 (b) และ (c)

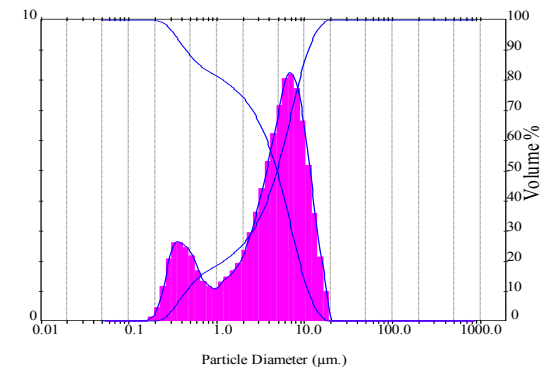
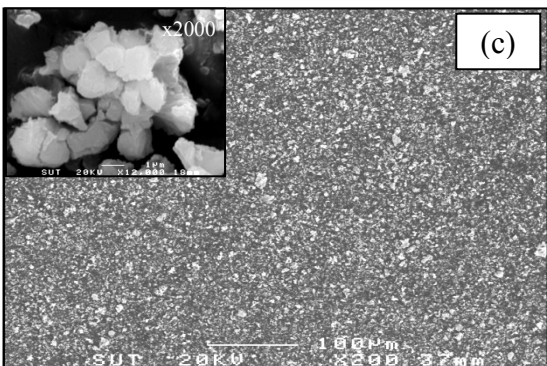
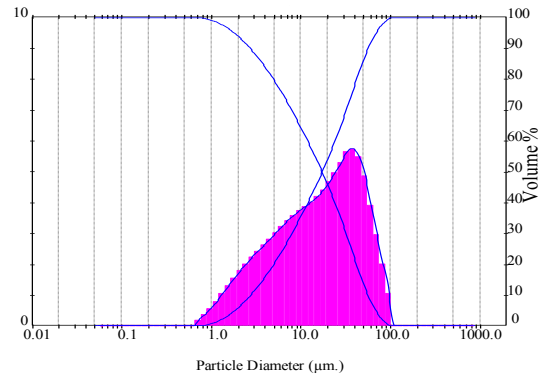
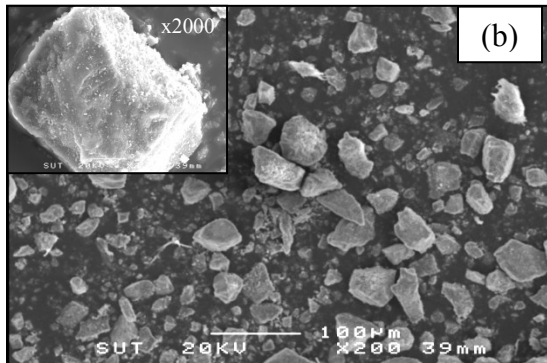
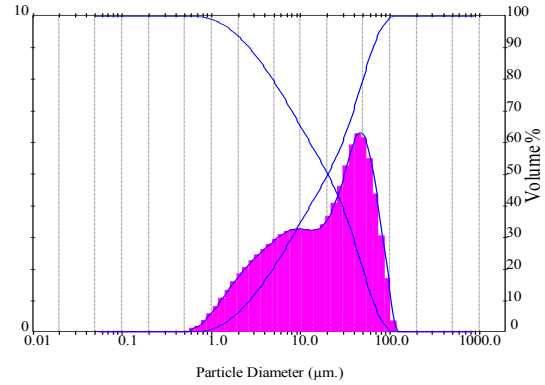
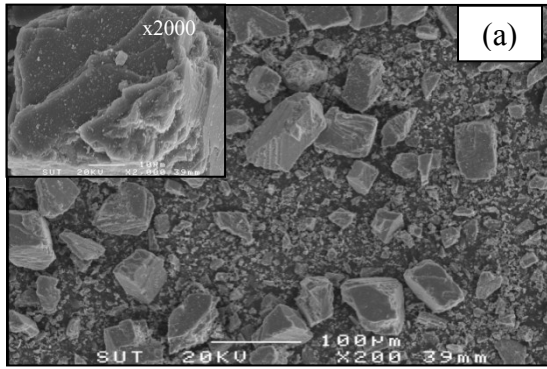
ตารางที่ 2.3 ขนาดอนุภาค และการกระจายตัวของขนาดอนุภาค ผงเปลือกไข่ ผงเปลือกไข่ตัดแปร (800°C เวลา 3 ชั่วโมง) และ แคลเซียมคาร์บอเนต

วัสดุ	การกระจายตัวของขนาดอนุภาค (โดยปริมาตร)						
	D_{10}	D_{50}	D_{90}	D[4,3]	D[3,2]	Range	Span
CaCO ₃	2.6	20.0	64.6	27.6	7.2	0.6-121	3.10
ESP	2.7	17.1	56.1	24.1	7.3	0.7-113	3.12
HT-ESP	0.4	4.6	10.7	5.1	1.5	0.14-20.3	2.25

2.3.5 ลักษณะวิทยาของผงเปลือกไข่และผงเปลือกไข่ตัดแปร

ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ ESP แคลเซียมคาร์บอเนต และผงเปลือกไข่ตัดแปรแสดงในรูปที่ 2.11 ลักษณะวิทยาของผงเปลือกไข่ผงเป็นลักษณะเฉพาะของแคลไซต์ซึ่งเป็นทรงลูกบาศก์ที่มีขอบเหลี่ยมชัดเจนและพื้นผิวเรียบ อย่างไรก็ตาม ขอบเหลี่ยมของอนุภาค ผงเปลือกไข่ไม่คมชัด และผิวเรียบเท่ากับของแคลเซียมคาร์บอเนต ยิ่งกว่านั้น พื้นผิวของ ผงเปลือกไข่ ถูกปกคลุมด้วยชั้นบาง ๆ ที่มีรูพรุน ชั้นบาง ๆ นี้ อาจเป็นเมทริกซ์โปรตีนที่เหลือจากขั้นตอนการบด

ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงเปลือกไข่ตัดแปรรูป แสดงให้เห็นอนุภาคที่มีขนาดเล็กมาก ๆ มีรูปร่างมน และการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่สม่ำเสมอ นอกจากนี้ อนุภาคปฐุมภูมิกของผงเปลือกไข่ตัดแปรรูป มีการรวมตัวกันเป็นแอกโกลเมอเรต (agglomerate)



รูปที่ 2.11 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (x200) และกราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาค CaCO_3 (a) ESP (b) และ HT-ESP1 (c)

2.4 สรุปผลการศึกษา

1. ผงเปลือกไข่ประกอบด้วยแคลเซียมคาร์บอเนตในรูปผลึกแคลไซต์ และสารอินทรีย์
2. ผงเปลือกไข่ที่ได้จากการบดมี D_{50} เท่ากับ $12.7 \mu\text{m}$ $D[4,3]$ เท่ากับ $23.6 \mu\text{m}$ และช่วงของขนาดอนุภาคเป็น $0.9 - 124 \mu\text{m}$
3. การบดทำให้ปริมาณสารอินทรีย์ลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับเปลือกไข่ก่อนบด
4. การตัดแปรด้วยความร้อนทำให้สารอินทรีย์หมดไปจากเปลือกไข่ตัดแปร ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการตัดแปร อย่างไรก็ตามการตัดแปรเปลือกไข่ด้วยความร้อนส่งผลทำให้แคลเซียมคาร์บอเนตเปลี่ยนไปอยู่ในรูปของแคลเซียมออกไซด์ เนื่องจากการเกิด decarbonation
5. การตัดแปรเปลือกไข่ที่อุณหภูมิ 650 และ 670°C แม้จะเป็นอุณหภูมิที่ต่ำกว่าการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนต อย่างไรก็ตามการเกิด decarbonation ของแคลเซียมคาร์บอเนต ทำให้ปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตลดลงจากการเปลี่ยนไปเป็นแคลเซียมออกไซด์
6. เปลือกไข่ตัดแปรประกอบด้วย แคลเซียมไฮดรอกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ และ แคลเซียมคาร์บอเนตในปริมาณน้อยมาก
7. สภาวะที่เหมาะสมในการตัดแปรเปลือกไข่ด้วยความร้อนเพื่อกำจัดสารอินทรีย์คือ การตัดแปรเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่ 800°C เนื่องจากใช้เวลาน้อยที่สุดในการตัดแปร

เอกสารอ้างอิง

- 1 N. Suguro, S. Horiike, Y. Masuda, M. Kunou, and T. Kokubu (2000). *Bioavailability and commercial use of eggshell calcium, membrane proteins, and yolk lecithin products*. In J. S. Sim, S. Nakai, and W. Guenter (eds.). **Egg Nutrition and Biotechnology** (pp. 219-232). Wallingford: CABI
2. Q. Dong, H. Su, J. Xu, D. Zhang, and R. Wang (2007). *Synthesis of biomorphic ZnO interwoven microfibers using eggshell membrane as the biotemplate*. **Material. Letters**. 61: 2714-2717.
3. M. N. Freire and J. N. F. Holanda (2006). *Characterization of avian eggshell waste aiming its use in a ceramic wall tie paste*. **Cerâmica**. 52: 240-244.
4. F. S. Murakami, P. O. Rodrigues, C. M. T. Campos, and M. A. S. Silva (2007). *Physicochemical study of CaCO₃ from egg shells*. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. 27: 658-662.
5. N. B. Singh and N. P. Singh (2007). *Formation of CaO from thermal decomposition of calcium carbonate in the presence of carboxylic acids*. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**. 89: 159-162.
6. W. Daengprok, W. Garnjanagoonchorn, and Y. Mine (2002). *Fermented pork sausage fortified with commercial or hen eggshell calcium lactate*. **Meat Science**. 62: 199-204.
7. A. Irabien, J. R. Viguri, and I. Ortiz (1990). *Thermal dehydration of calcium hydroxide: 1. Kinetic Model and Parameters*. **Industrial Engineering Chemical. Research**. 29: 1599-1606.

บทที่ 3

การศึกษาพอลิเมอร์คอมพอลิธจากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและผงเปลือกไข่

3.1 ขอบเขตการวิจัย

- ตรวจสอบคุณลักษณะจำเพาะเชิงเปรียบเทียบระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่ไม่เติมและเติมผงเปลือกไข่ไก่ 0-40% โดยน้ำหนัก โดยศึกษาเปรียบเทียบกับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงแคลเซียมคาร์บอเนตที่ขนาดอนุภาคใกล้เคียงกัน
- ตรวจสอบคุณลักษณะจำเพาะเชิงเปรียบเทียบระหว่างพอลิเอทิลีนที่เติมผงเปลือกไข่ที่มีขนาดอนุภาคต่างกัน
- ตรวจสอบคุณลักษณะจำเพาะเชิงเปรียบเทียบระหว่างพอลิเอทิลีนที่เติมผงเปลือกไข่ไก่ทั้งที่ไม่ปรับปรุงและปรับปรุงการยึดติดที่ระหว่างผิวหน้าผงเปลือกไข่และพอลิเอทิลีนด้วยสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้

3.2 การทดลอง

3.2.1 วัสดุและสารเคมี

- เปลือกไข่ไก่ที่ใช้ได้รับความอนุเคราะห์จากร้านเบเกอรี่ของฟาร์มมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี บดให้เป็นผงด้วย ball mill นำไปใช้ในรูปผงเปลือกไข่ที่มีขนาดอนุภาคดังนี้
 - ESP1: ขนาดอนุภาค (D_{50}) เท่ากับ 17.1 μm ขนาดอนุภาคเฉลี่ย ($D[4,3]$) เท่ากับ 24.1 μm และช่วงขนาดอนุภาคเท่ากับ 0.7 – 113 μm
 - ESP2: ขนาดอนุภาค (D_{50}) เท่ากับ 14.4 μm ขนาดอนุภาคเฉลี่ย ($D[4,3]$) เท่ากับ 16.9 μm และช่วงขนาดอนุภาคเท่ากับ 0.9 – 60 μm
- แคลเซียมคาร์บอเนตได้รับความอนุเคราะห์จาก Sand and Soil Co., Ltd. บดให้เป็นผงด้วย ball mill นำไปใช้ในรูปผงแคลเซียมคาร์บอเนตที่มีขนาดอนุภาคดังนี้
 - CaCO_3 : ขนาดอนุภาค (D_{50}) เท่ากับ 20 μm ขนาดอนุภาคเฉลี่ย ($D[4,3]$) เท่ากับ 27.6 μm และช่วงขนาดอนุภาคเท่ากับ 0.6-121 μm
- พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (EL-Lene™ H5814J)
- พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงกราฟท์ด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์ (High Density Polyethylene-grafted Maleic Anhydride, HDPE-g-MAH, FusabondR MB100D DuPont)

3.2.2 การเตรียมพอลิเมอร์คอมพอลิท์จากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและผงเปลือกไข่

- ผสมผงเปลือกไข่ ESP1 กับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงในอัตราส่วน 10%, 20%, 30%, 40% โดยน้ำหนัก โดยใช้เครื่องผสมภายใน (internal mixer) สภาวะการผสมแสดงในภาคผนวก ก
- ผสมผงเปลือกไข่ ESP2 กับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ในอัตราส่วน 40/60 โดยน้ำหนัก โดยใช้เครื่องผสมภายใน (internal mixer) สภาวะการผสมแสดงในภาคผนวก ก
- ผสมผงเปลือกไข่ ESP2 กับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ในอัตราส่วน 40/60 โดยน้ำหนัก โดยก่อนผสมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงกับผงเปลือกไข่ จะผสมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ HDPE-g-MAH กับพอลิเอทิลีนก่อนในปริมาณ 2% โดยน้ำหนัก เทียบกับพอลิเอทิลีน โดยใช้เครื่องผสมภายใน (internal mixer) สภาวะการผสมแสดงในภาคผนวก ก
- ขึ้นรูปชิ้นทดสอบพอลิเอทิลีนที่ผสมกับผงเปลือกไข่ทั้งที่ไม่เติมและเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้โดยการฉีดเข้าแบบ (injection molding) สภาวะการขึ้นรูปแสดงในภาคผนวก ก

3.2.3 การทดสอบสมบัติทางกล

ทดสอบความทนต่อแรงดึง (tensile test) ของชิ้นทดสอบโดยใช้เครื่อง Universal Testing Machine (UTM, Instron model 5569) เซลล์วัดแรง (load cell) 5 กิโลนิวตัน (kN), และ อัตราเร็วของการดึง (cross head speed) 10 มิลลิเมตรต่อนาที

ทดสอบความทนต่อแรงค้ำโดยใช้เครื่อง Universal Testing Machine (Instron model 5569) อัตราเร็วของการทดสอบ (cross head speed) 17 มิลลิเมตรต่อนาที ภายใต้อัตราเร็วของเซลล์วัดแรง 5 กิโลนิวตัน (kN) และ span length เท่ากับ 64 มิลลิเมตร

ทดสอบความทนต่อแรงกระแทก โดยใช้เครื่อง Impact tester (Atlas, BPI)

ทดสอบความแข็ง โดยใช้ เครื่อง Durometer hardness tester (shore D)

3.2.4 การทดสอบสมบัติทางความร้อน

ทดสอบสมบัติทางความร้อน โดยการวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน (Thermal Gravimetric Analysis, TGA) ด้วยเครื่อง Thermal Analyzer (TA Instrument model SDT2960) โดยให้ความร้อนในอัตราเร็วคงที่ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้อุณหภูมิที่ 1100 องศาเซลเซียส

3.2.5 การทดสอบอุณหภูมิโก่งตัวด้วยความร้อน

ทดสอบอุณหภูมิโก่งตัวด้วยความร้อน (Heat Delection Temperature, HDT) ด้วยเครื่อง Heat distortion temperatre instrument (HDV1 Manual DTVL/VICAT) ภายใต้ความเค้น 455 kPa และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสต่อนาที

3.2.6 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของพื้นผิวแตกหักของชิ้นทดสอบ

ตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา โดยใช้เทคนิคไมโครสโคปีแบบอิเล็กตรอนส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, JEOL, model JSM-6400) ที่ 20 kV ชิ้นตัวอย่างจะถูกเคลือบด้วยทองเพื่อเพิ่ม contrast

3.3 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

3.3.1 ผลของปริมาณผงเปลือกไข่ต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่

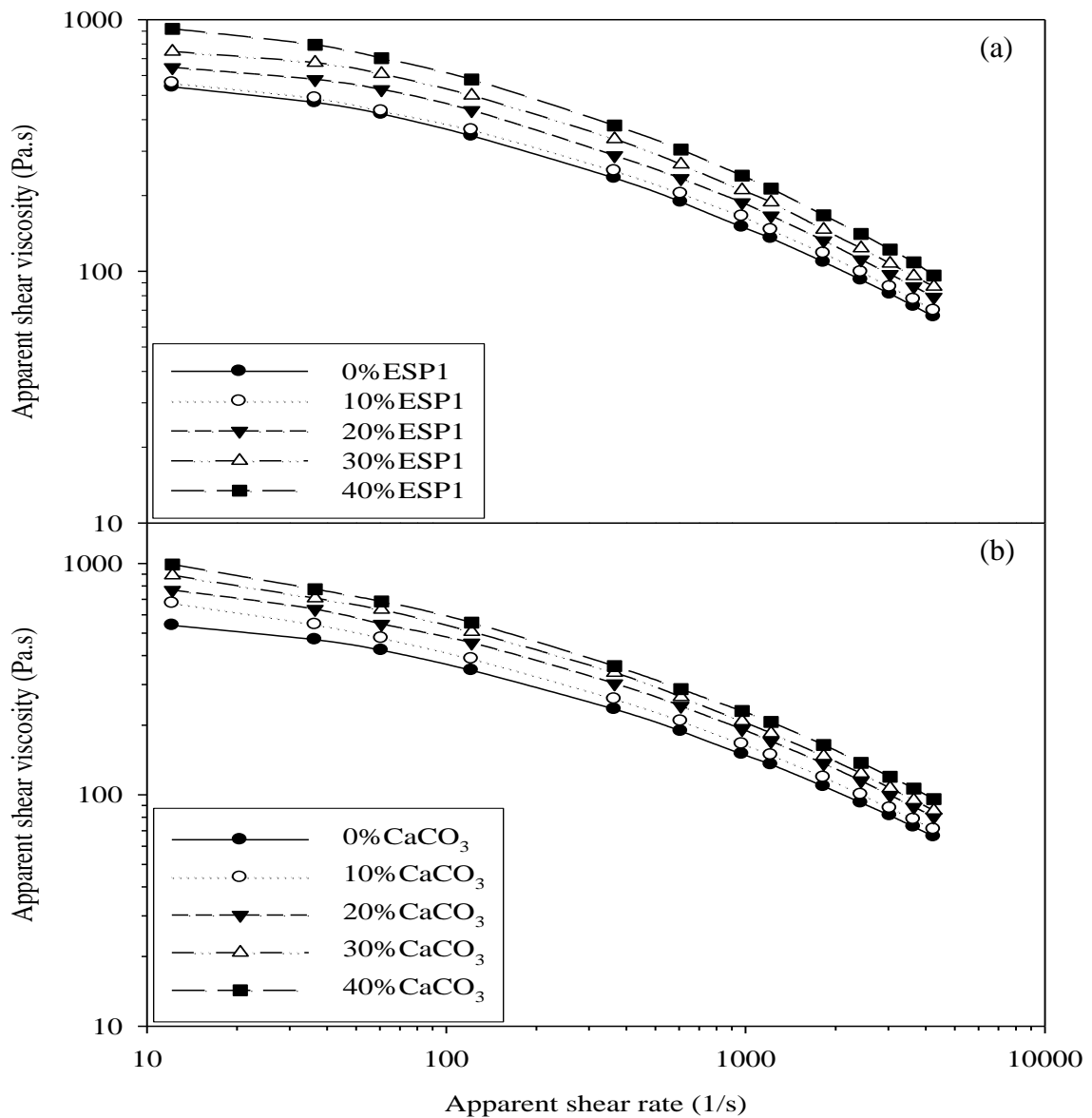
3.3.1.1 สมบัติทางกระแสวิทยา

กราฟระหว่างอัตราเฉือนปรากฏและความหนืดเฉือนปรากฏของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิเมอร์คอมพอสิตของ ESP1/HDPE และ CaCO₃/HDPE แสดงในรูปที่ 3.1 ความหนืดเฉือนปรากฏของพอลิเมอร์คอมพอสิตมีค่าสูงกว่าของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และเมื่อเพิ่มปริมาณ ESP1 และ CaCO₃ ความหนืดเฉือนปรากฏของพอลิเมอร์คอมพอสิตเพิ่มขึ้น ที่เป็นเช่นนี้เนื่องมาจากปริมาณสารตัวเติมที่เพิ่มขึ้นไปขัดขวางการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่อยู่ในสภาวะหลอมมากขึ้น นอกจากนี้ ความหนืดเฉือนปรากฏของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO₃/HDPE มีค่าอยู่ในช่วงเดียวกัน

นอกจากนั้นความหนืดเฉือนปรากฏของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และความหนืดเฉือนปรากฏของพอลิเมอร์คอมพอสิตของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มอัตราเฉือนปรากฏ ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากสายโซ่พอลิเมอร์มีการเรียงตัวตามทิศทางการเฉือนมากขึ้นเมื่ออัตราเฉือนเพิ่มขึ้นส่งผลให้ความสามารถในการไหลของโมเลกุลพอลิเมอร์ดีขึ้นความหนืดจึงลดลง พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่มีการเติม ESP1 และ CaCO₃ ลงไป แสดงพฤติกรรมการไหลแบบซูโดพลาสติก (pseudoplastic) เช่นเดียวกันกับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง การไหลแบบซูโดพลาสติกเป็นลักษณะเฉพาะรูปแบบหนึ่งของวัสดุพอลิเมอร์ [1]

ดัชนีการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ พอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO₃/HDPE ที่ปริมาณสารตัวเติมต่าง ๆ แสดงในตารางที่ 3.1 ดัชนีการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีค่ามากกว่าดัชนีการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO₃/HDPE ดัชนีการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิตลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณ

ESP1 และ CaCO_3 มีรายงานไว้ก่อนหน้านี้ถึงการลดลงของดัชนีการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิตของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเมื่อเพิ่มปริมาณขอลค์ (มี CaCO_3 96.8% โดยน้ำหนัก) ลงไป [2] ในทางเปรียบเทียบ ดัชนีการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO_3 /HDPE ไม่ได้มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ



รูปที่ 3.1 กราฟระหว่างความหนืดเฉือนปรากฏและอัตราเฉือนปรากฏของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE (a) และ CaCO_3 /HDPE (b) ที่ปริมาณของ ESP1 และ CaCO_3 ต่าง ๆ

ตารางที่ 3.1 ดัชนีการไหลของ พอลิเมอร์คอมพอลิที ESP1/HDPE และ พอลิเมอร์คอมพอลิที CaCO₃/HDPE ที่ปริมาณของ ESP1 และ CaCO₃ ต่าง ๆ

ปริมาณ ESP1 หรือ CaCO ₃ (เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก)	ดัชนีการไหล (กรัมต่อ10 นาที)	
	พอลิเมอร์คอมพอลิที ESP1/HDPE	พอลิเมอร์คอมพอลิที CaCO ₃ /HDPE
0	12.4	12.4
10	12.2	11.4
20	11.0	10.3
30	9.8	9.3
40	8.3	8.4

3.3.1.2 สมบัติทางความร้อน

กราฟ TGA และ DTGA ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเมอร์คอมพอลิทีของ ESP1/HDPE แสดงในรูปที่ 3.2 จากกราฟ TGA และ DTGA การเสื่อมสภาพด้วยความร้อนของพอลิเมอร์คอมพอลิทีแตกต่างจากการเสื่อมสภาพด้วยความร้อนของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง การเสื่อมสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 493°C ขณะที่พอลิเมอร์คอมพอลิทีแสดง สาม อุณหภูมิเสื่อมสลาย การเสื่อมสลายที่หนึ่งเกิดที่อุณหภูมิ 320 – 340°C ซึ่งเป็นการเสื่อมสลายเนื่องจากสารอินทรีย์ที่เป็นองค์ประกอบของเมมเบรนเปลือกไข่และเมทริกซ์โพรตีน ตามที่ได้กล่าวไปแล้วในหัวข้อ 2.3.3.1. พิกการเสื่อมสลายของการเปลี่ยนแปลงนี้ไม่สามารถสังเกตเห็นได้อย่างชัดเจนในกรณีที่เติม ESP1 ในช่วง 10 – 20% โดยน้ำหนัก แต่สามารถเห็นพิกการเสื่อมสลายเล็กน้อย ในกรณีที่พอลิเมอร์คอมพอลิทีเตรียมจาก ESP1 ในช่วง 30 – 40% โดยน้ำหนัก

การเสื่อมสลายที่สองเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 492-494°C เนื่องจากการเสื่อมสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ที่ปริมาณ ESP1 ต่าง ๆ กัน อุณหภูมิการเสื่อมสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เป็นองค์ประกอบหนึ่งของพอลิเมอร์คอมพอลิที ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญและใกล้เคียงกับอุณหภูมิการเสื่อมสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ดังแสดงในตารางที่ 3.5 ผลดังกล่าวนี้ชี้ให้เห็นว่าการเติม ESP1 ไม่มีผลต่อเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง

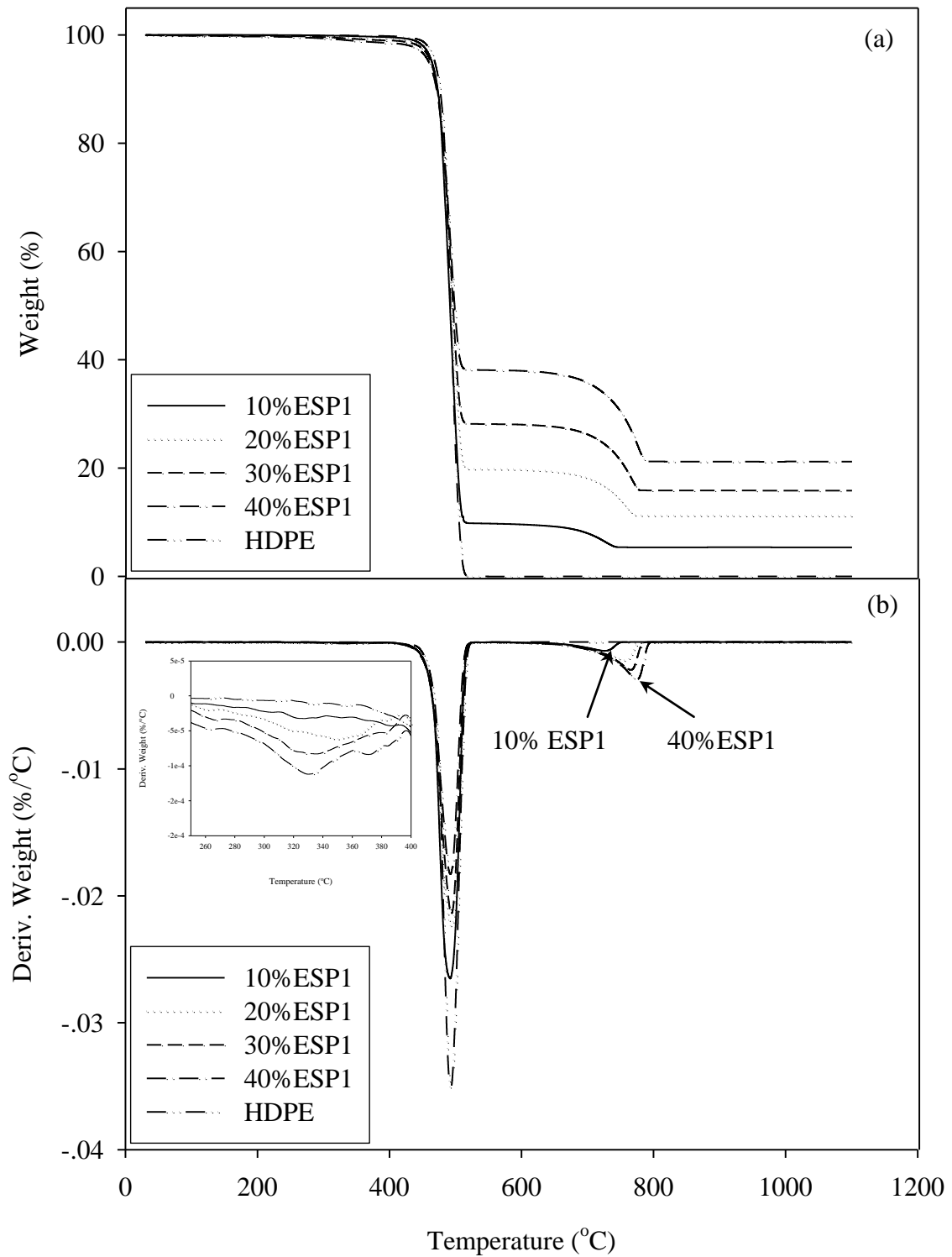
การเสื่อมสลายที่สามเกิดจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 727 – 775°C อุณหภูมิการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตในพอลิเมอร์คอมพอสิตที่มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 726°C เป็น 775°C เมื่อเพิ่มปริมาณ ESP1 จาก 10% เป็น 40% โดยน้ำหนัก

นอกจากนั้น กราฟ TGA แสดงให้เห็นปริมาณของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และ ESP1 สอดคล้องกับสัดส่วนการผสม น้ำหนักสุดท้ายภายหลังจากการเสื่อมสลายของพอลิเมอร์คอมพอสิตเป็นน้ำหนักของแคลเซียมออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ที่เหลือเป็น 5 11 16 และ 21% โดยน้ำหนัก สำหรับพอลิเมอร์คอมพอสิตที่มี ESP1 อยู่ 10 20 30 และ 40% โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ตามที่แสดงในตารางที่ 3.2 ค่าต่าง ๆ เหล่านี้สอดคล้องกันเป็นอย่างดีกับทฤษฎีปริมาณสัมพัทธ์

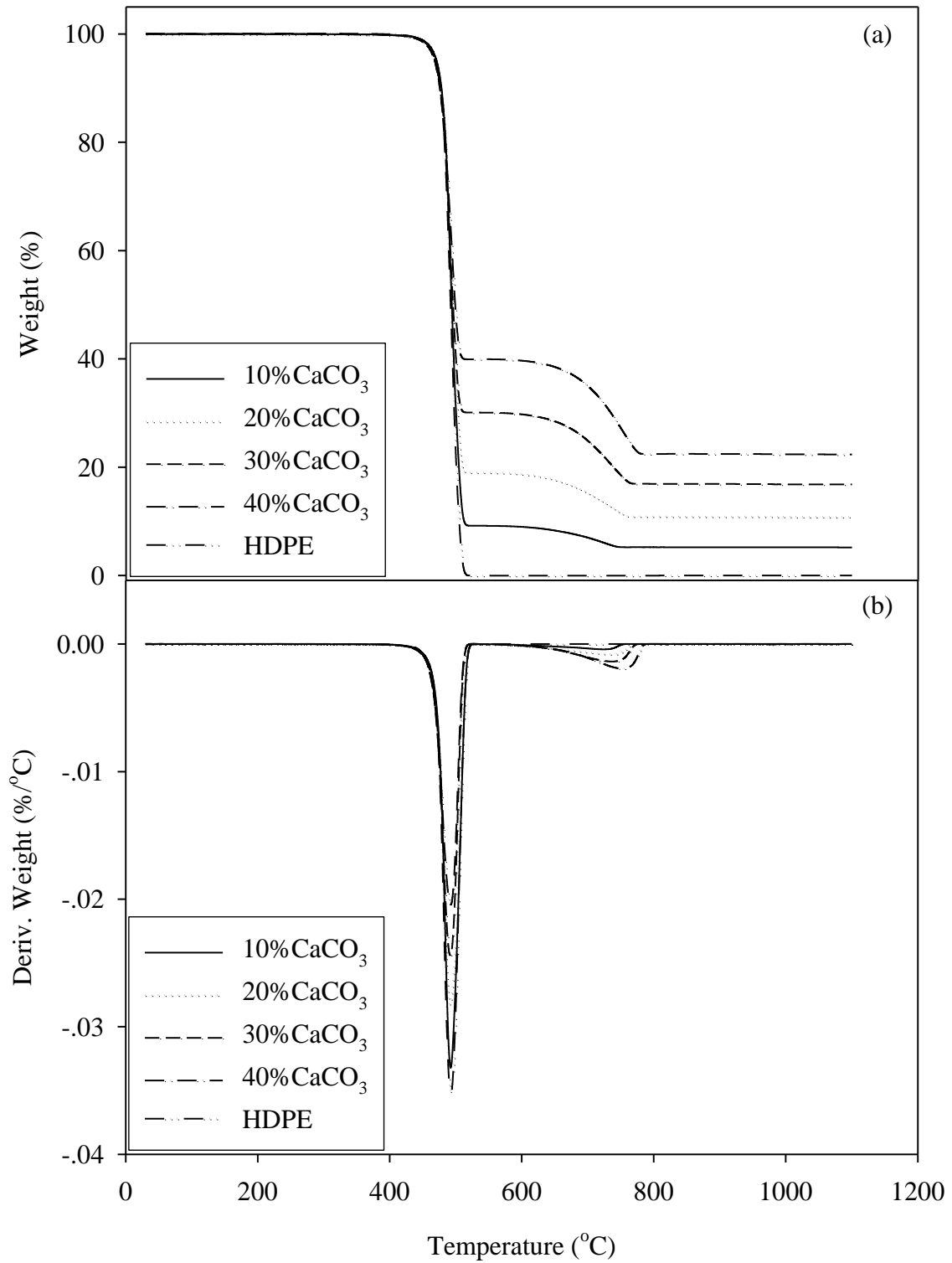
รูปที่ 3.3 แสดงกราฟ TGA และ DTGA ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเมอร์คอมพอสิตของ CaCO₃/HDPE พอลิเมอร์คอมพอสิตของ CaCO₃/HDPE แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงเนื่องจากการเสื่อมสลายเนื่องจากความร้อนสองการเปลี่ยนแปลง การเสื่อมสลายที่หนึ่งเป็นผลมาจากการเสื่อมสภาพของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่อุณหภูมิ 491 – 492°C และการเสื่อมสลายที่สอง ณ 721 – 755°C เนื่องมาจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนต นอกจากนั้น ที่ปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตแตกต่างกันอุณหภูมิการเสื่อมสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เป็นองค์ประกอบหนึ่งของพอลิเมอร์คอมพอสิตไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนต ไม่มีผลต่อเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิเมอร์คอมพอสิต ซึ่ง ESP1 ให้ผลในลักษณะเดียวกัน นอกจากนี้อุณหภูมิการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตในพอลิเมอร์คอมพอสิตเพิ่มขึ้นจาก 727°C เป็น 755°C เมื่อเพิ่มปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตจาก 10% เป็น 40% โดยน้ำหนัก ตามที่แสดงในตารางที่ 3.3

นอกจากนั้น กราฟ TGA แสดงให้เห็นถึงปริมาณของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และแคลเซียมคาร์บอเนต สอดคล้องกันเป็นอย่างดีกับปริมาณการผสม ยิ่งไปกว่านั้นส่วนแคลเซียมออกไซด์ที่เหลือจากการเสื่อมสลายของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่มีปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนต 10 – 40% โดยน้ำหนักเป็น 5 11 17 และ 22% โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับความสัมพัทธ์เชิงปริมาณระหว่างแคลเซียมคาร์บอเนตและแคลเซียมออกไซด์

สมบัติทางความร้อนของ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติม ESP1 และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมแคลเซียมคาร์บอเนตไม่ได้แตกต่างกัน ยกเว้นพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่ถูกเติมด้วย ESP1 แสดงการเสื่อมสลายของสารอินทรีย์ที่อุณหภูมิ 320 – 340°C อย่างไรก็ตาม อุณหภูมิการเสื่อมสลายนี้ยังคงสูงกว่าอุณหภูมิในการขึ้นรูปพอลิเมอร์คอมพอสิตของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง



รูปที่ 3.2 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ที่ปริมาณ ESP1ต่าง ๆ



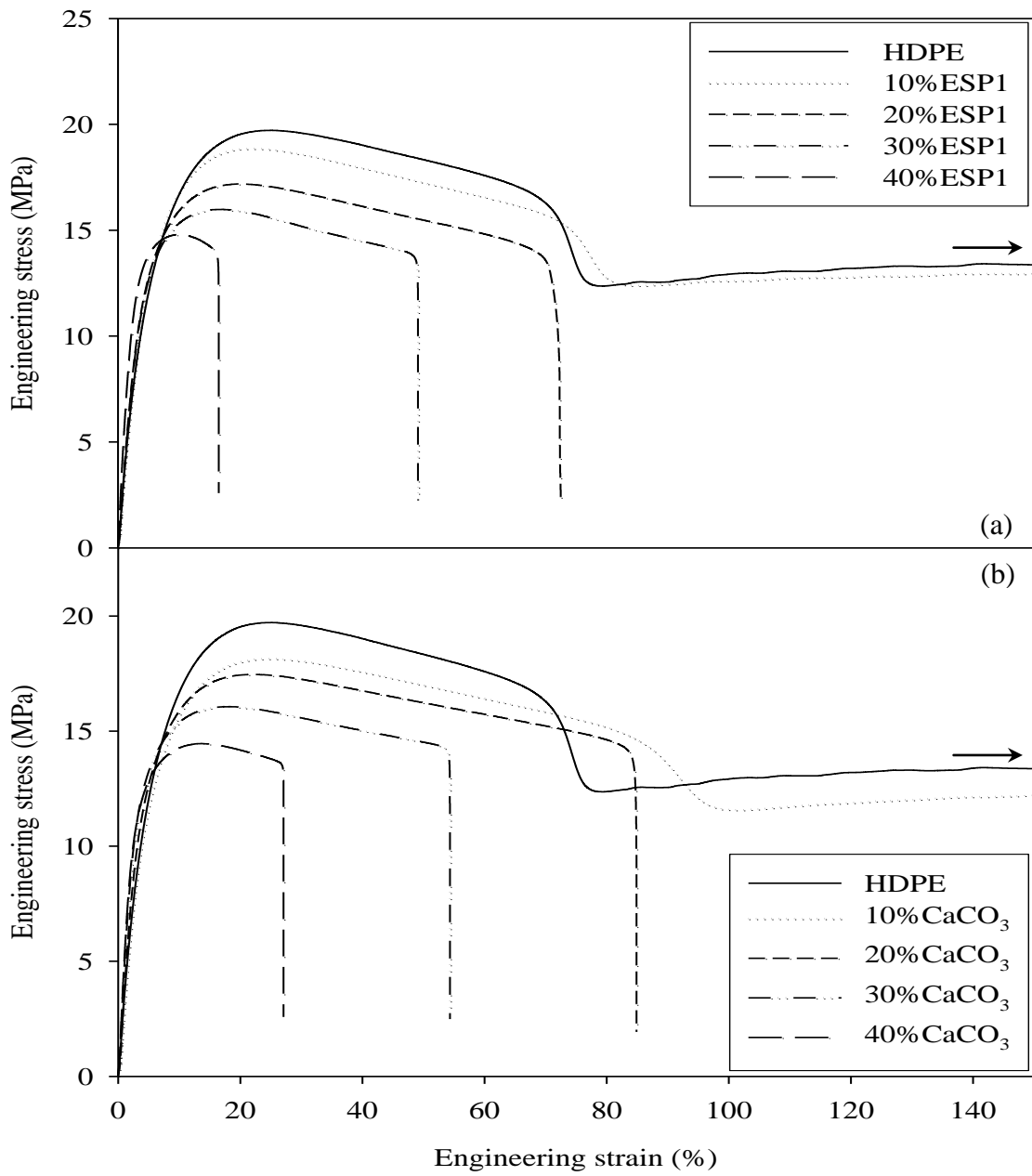
รูปที่ 3.3 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของพอลิโอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเมอร์คอมพอสิต $\text{CaCO}_3/\text{HDPE}$ ที่ปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตแตกต่างกัน

ตารางที่ 3.2 อุณหภูมิการเสื่อมสลายและน้ำหนักที่เหลืออยู่ (residue) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ พอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO₃/HDPE ที่ ปริมาณ ESP1 และ CaCO₃ ต่าง ๆ

ปริมาณ ESP1 หรือ CaCO ₃ (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)	อุณหภูมิการเสื่อมสลาย (°C)					
	พอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE			พอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO ₃ /HDPE		
	HDPE	ESP1	residue (%)	HDPE	CaCO ₃	residue (%)
0	493	-	0	493	-	0
10	492	726	5	492	727	5
20	493	757	11	491	741	11
30	494	766	16	492	738	17
40	492	775	21	492	755	22

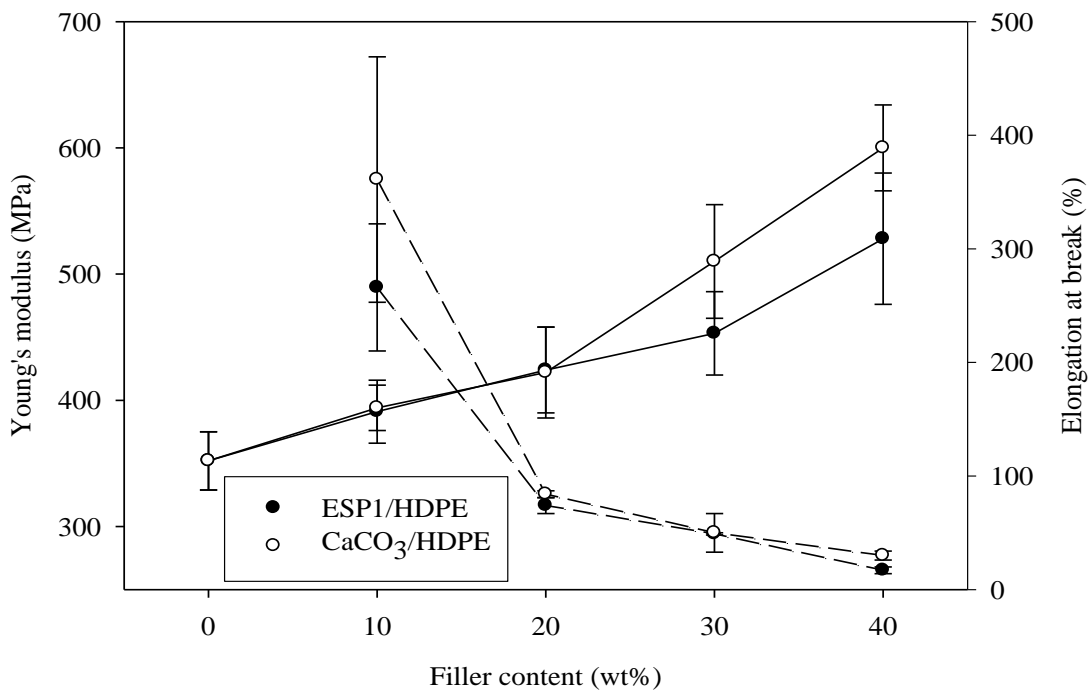
3.3.1.3 สมบัติทางกล

กราฟแสดงความเค้น-ความเครียดทางวิศวกรรมของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และพอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO₃/HDPE แสดงในรูปที่ 3.4 ซึ่งทดสอบแรงดึงของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงไม่ขาดภายใต้ขีดจำกัดของเครื่องทดสอบ กราฟแรงดึงของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเมอร์คอมพอสิตของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่ปริมาณ 10% โดยน้ำหนักของ ESP1 และ CaCO₃ แสดงให้เห็นการเกิด cold drawing ก่อนที่ชิ้นทดสอบจะขาด อย่างไรก็ตาม ชิ้นงานของพอลิเมอร์คอมพอสิตของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่ปริมาณ 20 - 40% โดยน้ำหนักของ ESP1 และ CaCO₃ จะขาดโดยที่ไม่เกิด cold drawing จากการทดสอบด้วยอัตราการดึง 10 mm/min การเปลี่ยนสมบัติของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO₃/HDPE จากเหนียวเป็นเปราะ เกิดขึ้นที่ปริมาณตัวเติม 20% โดยน้ำหนัก ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากการเคลื่อนไหวของสายโซ่พอลิเมอร์ถูกจำกัดเมื่อปริมาณของสารตัวเติมเพิ่มขึ้น การเปลี่ยนจากเหนียวเป็นเปราะของพอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO₃/HDPE มีรายงานว่าเกิดขึ้นที่ปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนต 15% โดยปริมาตร ด้วยอัตราการดึง 50 mm/min [3] และ 10% โดยน้ำหนักที่อัตราการดึง 125 mm/min [4].



รูปที่ 3.4 กราฟ ความเค้น-ความเครียด จากการทดสอบแรงดึงของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE (a) และ CaCO₃/HDPE (b) ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO₃ ต่าง ๆ

รูปที่ 3.5 แสดงค่ามอดูลัสของยังค์ และการยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO_3 /HDPE โดยเป็นไปตามความคาดหมายคือ ค่ามอดูลัสของยังค์ของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE มีค่าสูงกว่าของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและค่อย ๆ เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มขึ้น ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากสารตัวเติมมีความแข็งแรง (stiffness) สูงกว่าพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เป็นเมทริกซ์ [5] นอกจากนี้ความสามารถในการเคลื่อนไหว และการเปลี่ยนรูปร่างของเมทริกซ์ถูกจำกัดด้วยอนุภาคที่แข็งแรงของ ESP1 และ CaCO_3 [4] อย่างไรก็ตาม ค่ามอดูลัสของยังค์ของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE มีค่าต่ำกว่าของพอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO_3 /HDPE เล็กน้อยเมื่อปริมาณ ESP1 มากกว่า 20% โดยน้ำหนัก สาเหตุที่เป็นเช่นนี้อาจเป็นเพราะลักษณะอนุภาค ESP1 ที่แตกต่างจากอนุภาค CaCO_3 คือ ลักษณะขอบเหลี่ยมอนุภาคของ ESP1 ที่ไม่คมชัดและอนุภาคถูกปกคลุมด้วยชั้นบาง ๆ ที่มีรูพรุน ดังกล่าวไว้ในหัวข้อ 2.3.5 ส่วนค่าการยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิตลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเพิ่มปริมาณสารตัวเติม

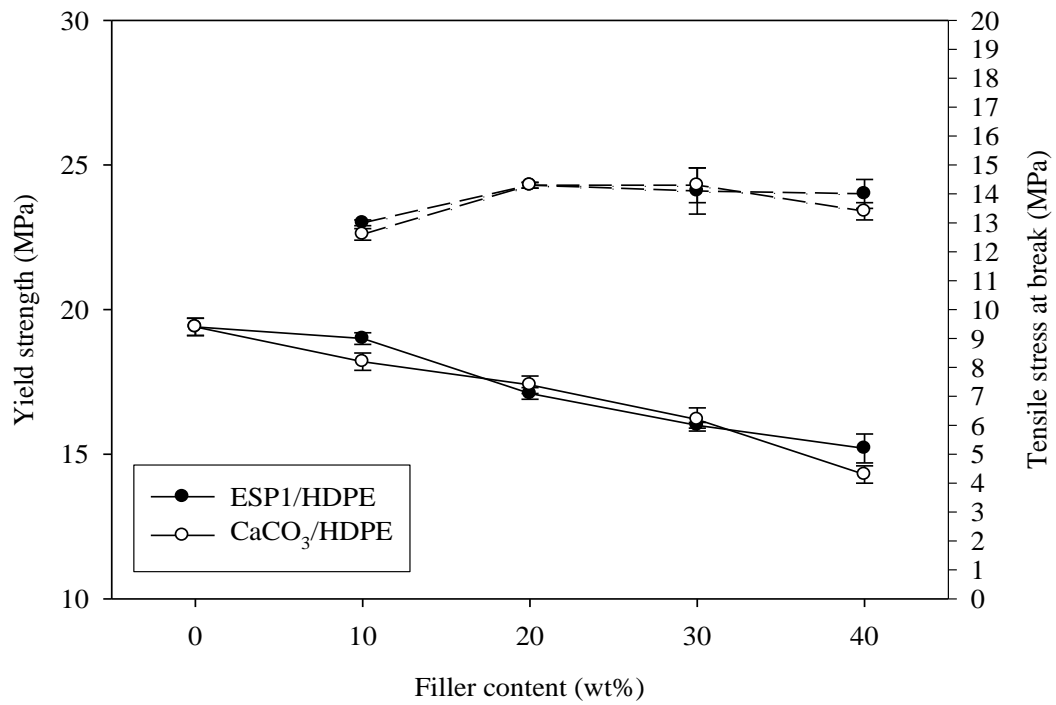


รูปที่ 3.5 กราฟระหว่างมอดูลัสของยังค์ (—) และการยืดตัว ณ จุดขาด (---) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO_3 /HDPE ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO_3 ต่าง ๆ

รูปที่ 3.6 แสดงค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุด ครากของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO_3 /HDPE พบว่าค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุด ครากของพอลิเมอร์คอมพอสิตมีค่าต่ำกว่าของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุด ครากของพอลิเมอร์คอมพอสิต ลดลง เมื่อเพิ่มปริมาณ ESP1 และ CaCO_3 เนื่องจากการเกิด shear yielding จากการดึงยืด ณ บริเวณใกล้กับผิวหน้าของ ESP1 และ CaCO_3 ทำให้เกิดการการแยกออกจากกันระหว่างผิวหน้าของสารตัวเติมกับลามลลา (lamellae) ของเมตริกซ์ พอลิเมอร์เมตริกซ์ ณ บริเวณนี้ไม่สามารถคืนตัวกลับได้จากการดึงยืด (irreversible deformation) ต่อจากนั้นการแยกตัวจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ ESP1 และ CaCO_3 การลดลงของความต้านทานแรงดึง ณ จุด ครากของพอลิเมอร์คอมพอสิตของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเมื่อเพิ่มปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตได้ถูกรายงานมาก่อนหน้านี้ [6] นอกจากนั้นค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุด ครากของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO_3 /HDPE มีค่าใกล้เคียงกัน

นอกจากนั้น รูปที่ 3.6 ยังแสดงค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO_3 /HDPE ค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงไม่สามารถตรวจวัดได้เนื่องจากชิ้นงานทดสอบไม่ขาดภายใต้ขีดจำกัดของเครื่องทดสอบ ค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเพิ่มปริมาณสารตัวเติมจาก 10% ถึง 20% โดยน้ำหนัก นอกจากนั้น ยังพบอีกว่าค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO_3 /HDPE ไม่เปลี่ยนแปลงแม้ว่าจะเพิ่มปริมาณ ESP1 และ CaCO_3 จาก 20% ไปเป็น 40% โดยน้ำหนักก็ตาม ที่เป็นเช่นนี้แสดงให้เห็นว่าการเติม ESP1 และ CaCO_3 ไม่ช่วยในการปรับปรุงค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาด นอกจากนั้นที่ 20% โดยน้ำหนักของ ESP1 และ CaCO_3 พอลิเอทิลีน ณ ผิวสัมผัสระหว่างสารตัวเติมกับเมตริกซ์เข้าใกล้จุดของการล้มเหลวซึ่งเป็นตัวควบคุมการล้มเหลวของพอลิเมอร์คอมพอสิต

ค่ามอดูลัสของยังค์ ค่าการยืดตัว ณ จุดขาด ค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุด คราก และค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดได้รวบรวมแสดงไว้ในตารางที่ 3.3



รูปที่ 3.6 กราฟระหว่างความต้านทานแรงดึง ณ จุดคราก (—) และ ความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาด (— —) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO₃/HDPE ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO₃ ต่าง ๆ

ตารางที่ 3.3 สมบัติการต้านทานต่อแรงดึงของพอลิเมอร์คอมพอลิท์ ESP1/HDPE และ CaCO₃/HDPE ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO₃ ต่าง ๆ

ปริมาณ ESP1 หรือ CaCO ₃ (wt%)	มอดูลัสของยังค์ (MPa)		การยืดตัว ณ จุดขาด (%)		ความต้านทานแรงดึง ณ จุด คราก (MPa)		ความต้านทานแรงดึง ณ จุด ขาด (MPa)	
	ESP1/HDPE	CaCO ₃ /HDPE	ESP1/HDPE	CaCO ₃ /HDPE	ESP1/HDPE	CaCO ₃ /HDPE	ESP1/HDPE	CaCO ₃ /HDPE
0	352±23	352±23	Not break	Not break	19.3±0.1	19.3±0.1	Not break	Not break
10	391±25	394±18	266±56	361±108	19.0±0.2	18.2±0.3	13.0±0.1	12.6±0.2
20	424±34	422±36	74±7	84±3	17.1±0.2	17.4±0.3	14.3±0.1	14.3±0.1
30	453±33	510±45	49±1	50±17	16.0±0.1	16.2±0.4	14.1±0.8	14.3±0.6
40	528±52	600±34	17±3	30±4	15.2±0.5	14.3±0.3	14.0±0.5	13.4±0.3

สมบัติการต้านทานแรงค้ำของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO₃/HDPE แสดงไว้ในตารางที่ 3.4 มอดูลัสแรงค้ำของพอลิเมอร์คอมพอสิตมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ ESP1 และ CaCO₃ สารตัวเติม ESP1 มีผลต่อการปรับปรุงมอดูลัสแรงค้ำมากกว่าแคลเซียมคาร์บอเนต ค่าความต้านทานแรงค้ำของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE มีค่าสูงกว่าพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเล็กน้อย เมื่อเพิ่มปริมาณ ESP1 ค่าความต้านทานแรงค้ำของพอลิเมอร์คอมพอสิตมีค่าลดลงเล็กน้อย อย่างไรก็ตาม การเติมแคลเซียมคาร์บอเนตลงไปในพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงไม่มีนัยสำคัญในการปรับปรุงค่าความต้านทานแรงค้ำของพอลิเมอร์คอมพอสิต

ตารางที่ 3.4 มอดูลัสแรงค้ำและความต้านทานแรงค้ำของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO₃/HDPE ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO₃ ต่าง ๆ

ปริมาณ ESP1 หรือ CaCO ₃ (wt%)	มอดูลัสแรงค้ำ (MPa)		ความต้านทานแรงค้ำ (MPa)	
	ESP1/HDPE	CaCO ₃ /HDPE	ESP1/HDPE	CaCO ₃ /HDPE
0	553±21	553±21	21±0.6	21±0.6
10	628±4	583±11	22±0.3	21±0.3
20	690±29	651±24	23±0.1	21±0.2
30	852±30	792±34	24±0.1	22±0.4
40	1012±34	925±23	24±0.2	22±0.3

ค่าความต้านทานแรงกระแทกแบบไอซอดไม์บากของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเมอร์คอมพอสิตของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงแสดงในตารางที่ 3.5 ค่าความต้านทานแรงกระแทกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ ESP1 และ CaCO₃ 10% โดยน้ำหนักไม่ได้แสดงไว้ในตารางเนื่องจากชิ้นงานทดสอบไม่แตกหักภายใต้ขีดจำกัดของเครื่องมือทดสอบ ค่าความต้านทานแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมพอสิตมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณสารตัวเติม การลดลงของค่าความต้านทานแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมพอสิตเป็นเพราะการยึดติดที่ไม่ดีระหว่างพื้นผิวหน้าที่มีขี้ของ ESP1 และ CaCO₃ กับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง [(Rukchonlatee et al., 2002)] การยึดติดที่ไม่ดีระหว่างพื้นผิวนำไปสู่การเกิดของช่องว่างระหว่างพื้นผิวของสารตัวเติมกับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ภายใต้สภาวะการทดสอบการกระแทก ช่องว่างเหล่านี้ทำหน้าที่เป็นจุดรวมความเค้นซึ่งที่จุดนี้แรงกระแทกต่อหน่วยพื้นที่จะมีค่าสูงขึ้น และทำให้พอลิเมอร์คอมพอสิตเกิดการหักที่ความเค้นต่ำลง จะพบว่าค่าความต้านทานแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE มีค่าต่ำกว่าพอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO₃/HDPE เล็กน้อย

ตารางที่ 3.5 ความต้านทานแรงกระแทกแบบไอซอดไม้มากของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO₃/HDPE ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO₃ ต่าง ๆ

ปริมาณ ESP1 หรือ CaCO ₃ (wt%)	ความต้านทานแรงกระแทก (kJ/m ²)	
	ESP1/HDPE	CaCO ₃ /HDPE
0	ไม่หัก	ไม่หัก
10	ไม่หัก	ไม่หัก
20	38.0±3.2	46.3±2.3
30	22.6±1.7	25.0±2.2
40	13.4±1.6	14.9±0.9

อิทธิพลของปริมาณสารตัวเติมต่อความแข็งและอุณหภูมิการบิดงอ (HDT) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO₃/HDPE แสดงในตาราง 3.6 ความแข็งของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีค่าต่ำกว่าความแข็งของพอลิเมอร์คอมพอสิตเล็กน้อย นอกจากนั้นความแข็งของพอลิเมอร์คอมพอสิตเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเพิ่มปริมาณสารตัวเติม การที่เป็นเช่นนี้เพราะว่าอนุภาคของ ESP1 และ CaCO₃ มีความแข็งมากกว่าพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ในทางเปรียบเทียบ ความแข็งของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ไม่ได้แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญจากความแข็งของพอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO₃/HDPE

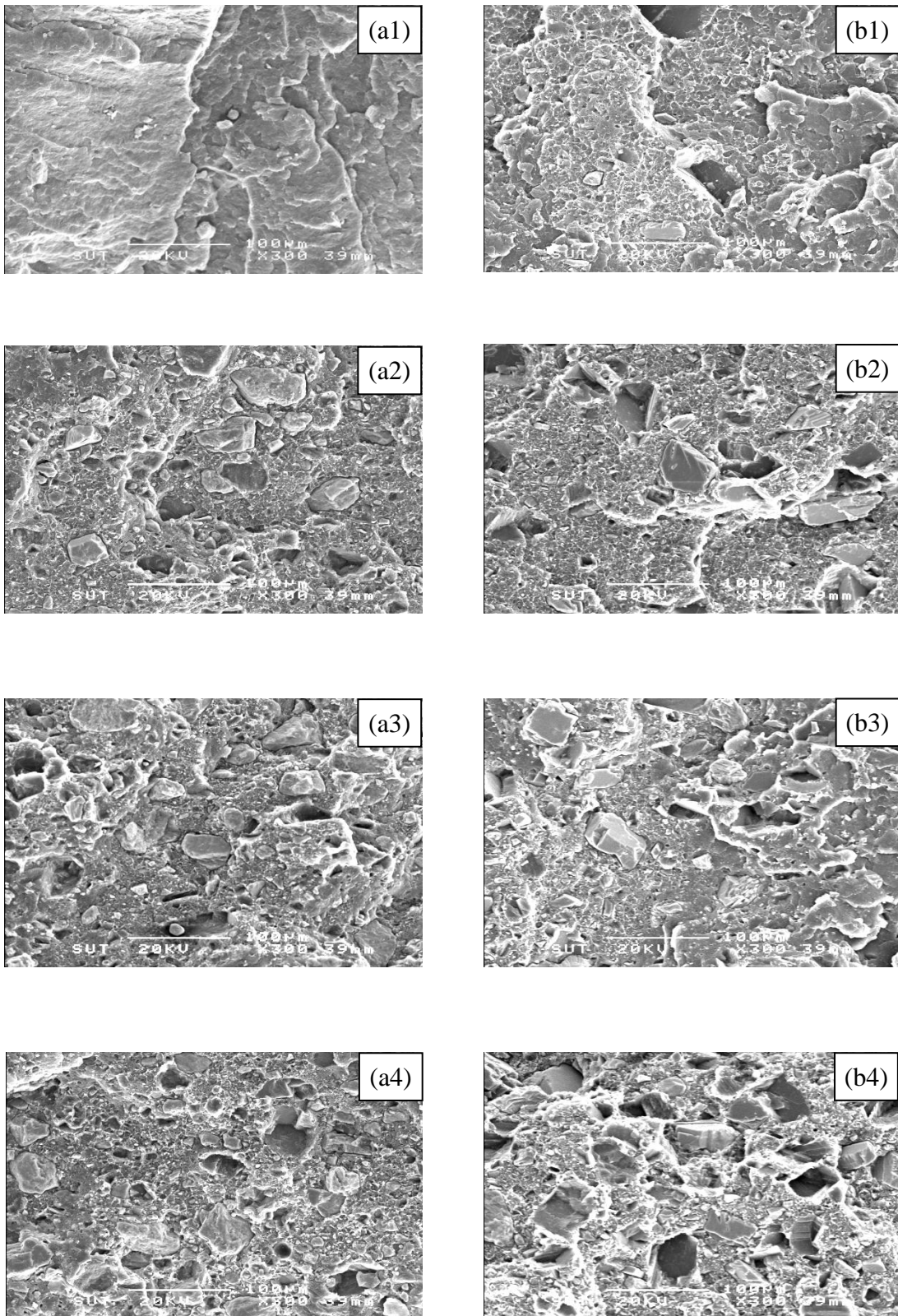
อุณหภูมิโก่งตัวภายใต้ความร้อนของพอลิเมอร์คอมพอสิตสูงกว่าของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงตามที่แสดงในตารางที่ 3.6 อุณหภูมิโก่งตัวของพอลิเมอร์คอมพอสิตสูงขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณสารตัวเติม นอกจากนั้น อุณหภูมิโก่งตัวของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ต่ำกว่าของพอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO₃/HDPE เล็กน้อยเมื่อปริมาณ ESP1 มากกว่า 10% โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 3.6 ความแข็งและอุณหภูมิโก่งตัวภายใต้ความร้อนของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และพอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO₃/HDPE ที่ปริมาณ ESP1 และ CaCO₃ ต่าง ๆ

ปริมาณ ESP1 หรือ CaCO ₃ (wt%)	ความแข็ง (shore D)		อุณหภูมิโก่งตัว (°C)	
	ESP1/HDPE	CaCO ₃ /HDPE	ESP1/HDPE	CaCO ₃ /HDPE
0	38.3±0.3	38.3±0.3	68.2	68.2
10	38.5±0.2	38.7±0.2	71.5	71.5
20	40.2±0.3	40.5±0.4	73.1	74.5
30	42.0±0.2	42.2±0.2	77.3	76.2
40	42.8±0.2	43.6±0.2	79.0	81.4

3.3.1.4 สมบัติทางลักษณะวิทยา

รูปที่ 3.7 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO₃/HDPE การยึดติดกันระหว่างผิวหน้าของ ESP1 และ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ไม่ดีพอ ๆ กับระหว่าง CaCO₃ และ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ซึ่งสังเกตได้จากการมีช่องว่างจำนวนมากบนพื้นผิวจากการหักชิ้นทดสอบ ช่องว่างเหล่านี้เป็นผลมาจากการหลุดออกของสารตัวเติมจากเมทริกซ์ นอกจากนี้ การกระจายตัวของอนุภาคในพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO₃/HDPE มีความเหมือนกัน การรวมตัวกันของอนุภาคเป็นแอกโกลเมอเรต (agglomerates) พบได้ทั้งในพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ CaCO₃/HDPE เมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มขึ้นจาก 20% จนกระทั่ง 40% โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ การยึดติดกันระหว่างผิวหน้าที่ไม่ดีนำไปสู่การลดลงของความต้านทานแรงดึง ณ จุด คราก ความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาด และความต้านทานแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมพอสิตของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง



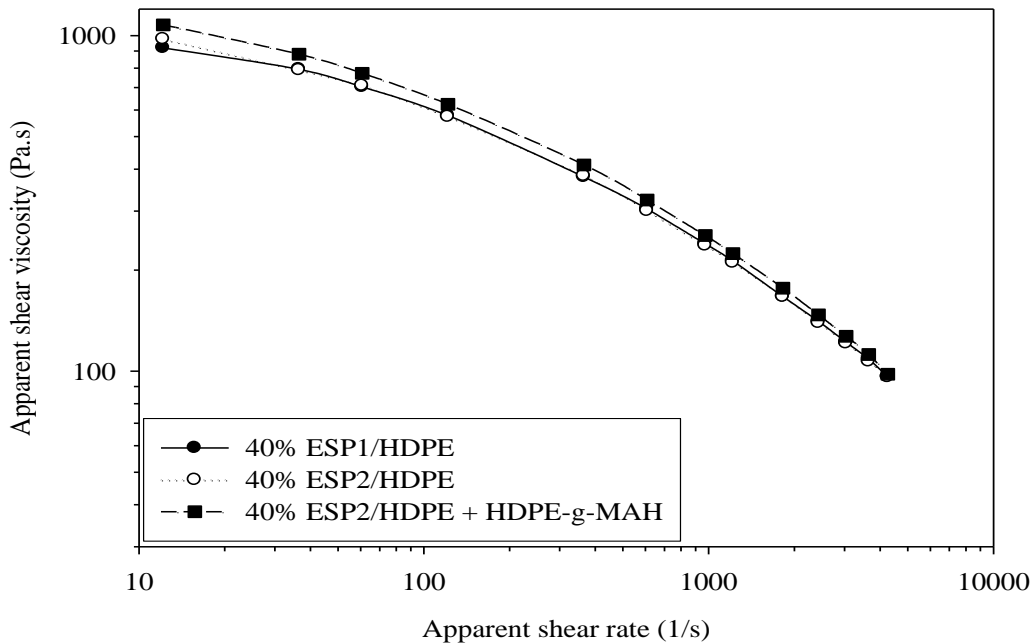
รูปที่ 3.7 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (x300) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE (a) และ CaCO₃/HDPE (b): 10% (1) 20% (2) 30% (3) และ 40% (4) โดยน้ำหนัก

3.3.2 ผลของขนาดอนุภาคผงเปลือกไข่และการใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP/HDPE ที่ปริมาณ 40% โดยน้ำหนัก

ตามที่ได้อธิบายในหัวข้อ 3.3.1.3 พอลิเมอร์คอมพอลิที ESP1/HDPE ที่ปริมาณ ESP1 40% โดยน้ำหนัก มีค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาด และมอดุลัสของยังค์สูงกว่าของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP1/HDPE ที่ปริมาณ ESP1 10 20 และ 30% โดยน้ำหนัก ดังนั้นพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP2/HDPE ทั้งที่มีและไม่มีสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้จึงถูกเตรียมขึ้นมาเพื่อใช้ศึกษาอิทธิพลของขนาดอนุภาคและแรงดัดแปรระหว่างผิวหน้าต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์คอมพอลิที ขนาดอนุภาค (D_{50}) ของ ESP1 เท่ากับ $17.1 \mu\text{m}$ ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ $24.1 \mu\text{m}$ และช่วงขนาดอนุภาคเท่ากับ $0.7 - 113 \mu\text{m}$ และขนาดอนุภาค (D_{50}) ของ ESP2 เท่ากับ $14.4 \mu\text{m}$ ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ $16.9 \mu\text{m}$ และช่วงขนาดอนุภาคเท่ากับ $0.9 - 60 \mu\text{m}$

3.3.2.1 สมบัติทางกระแสวิทยา

กราฟระหว่างความหนืดเฉือนปรากฏและอัตราการเฉือนของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE ที่มีการเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ (HDPE-g-MAH) แสดงในรูปที่ 3.8 ความหนืดเฉือนปรากฏของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP1/HDPE และ ESP2/HDPE มีค่าใกล้เคียงกันมาก ที่เป็นเช่นนี้อาจอธิบายได้ว่าขนาดอนุภาค และการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของ ESP1 และ ESP2 ไม่ได้แตกต่างกันมาก ความแตกต่างที่ไม่มากพอจึงไม่ทำให้เกิดความแตกต่างของความหนืด อย่างไรก็ตามความหนืดเฉือนปรากฏของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP2/HDPE ที่มีการเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้สูงกว่า ความหนืดเฉือนปรากฏของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP2/HDPE ที่ไม่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้เล็กน้อย ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากการลดลงของจำนวนและขนาดของแอคโกลเมอเรตโดยการเติมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงกราฟต์ด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์ (HDPE-g-MAH) [7] มีงานวิจัยก่อนหน้านี้รายงานว่า การเติมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงกราฟต์ด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์ในปริมาณ 0 - 2% โดยน้ำหนักของแคลเซียมคาร์บอเนตมีผลต่อความหนืดของพอลิเมอร์คอมพอลิทีของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงเล็กน้อย [8] นอกจากนี้ยังมีการรายงานถึงปริมาณที่เหมาะสมของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงกราฟต์ด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์เป็น 4% โดยน้ำหนักของแคลเซียมคาร์บอเนต [9] พอลิเมอร์คอมพอลิทีของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เตรียมจาก ESP1 ESP2 และ ESP2 ที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ แสดงพฤติกรรม shear-thinning นั่นคือความหนืดเฉือนปรากฏลดลงเมื่อเพิ่มอัตราการเฉือน



รูปที่ 3.8 กราฟระหว่างความหนืดเฉือนปรากฏและอัตราการเฉือนปรากฏของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE ที่มีการเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก

ดัชนีการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE ที่มีการเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้มีค่าเป็น 8.3 8.2 และ 7.2 ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 3.7 แสดงให้เห็นว่าความแตกต่างของขนาดอนุภาคและการกระจายของขนาดอนุภาคระหว่าง ESP1 และ ESP2 ยังไม่อยู่ในระดับที่มีผลอย่างมีนัยสำคัญที่จะทำให้พอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ ESP2/HDPE มีสมบัติการไหลที่แตกต่างกัน อย่างไรก็ตาม การเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ทำให้ดัชนีการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิตลดลง การที่เป็นเช่นนี้อาจมีสาเหตุมาจากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงกราฟต์ด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์ดัชนีการไหล (2 g/10 min, 190°C at 2.16 kg) สูงกว่าดัชนีการไหลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (~12 g/10 min, 190°C at 2.16 kg)

ตารางที่ 3.7 ดัชนีการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE ที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ (ESP) 40% โดยน้ำหนัก

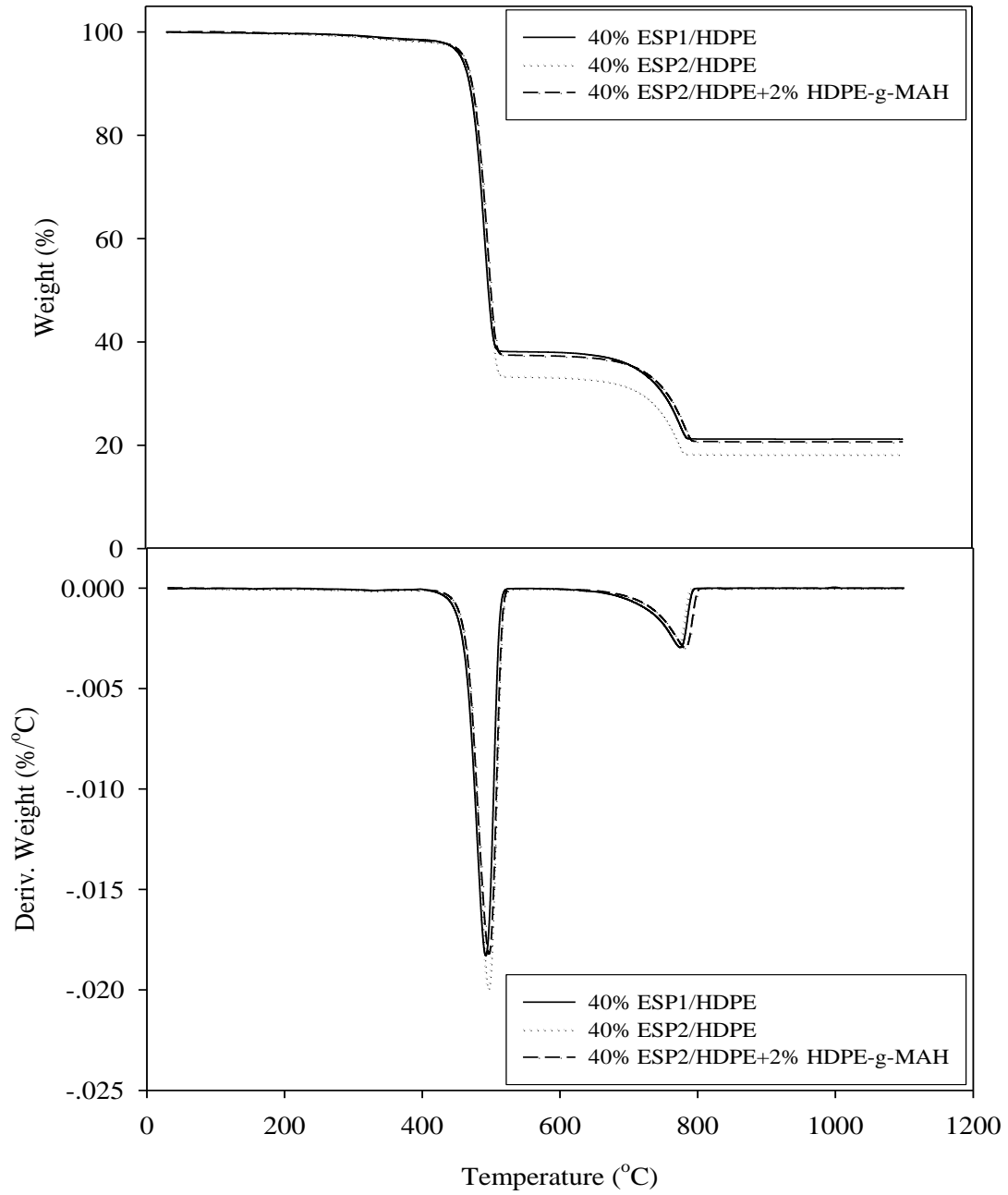
พอลิเมอร์คอมพอสิต	ดัชนีการไหล (g/10 min)
40% ESP1/HDPE	8.3
40% ESP2/HDPE	8.2
40% ESP2/HDPE + 2% HDPE-g-MAH	7.2

3.3.2.2 สมบัติทางความร้อน

กราฟ TGA และ DTGA ของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH แสดงในรูปที่ 3.9 พอลิเมอร์คอมพอลิทีแสดงอุณหภูมิการเสื่อมสลายสามอุณหภูมิ การเสื่อมสลายแรกเป็นการเสื่อมสลายของสารอินทรีย์ที่เป็นองค์ประกอบของเปลือกไข่ (ดูรูปที่ 3.2 ประกอบ) การเสื่อมสลายที่สองเป็นการเสื่อมสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และ การเสื่อมสลายที่สามเป็นการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตของผงเปลือกไข่

อุณหภูมิการเสื่อมสลายที่สองของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP1/HDPE และ ESP2/HDPE แตกต่างกันไม่มาก ตามที่แสดงในตารางที่ 3.8 อย่างไรก็ตามอุณหภูมิการเสื่อมสลายที่สามของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP2/HDPE มีค่าต่ำกว่าอุณหภูมิการเสื่อมสลายที่สามของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP1/HDPE

เมื่อเติมพอลิเมอร์คอมพอลิที โดยเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ อุณหภูมิการเสื่อมสลายที่สองของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH มีค่าใกล้เคียงกับอุณหภูมิการเสื่อมสลายที่สองของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP2/HDPE ที่ไม่มีการเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ในทางกลับกัน อุณหภูมิการเสื่อมสลายที่สามของพอลิเมอร์คอมพอลิที ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ปรับตัวไปที่อุณหภูมิสูงขึ้นเนื่องจากอันตรกิริยาระหว่างพื้นผิวที่มีขี้ของ ESP2 และหมู่ฟังก์ชันที่มีขี้ของ HDPE-g-MAH



รูปที่ 3.9 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก

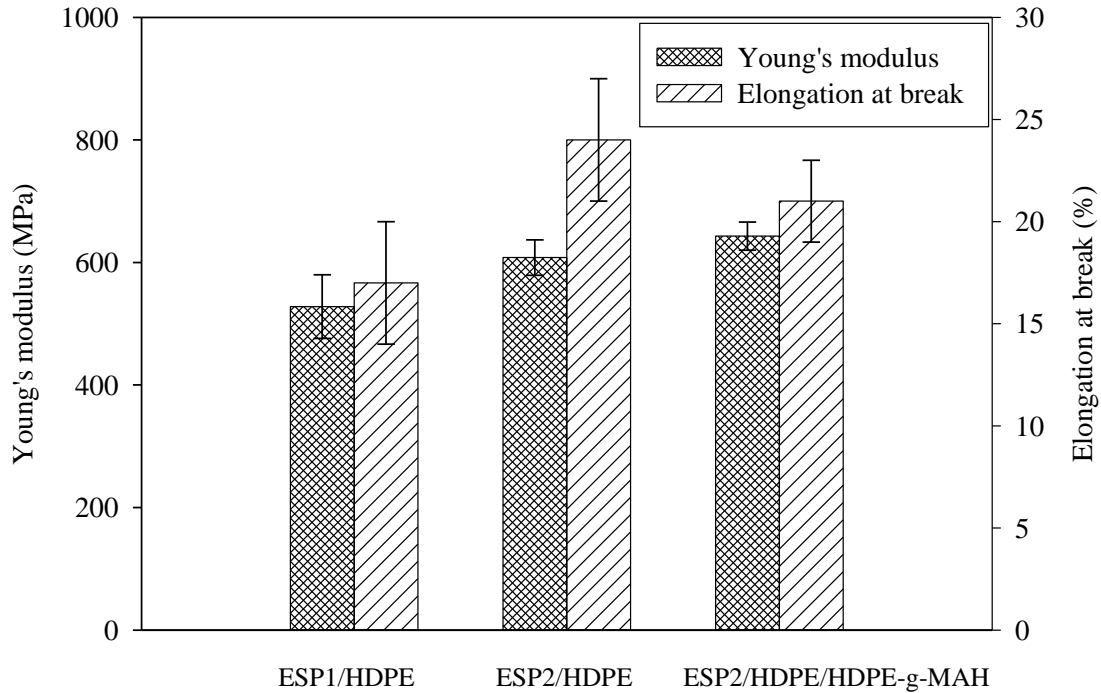
ตารางที่ 3.8 อุณหภูมิการเสื่อมสลายของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก

พอลิเมอร์คอมพอสิต	อุณหภูมิเสื่อมสลาย (°C)	
	HDPE	ESP
40% ESP1/HDPE	492	775
40% ESP2/HDPE	495	771
40% ESP2/HDPE + 2% HDPE-g-MAH	497	782

3.3.2.3 สมบัติทางกล

รูปที่ 3.10 แสดงค่ามอดุลัสของแข็ง และการยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH มอดุลัสของแข็งของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ ESP2/HDPE ไม่ได้แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ มีการรายงานก่อนหน้านี้ทั้งสองแบบคือขนาดอนุภาคมีผลน้อยและไม่มีผลต่อมอดุลัสของแข็งของพอลิเมอร์คอมพอสิต [5] มีในกรณีของพอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO₃/PP/HDPE มอดุลัสของแข็งของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตขนาดอนุภาค 1.8 μm มีค่าสูงกว่าในกรณีที่ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตขนาดอนุภาค 3.0 μm [10] ในทางตรงกันข้ามมีรายงานว่าพอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO₃/PP ที่ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตขนาดอนุภาค 6.0 μm มีค่ามอดุลัสของแข็งที่สูงกว่าในกรณีที่ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตขนาดอนุภาค 3.0 μm [11]

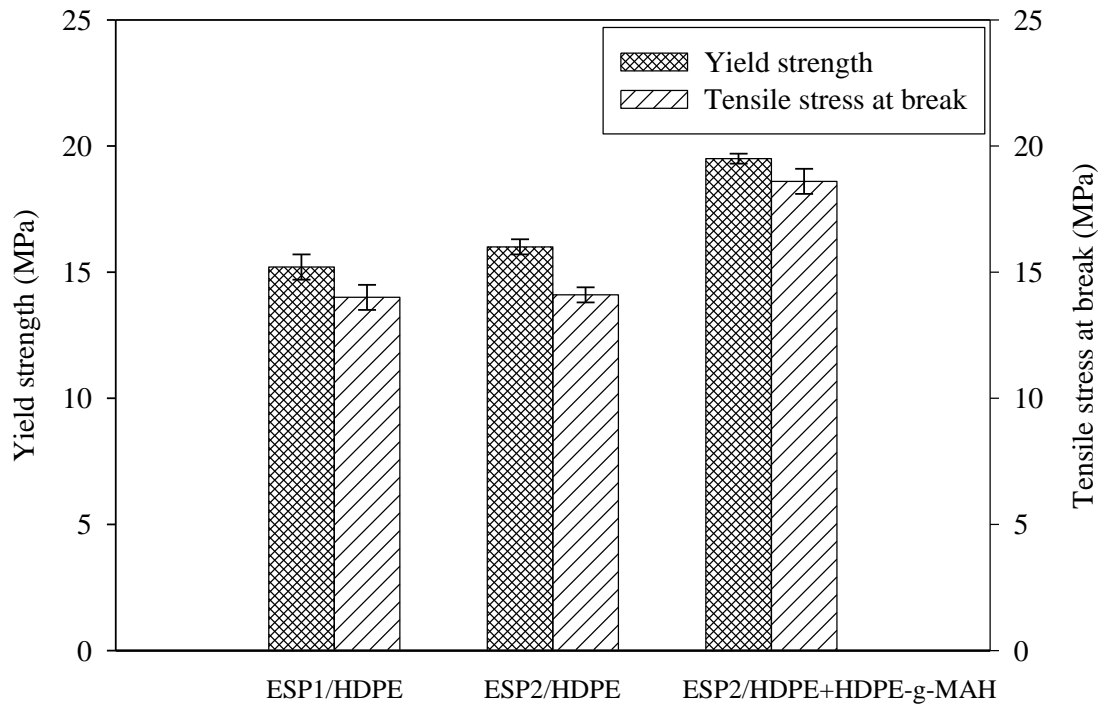
การเติมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงกราฟต์ด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์ในปริมาณ 2% โดยน้ำหนัก ไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงมอดุลัสของแข็งอย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจากมอดุลัสของแข็งของเป็นสมบัติทางกลของวัสดุที่อยู่ในช่วงที่เป็นอิลาสติก และอยู่ในช่วงที่พอลิเมอร์ยังไม่เปลี่ยนรูปอย่างถาวรทั้งที่บริเวณเมทริกซ์และบริเวณอินเทอร์เฟส ดังนั้นการใช้ HDPE-g-MAH ช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ที่ผิวหน้าจึงไม่ส่งผลต่อมอดุลัสของแข็งซึ่งเป็นช่วงที่สมบัติของวัสดุอยู่ในช่วง proportion limit [5] นอกจากนี้ ยังมีการศึกษาว่าแคลเซียมคาร์บอเนตที่มีขนาดอนุภาค 3.0 และ 1.8 μm ดัดแปรด้วย Lica 12 ปริมาณ 0.3 – 0.5% โดยน้ำหนัก ไม่มีผลต่อมอดุลัสของแข็งของพอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO₃/PP/HDPE [10] เปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP2/HDPE มีค่าสูงกว่าพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE อย่างไรก็ตาม การใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้มีผลต่อการยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิตเพียงเล็กน้อย



รูปที่ 3.10 กราฟของมอดูลัสของยังค์ และการยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก

อิทธิพลของขนาดอนุภาค และแรงคัดแปรพื้นผิวที่มีต่อค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดคราก และค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิตแสดงในรูปที่ 3.10 ค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดคราก และค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติม ESP1 และ ESP2 ไม่แตกต่างกันมาก มีการรายงานก่อนหน้านี้ว่าอนุภาคที่มี D_{50} ใกล้เคียงกันคือ 6.0 และ 3.0 μm ค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดคราก และค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิต CaCO_3/PP ไม่มีความแตกต่างกัน [11]

อย่างไรก็ตาม การใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ช่วยปรับปรุงค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดคราก และค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ตามที่แสดงในรูปที่ 3.22 เนื่องจากการยึดติดระหว่างผิวหน้าผงเปลือกไข่ และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงถูกปรับปรุงให้ดีขึ้นด้วย HDPE-g-MAH ได้มีการนำเสนอว่าพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงกราฟต์ด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์สามารถปรับปรุงค่าความต้านทานแรงดึงของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงชนิดรีไซเคิลที่เติมด้วยแคลเซียมคาร์บอเนต [9] มอดูลัสของยังค์ การยืดตัว ณ จุดขาด ความต้านทานแรงดึง ณ จุดคราก และความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดแสดงไว้ในตารางที่ 3.9

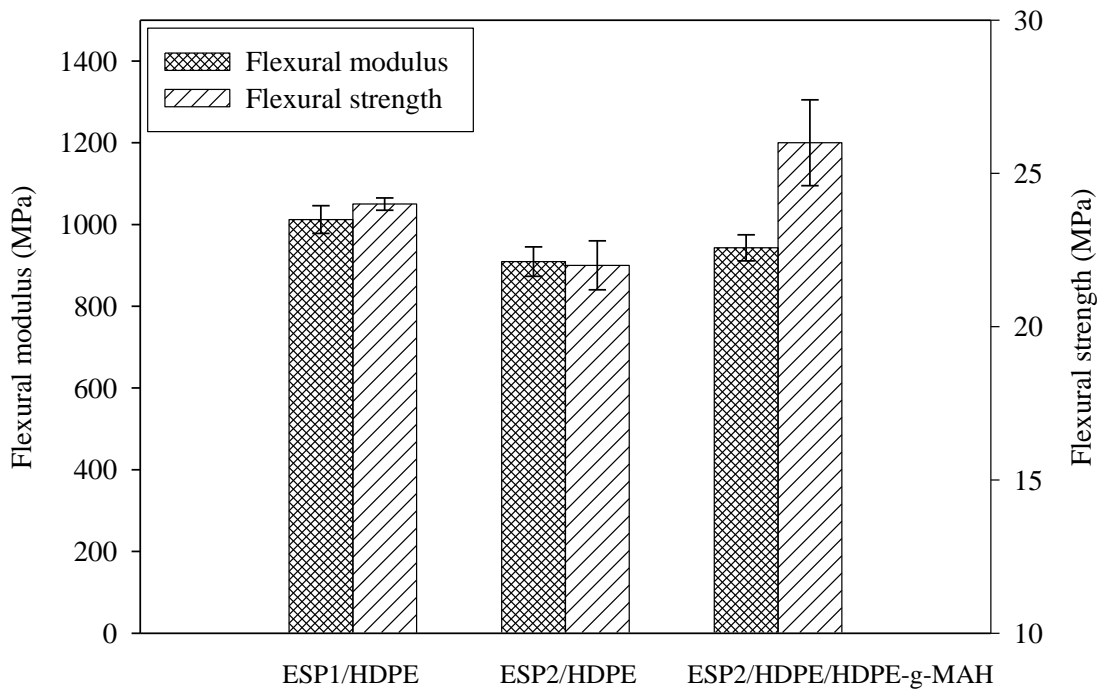


รูปที่ 3.11 กราฟของค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดคราก และค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 3.9 สมบัติความต้านทานแรงดึงของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก

พอลิเมอร์คอมพอสิต	มอดูลัสของ ยั้งก์ (MPa)	การยืดตัว ณ จุดขาด (%)	ความต้านทาน แรงดึง ณ จุด คราก (MPa)	ความต้านทาน แรงดึง ณ จุด ขาด (MPa)
ESP1/HDPE	528±52	17±3	15.2±0.5	14.0±0.5
ESP2/HDPE	608±29	24±3	16.0±0.3	14.1±0.3
ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH	643±23	21±2	19.5±0.2	18.6±0.5

มอดูลัสแรงคด และความต้านทานต่อแรงคดของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE ที่มีการเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก ในรูปที่ 3.12 แสดงให้เห็นว่ามอดูลัสแรงคด และความต้านทานต่อแรงคดของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE และ ESP2/HDPE ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ มอดูลัสแรงคดของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ มีการเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ไม่ได้ถูกปรับปรุงให้ดีขึ้น อย่างไรก็ตาม ความต้านทานต่อแรงคดของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ มีการเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 22 MPa ไปเป็น 26 MPa เนื่องจากการปรับปรุงอันตรกิริยาระหว่าง ESP2 กับพอลิเมอร์เมทริกซ์ด้วย HDPE-g-MAH มอดูลัสแรงคด และความต้านทานต่อแรงคดของพอลิเมอร์คอมพอสิตได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.10



รูปที่ 3.12 กราฟของมอดูลัสแรงคดและความต้านทานต่อแรงคดของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 3.10 มอดูลัสแรงดัดและความต้านทานต่อแรงดัดของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก

พอลิเมอร์คอมพอสิต	มอดูลัสแรงดัด (MPa)	ความต้านทานต่อแรงดัด (MPa)
ESP1/HDPE	1012±34	24±0.2
ESP2/HDPE	909±36	22±0.8
ESP2/HDPE+2% HDPE-g-MAH	943±32	26±1.4

ผลของขนาดอนุภาค และการใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ต่อความต้านทานแรงกระแทกแบบไอซอดไม่บวมของพอลิเมอร์คอมพอสิตแสดงในตารางที่ 3.11 ความต้านทานแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมพอสิตจาก ESP1 และ ESP2 ไม่แตกต่างกัน เห็นได้ชัดว่าความต้านทานแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมพอสิตได้รับการปรับปรุงจากการใช้ HDPE-g-MAH

อิทธิพลของขนาดอนุภาค และการดัดแปรพื้นผิวที่มีต่อความแข็ง และอุณหภูมิโค้งตัวภายใต้ความร้อนของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH แสดงไว้ในตารางที่ 3.11 ความแข็งของพอลิเมอร์คอมพอสิตทั้งสามชนิดไม่แตกต่างกัน การเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้มีผลในการปรับปรุงอุณหภูมิโค้งตัวถึง 6°C

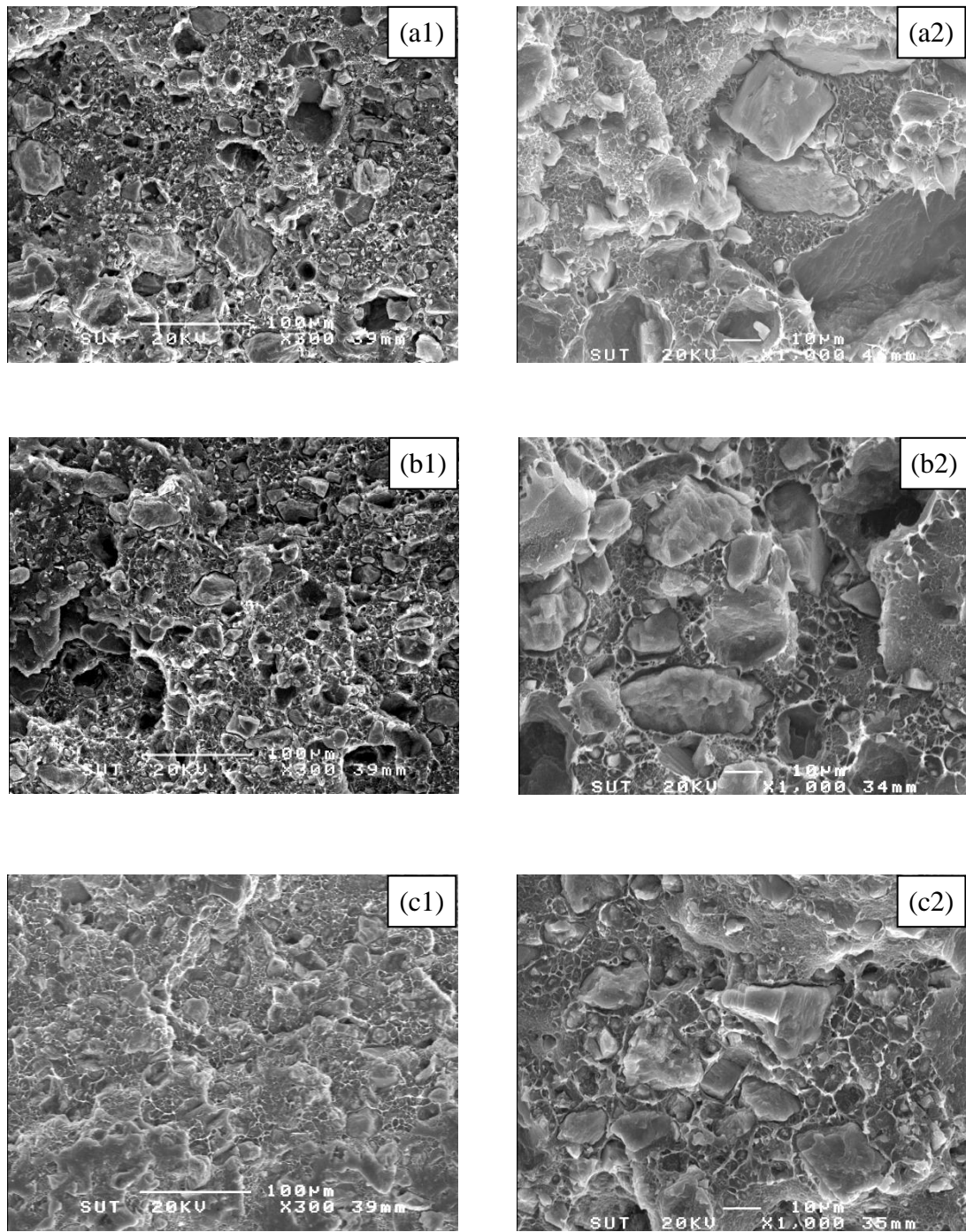
ตารางที่ 3.11 ความต้านทานแรงกระแทก ความแข็ง และอุณหภูมิการโค้งตัวภายใต้ความร้อนของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก

พอลิเมอร์คอมพอสิต	ความต้านทานแรงกระแทก (kJ/m ²)	ความแข็ง (Shore D)	อุณหภูมิโค้งตัว (°C)
ESP1/HDPE	13.4±1.6	42.8±0.2	79.0
ESP2/HDPE	14.0±0.7	43.0±0.3	79.2
ESP2/HDPE+2% HDPE-g-MAH	20.6±1.0	43.0±0.3	85.0

3.3.2.4 สัณฐานวิทยา

สัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE ESP2/HDPE และ ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก แสดงในรูปที่ 3.13 (a1) และ (b1) จากภาพพื้นผิวแตกหักของคอมพอสิตจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงให้เห็นว่าการกระจายตัวของอนุภาค ESP1 และ ESP2 เป็นไปอย่างสม่ำเสมอ ในเมตริกซ์ที่เป็นพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ถึงแม้ว่าทั้ง ESP1 และ ESP2 จะมีการกระจายของขนาดค่อนข้างมาก และมีช่องว่างระหว่างผิวหน้าของ ESP1 และ ESP2 กับพอลิเมอร์เมตริกซ์ การยึดติดของพอลิเมอร์คอมพอสิตทั้งสองไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

เมื่อใช้ HDPE-g-MAH เป็นสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ จำนวนช่องว่างที่เกิดจากหลุดออกของ ESP2 จากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เป็นเมตริกซ์มีจำนวนลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP2/HDPE ดังแสดงในรูปที่ 3.13 (b2 และ c2) ซึ่งให้เห็นว่ามีการปรับปรุงการยึดติดระหว่างผิวหน้าของ ESP2 และ HDPE มากขึ้น



รูปที่ 3.13 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยาย 300x (1) และ 1000x (2) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP1/HDPE (a) ESP2/HDPE (b) และ ESP2/HDPE ที่มีการเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ (c) ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ 40% โดยน้ำหนัก

3.4 สรุปผลการศึกษา

1. การเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ทำให้ความหนืด เพิ่มขึ้นตามปริมาณผงเปลือกไข่ที่เพิ่มขึ้น
2. การเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่ออุณหภูมิการเสื่อมสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง แต่ทำให้อุณหภูมิการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนตที่เป็นองค์ประกอบของเปลือกไข่เพิ่มขึ้น
3. การเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่จะทำให้มอดูลัสของยังก์ ความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาด ความแข็ง และ HDT เพิ่มขึ้น แต่ทำให้ การยืดตัว ณ จุดขาด ความต้านทานแรงดึง ณ จุดคราก และ ความต้านทานแรงกระแทก ลดลงตามปริมาณผงเปลือกไข่ที่เพิ่มขึ้น
4. ความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่จาก 10 เป็น 20% โดยน้ำหนัก แต่เมื่อเพิ่มเป็น 30% และ 40% ความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดจะคงที่
5. พฤติกรรมการแตกหักภายใต้แรงดึงของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ จะเปลี่ยนจากการแตกหักแบบเปราะเป็นการแตกหักแบบเหนียวเมื่อปริมาณผงเปลือกไข่เป็น 20% โดยน้ำหนัก หมายความว่า การใช้ผงเปลือกไข่แทนแคลเซียมคาร์บอเนตเพื่อเพิ่มความแข็งให้แก่พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงโดยมีผลกระทบต่อความเหนียวน้อยที่สุด ควรใช้ผงเปลือกไข่ไม่เกิน 20% โดยน้ำหนัก
6. มอดูลัสแรงดัดเพิ่มขึ้นในขณะที่ความต้านทานแรงดัดเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่
7. สมบัติทางกล สมบัติทางความร้อน และสมบัติการไหล และการยึดติดระหว่างอนุภาค และพอลิเมอร์เมทริกซ์ ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญจากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงแคลเซียมคาร์บอเนต แต่สมบัติที่แตกต่างกันคือสมบัติทางความร้อนเนื่องจากสารอินทรีย์ที่เป็นองค์ประกอบของผงเปลือกไข่ ทำให้เกิดข้อจำกัดทางด้านอุณหภูมิการขึ้นรูปและอุณหภูมิการใช้งาน ข้อจำกัดอีกประการหนึ่งคือกลิ่นที่มาจากผงเปลือกไข่ซึ่งอาจแก้ปัญหาก็ได้โดยการใช้สารดับกลิ่น
8. การลดขนาดอนุภาคของผงเปลือกไข่จาก D_{50} 17.1 μm และ $D[4,3]$ เท่ากับ 24.1 μm เป็น D_{50} เท่ากับ 14.4 μm และ $D[4,3]$ เท่ากับ 16.9 μm ไม่มีผลต่อการปรับปรุงสมบัติการไหล สมบัติทางกล และสมบัติทางความร้อน
9. การใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้เพื่อปรับปรุงการยึดติดที่ผิวหน้าระหว่างผงเปลือกไข่ และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีผลต่อการเพิ่มขึ้นของความทนต่อการกระแทก

เอกสารอ้างอิง

1. R. Dangtungee, J. Yun, and P. Supaphol (2005). *Melt rheology and extrudate swell of calcium carbonate nanoparticle-filled isotactic polypropylene*. **Polymer Testing**. 24: 2-11.
2. L. Domka, A. Wąsicki, and M. Kozak (2003). *The microstructure and mechanical properties of new HDPE-chalk composites*. **Physicochem. Probl. Miner. Process.** 37: 141-147.
3. Z. Bartczak, A. S. Argon, R. E. Cohen, and M. Weinberg (1999). *Toughness mechanism in semi-crystalline polymer blends: II. High-density polyethylene toughened with calcium carbonate filler particles*. **Polymer**. 40: 2347-2356.
4. R. D. K. Misra, P. Nerikar, K. Bertrand, and D. Murphy (2004). *Some aspects of surface deformation and fracture of 5 – 20% calcium carbonate-reinforced polyethylene composites*. **Material Science Engineering**. A384: 284-298.
5. S-Y Fu, X-Q Feng, B. Lauke, and Y-W. Mai (2008). *Effect of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate-polymer composites*. **Composites Part B**. 39: 933-961.
6. J. Suwanprateeb, S. Tiemprateeb, S. Kangwantrakool, and K. Hemachandra (1998). *The role of filler volume fraction in the strain-rate dependence of calcium carbonate-reinforced polyethylene*. **Journal of Applied Polymer Science**. 70: 1717-1724.
7. A. Lazzeri, S. M. Zebarjad, M. Pracella, K. Cavalier, and R. Rosa (2005). *Filler toughening of plastics. Part I-The effect of surface interactions on physic-mechanical properties and rheological behavior of ultrafine CaCO₃/HDPE nanocomposites*. **Polymer**. 46: 827-844.
8. S. Rukchonlatee, T. Prasertwong, and T. Sangpakdee (2002). *Effect of compatibilizer types on properties of CaCO₃-filled high density polyethylene*. **Suranaree Journal of Science Technology**. 9: 253-260.
9. N. Phueakbuakhao, W. Prissanaroon-Ouajai and N. Kreua-Ongarjnukool (2008). *Effect of coupling agents on mechanical properties and morphology of CaCO₃-filled recycled high density polyethylene*. **Journal of Metals Materials and Mineral**. 18: 131-135.
10. J. González, C. Albano, M. Ichazo and B. Díaz (2002). *Effects of coupling agents on mechanical and morphological behavior of the PP/HDPE blend with two different CaCO₃*. **European Polymer Journal** 38: 2465–2475.
11. A. L. N. Silva, M. C. G. Rocha, M. A. R. Moraes, C. A. R. Valente and F. M. B. Coutinho (2002). *Mechanical and rheological properties of composites based on polyolefin and mineral additives*. **Polymer Testing**. 21: 57-60.

บทที่ 4

การศึกษาพอลิเมอร์คอมพอสิตจากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและ ผงเปลือกไข่ที่ตัดแปรด้วยความร้อน

4.1 ขอบเขตการวิจัย

- ตรวจสอบคุณลักษณะจำเพาะเชิงเปรียบเทียบระหว่างพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่ไม่เติมและเติมผงเปลือกไข่ตัดแปร 0-40% โดยน้ำหนัก
- ตรวจสอบคุณลักษณะจำเพาะเชิงเปรียบเทียบระหว่างพอลิเอทิลีนที่เติมผงเปลือกไข่ตัดแปรที่ไม่ปรับปรุงและปรับปรุงการยึดติดระหว่างผิวหน้าผงเปลือกไข่ตัดแปรและพอลิเอทิลีนด้วยสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้
- ผงเปลือกไข่ที่ตัดแปรจะใช้ผงเปลือกไข่ที่ตัดแปรด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

4.2 การทดลอง

4.2.1 วัสดุและสารเคมี

- ผงเปลือกไข่ตัดแปร ได้จากการตัดแปรเปลือกไข่ ณ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง มีขนาดอนุภาคดังนี้
HT-ESP1: ขนาดอนุภาค (D_{50}) เท่ากับ 4.6 μm ขนาดอนุภาคเฉลี่ย ($D[4,3]$) เท่ากับ 5.1 μm และช่วงขนาดอนุภาคเท่ากับ 0.14 – 20.3 μm
- พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (EL-Lene™ H5814J)
- พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงกราฟต์ด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์ (High Density Polyethylene-grafted Maleic Anhydride, HDPE-g-MAH, FusabondR MB100D DuPont)

4.2.2 การเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตจากพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงและผงเปลือกไข่ที่ตัดแปรด้วยความร้อน

- ผสมผงเปลือกไข่ที่ตัดแปรที่คัดขนาดแล้วกับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงในอัตราส่วน 10%, 20%, 30%, 40% โดยน้ำหนัก โดยใช้เครื่องผสมภายใน (internal mixer) ขั้นตอนนี้เป็น การเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่ไม่ได้เติมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงกราฟต์ด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์ (High Density Polyethylene grafted Maleic Anhydride, HDPE-g-MAH) สภาวะการผสมแสดงในภาคผนวก ก

- สำหรับการเตรียมพอลิเมอร์คอมพอลิท์ HT-ESP1/HDPE ที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ จะเติม HDPE-g-MAH ในอัตราส่วน 2% โดยน้ำหนักเมื่อเทียบกับ ปริมาณ HDPE แล้วผสมพอลิเมอร์คอมพอลิท์ในอัตราส่วนผงเปลือกไข่ตัดแปร 40% โดยน้ำหนัก สภาวะการผสมแสดงในภาคผนวก ก
- ขึ้นรูปชิ้นทดสอบของ HDPE และ พอลิเมอร์คอมพอลิท์ HT-ESP1/HDPE ที่ไม่เติม และเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ โดยการฉีดเข้าแบบ สภาวะการขึ้นรูปแสดงในภาคผนวก ก

4.2.3 การทดสอบสมบัติทางกล

ทดสอบความทนต่อแรงดึง (tensile test) ของชิ้นทดสอบโดยใช้เครื่อง Universal Testing Machine (UTM, Instron model 5569) เซลล์วัดแรง (load cell) 5 กิโลนิวตัน (kN), และ อัตราเร็วของการดึง (cross head speed) 10 มิลลิเมตรต่อนาที

ทดสอบความทนต่อแรงค้ำโดยใช้เครื่อง Universal Testing Machine (Instron model 5569) อัตราเร็วของการทดสอบ (cross head speed) 17 มิลลิเมตรต่อนาที ภายได้เซลล์วัดแรง 5 กิโลนิวตัน (kN) และ span length เท่ากับ 64 มิลลิเมตร

ทดสอบความทนต่อแรงกระแทก โดยใช้เครื่อง Impact tester (Atlas, BPI)

ทดสอบความแข็ง โดยใช้ เครื่อง Durometer hardness tester (shore D)

4.2.4 การทดสอบสมบัติทางความร้อน

ทดสอบสมบัติทางความร้อน โดยการวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน (Thermal Gravimetric Analysis, TGA) ด้วยเครื่อง Thermal Analyzer (TA Instrument model SDT2960) โดยให้ความร้อนในอัตราเร็วคงที่ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายได้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน จากอุณหภูมิห้องจนถึง 1100 องศาเซลเซียส

4.2.5 การทดสอบอุณหภูมิโก่งตัวด้วยความร้อน

ทดสอบอุณหภูมิโก่งตัวด้วยความร้อนของชิ้นงาน (Heat Deflection Temperature, HDT) ด้วยเครื่อง Heat distortion temperature instrument (HDV1 Manual DTVL/VICAT) ภายได้ความเค้น 455 kPa และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสต่อนาที

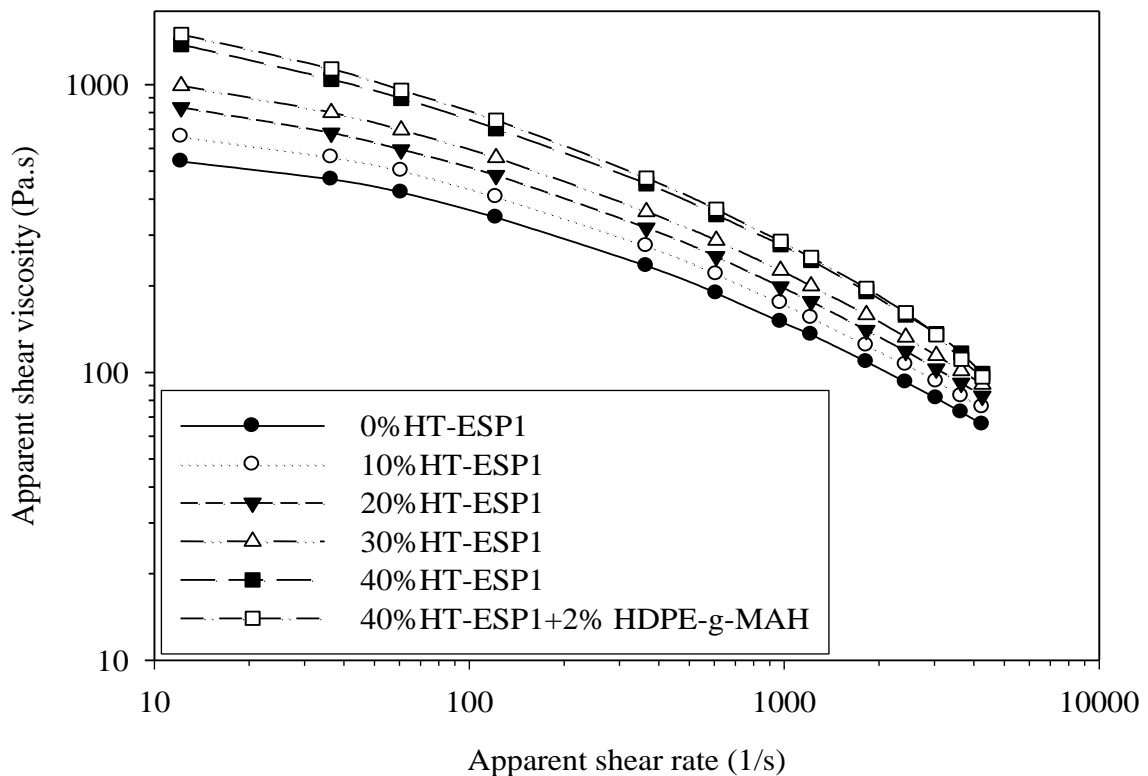
4.2.6 การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพื้นผิวแตกหักของชิ้นทดสอบ

ตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา โดยใช้เทคนิคไมโครสโคปีแบบอิเล็กตรอนส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, JEOL, model JSM-6400) ที่ 20 kV ชิ้นตัวอย่างจะถูกเคลือบด้วยทองเพื่อเพิ่ม contrast

4.3 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

4.3.1 สมบัติทางกระแสวิทยา

กราฟระหว่างความหนืดเฉือนปรากฏเป็นฟังก์ชันกับอัตราการเฉือนปรากฏของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE และพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่มีการเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ แสดงในรูป 4.1 ความหนืดเฉือนของพอลิเมอร์คอมพอสิตเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณสารตัวเติม ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากเมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มขึ้นทำให้อนุภาครวมตัวกันมากขึ้นส่งผลให้ความต้านทานต่อการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิตไหลอมเพิ่มขึ้น [1] นอกจากนี้ ความหนืดเฉือนปรากฏลดลงเมื่อเพิ่มอัตราการเฉือนปรากฏ ซึ่งเป็นพฤติกรรมแบบ shear-thinning ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากที่อัตราการเฉือนสูง ๆ สายโซ่พอลิเมอร์จะเปลี่ยนรูปมากในทิศทางของการเฉือน ส่งผลให้พอลิเมอร์คอมพอสิตไหลได้ง่ายขึ้น ในทางเปรียบเทียบ ความหนืดเฉือนปรากฏของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่มีการเติมและไม่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ที่ปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปรร 40% โดยน้ำหนัก แตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญ



รูปที่ 4.1 กราฟระหว่างความหนืดเฉือนปรากฏและอัตราการเฉือนปรากฏต่าง ๆ ของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่เติมและไม่มีการเติม HDPE-g-MAH

ตารางที่ 4.1 แสดงค่าดัชนีการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE และพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ที่ปริมาณผงเปลือกไข่คัดแปร 40% โดยน้ำหนัก ดัชนีการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิตลดลงเมื่อปริมาณผงเปลือกไข่คัดแปรเพิ่มขึ้น นอกจากนั้นค่าดัชนีการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้มีค่าใกล้เคียงกับของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่ไม่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ สิ่งนี้เป็นการยืนยันว่าการเติมพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงกราฟต์ด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์ ไม่มีผลต่อพฤติกรรมการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิตของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง

ตารางที่ 4.1 ดัชนีการไหลของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่เติมตัวและไม่เติม HDPE-g-MAH

ปริมาณ HT-ESP1 (% โดยน้ำหนัก)	ดัชนีการไหล (กรัม/10 นาที)
0% HT-ESP1	12.4
10% HT-ESP1	9.5
20% HT-ESP1	7.2
30% HT-ESP1	6.6
40% HT-ESP1	4.9
40% HT-ESP1 + 2% HDPE-g-MAH	5.0

4.3.2 สมบัติทางความร้อน

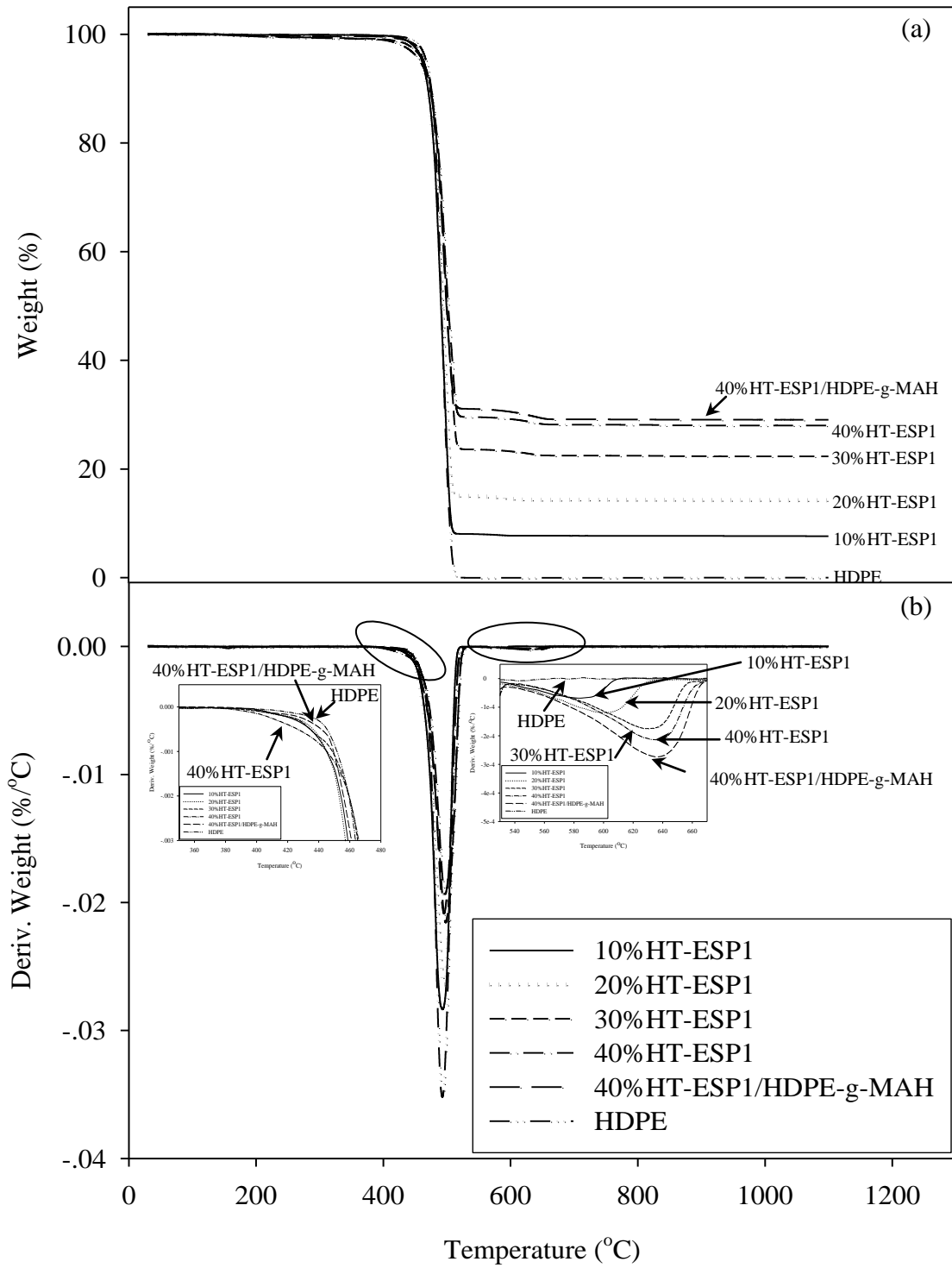
กราฟ TGA และ DTGA ของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่เติมและไม่มีการเติม HDPE-g-MAH แสดงในรูปที่ 4.2 จากกราฟ แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของพอลิเมอร์คอมพอสิตสองขั้นตอน การเปลี่ยนแปลงแรกที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 493 – 498 องศาเซลเซียส เป็นผลมาจากการเสื่อมสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และการเปลี่ยนแปลงที่สองที่อุณหภูมิ 592 – 639 องศาเซลเซียส เป็นผลมาจากการเสื่อมสลายของแคลเซียมคาร์บอเนต การเปลี่ยนแปลงแรกของพอลิเมอร์คอมพอสิตเริ่มเกิดที่อุณหภูมิที่ต่ำกว่าการเสื่อมสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่ไม่เติมผงเปลือกไข่คัดแปร เนื่องจากแคลเซียมไฮดรอกไซด์เสื่อมสลายที่อุณหภูมิใกล้เคียงกับอุณหภูมิการเสื่อมสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของแคลเซียมไฮดรอกไซด์เกิดขึ้นที่อุณหภูมิที่ใกล้เคียงกับการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง การเสื่อมสลายของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ซึ่งเป็น

องค์ประกอบหลักของผงเปลือกไข่ตัดแปรเริ่มเกิดที่อุณหภูมิ 457 องศาเซลเซียส ตามที่แสดงในรูปที่ 4.2 นอกจากนี้การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของแคลเซียมคาร์บอเนตสังเกตเห็นได้ไม่ชัดเจน เนื่องจากแคลเซียมคาร์บอเนตมีอยู่ในผงเปลือกไข่ตัดแปรในปริมาณน้อย กราฟ DTGA ของพอลิเมอร์คอมพอสิตแสดงให้เห็นว่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิกครั้งแรกและครั้งที่สองมีอุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปร

เมื่อมีการเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ลงไปการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิกครั้งแรกของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่ปริมาณ HT-ESP1 40% โดยน้ำหนัก ไม่ได้แตกต่างกันมากจากพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่ไม่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ซึ่งเหมือนกับที่เกิดขึ้นในกรณีของพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP2 (40%)/HDPE ที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ที่อุณหภูมิการเสื่อมสลายไม่แตกต่างจากกรณีที่ไม่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ จะเห็นได้ว่าที่ปริมาณ HT-ESP1 เท่ากับ 40% โดยน้ำหนัก HDPE-g-MAH ไม่มีผลต่อเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE แต่อย่างใด อุณหภูมิการเสื่อมสลายของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่แต่ละการเปลี่ยนแปลงแสดงไว้ในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 อุณหภูมิการเสื่อมสลายของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่เติมตัวและไม่เติม HDPE-g-MAH

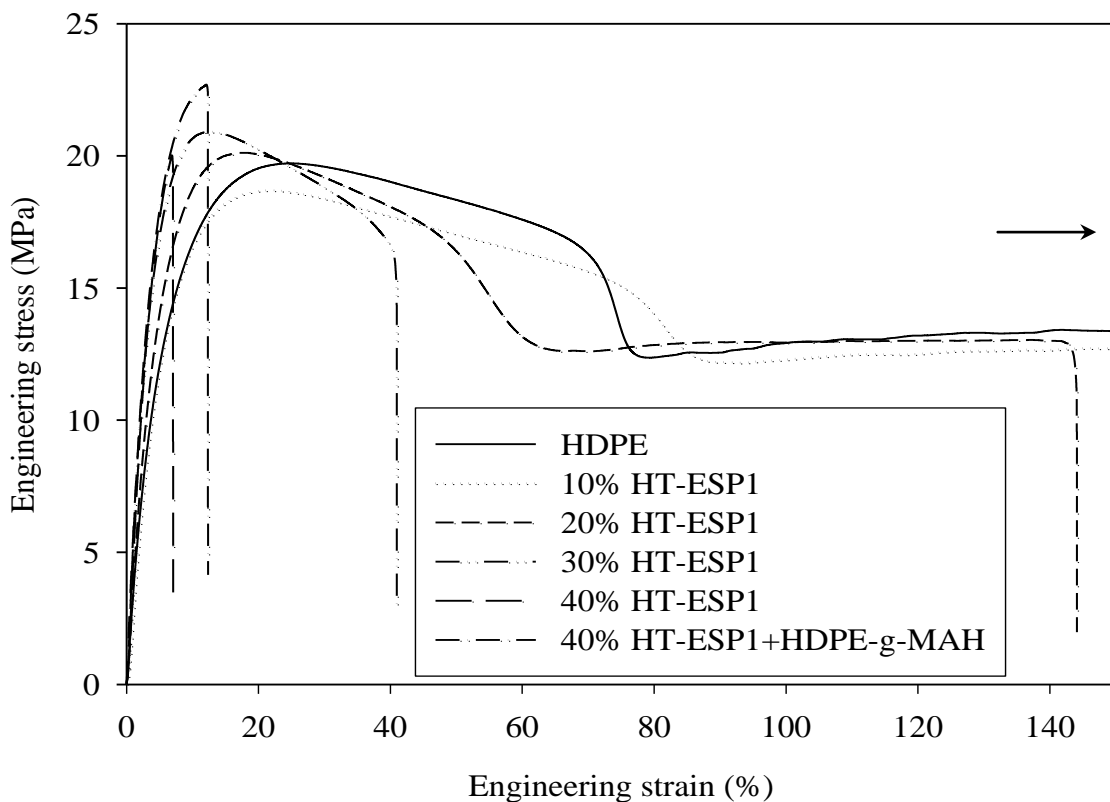
ปริมาณ HT-ESP (% โดยน้ำหนัก)	อุณหภูมิการเสื่อมสลาย (°C)		
	HDPE decomposition		CaCO ₃ decomposition
	T _{onset}	T _{peak}	T _{peak}
0% HT-ESP1	472	493	-
10% HT-ESP1	468	493	591
20% HT-ESP1	465	496	602
30% HT-ESP1	468	498	635
40% HT-ESP1	471	497	637
40% HT-ESP1 + 2% HDPE-g-MAH	469	495	639



รูปที่ 4.2 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่ไม่เติมและเติม HDPE-g-MAH

4.3.3 สมบัติทางกล

รูปที่ 4.3 แสดงกราฟความเค้น-ความเครียดทางวิศวกรรมของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE กราฟของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง และพอลิเมอร์คอมพอสิต ที่ 10 และ 20% โดยน้ำหนัก ของ HT-ESP1 แสดงให้เห็น cold drawing ก่อนที่ชิ้นงานทดสอบจะขาด การเปลี่ยนพฤติกรรมแตกหักจากเหนียวเป็นเปราะของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE เกิดขึ้นที่ปริมาณสารตัวเติม 30% โดยน้ำหนัก เนื่องจากเมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มมากขึ้น ไปสกัดกั้นการไหลแบบพลาสติกของสายโซ่พอลิเมอร์ภายหลังจากเกิดการคราก นอกจากนั้นพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่ปริมาณสารตัวเติม 40% โดยน้ำหนัก ทั้งที่เติมและไม่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ชิ้นงานทดสอบจะขาดก่อนที่จะถึงจุดคราก อธิบายได้ว่าช่องว่างระหว่างผิวหน้าของ HT-ESP1 และ HDPE ซึ่งเป็นจุดรวมแรงทำให้ช่องว่างนี้ขยายขนาดภายใต้แรงเค้นที่ได้รับ และนำไปสู่การแตกหักแบบเปราะ (brittle fracture) [2]

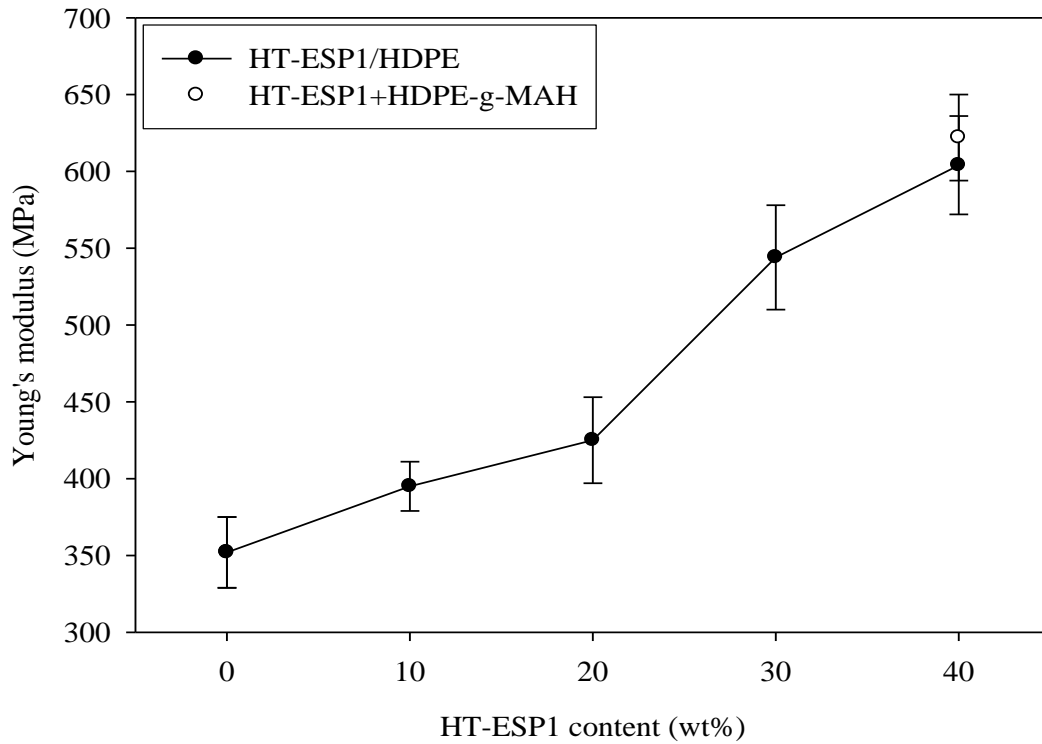


รูปที่ 4.3 กราฟระหว่างความเค้นและความเครียดจากการทดสอบความทนต่อแรงดึงของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่ไม่เติมและเติม HDPE-g-MAH

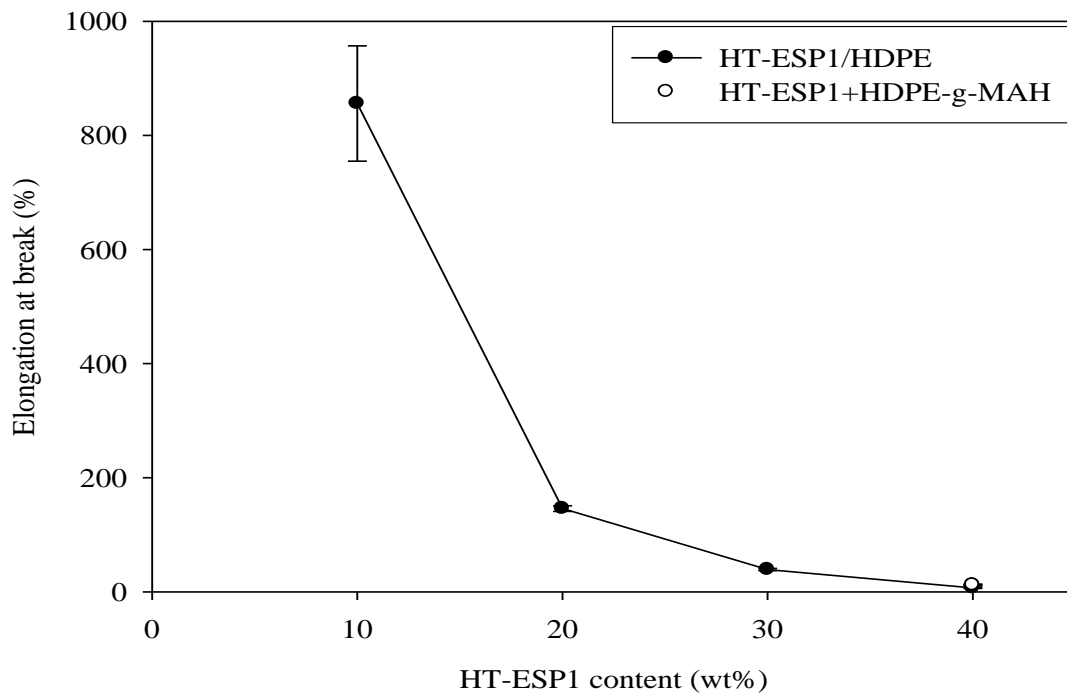
มอดูลัสของยังค์ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ HT-ESP1 เพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.4 และ ค่าการยืดตัว ณ จุดขาดลดลงเมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มขึ้นตามที่แสดงในรูปที่ 4.5 การเพิ่มขึ้นของมอดูลัสของยังค์มีสาเหตุมาจากการเติมอนุภาคผงเปลือกไข่ตัดแปรที่มีความแข็งตึง (stiffness) สูงกว่า HDPE อย่างไรก็ดีตามข้อที่ 40% โดยน้ำหนักของ HT-ESP1 มอดูลัสของยังค์ และการยืดตัว ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ไม่เติมและเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

รูปที่ 4.6 แสดงความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุด ครากของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่ปริมาณของ HT-ESP1 ต่าง ๆ ความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุด ครากของพอลิเมอร์คอมพอสิต ในช่วง 0 – 30% โดยน้ำหนักของ HT-ESP1 ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ สิ่งนี้เป็นตัวชี้ให้เห็นว่าการเติม HT-ESP1 ลงไปในพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงไม่ได้ช่วยปรับปรุงให้ความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุด ครากของพอลิเมอร์คอมพอสิตดีขึ้น ในทางตรงกันข้าม มีรายงานว่าความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุด ครากของพอลิเมอร์คอมพอสิต Ca(OH)_2 /HDPE ที่ 20 และ 40% โดยน้ำหนักของ Ca(OH)_2 มีค่าต่ำกว่าของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงอย่างมีนัยสำคัญ [3]

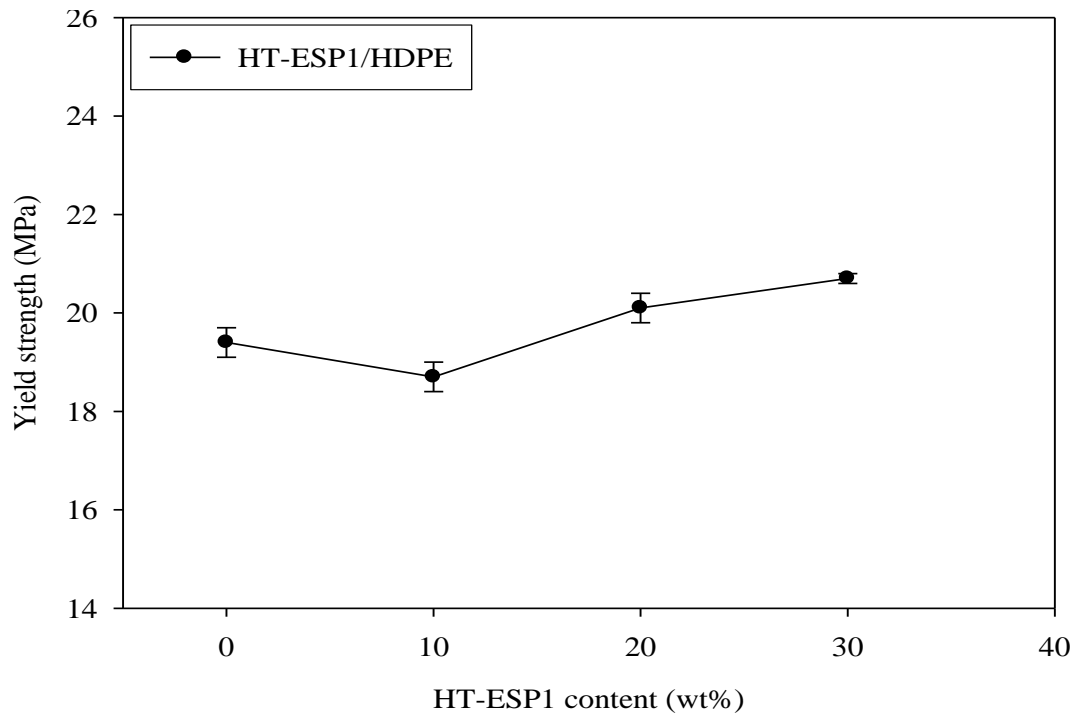
รูปที่ 4.7 แสดงค่าความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่ 10 และ 20% โดยน้ำหนักของ HT-ESP1 แตกต่างกันอย่างเล็กน้อย อาจเนื่องมาจากมีการกระจายตัวของอนุภาคไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญระหว่างพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เตรียมจาก HT-ESP 10 และ 20% โดยน้ำหนัก ในทางกลับกันความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิตเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเพิ่มปริมาณ HT-ESP1 จาก 20% ไปเป็น 40% แม้ว่าจะเกิดการรวมตัวกัน (agglomeration) ของอนุภาคผงเปลือกไข่ตัดแปรปริมาณ 20 – 40% HT-ESP1 แต่ขนาดที่เกิดจากการรวมตัวนี้ยังมีขนาดเล็ก ที่ปริมาณ 40% HT-ESP1 ความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้จะสูงกว่าในกรณีที่ไม่เติมเล็กน้อย ค่ามอดูลัสของยังค์ ค่าการยืดตัว ณ จุดขาด ค่าความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุด คราก และค่าความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิตทั้งที่ไม่เติม และเติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ได้รวบรวมเอาไว้ในตารางที่ 4.3



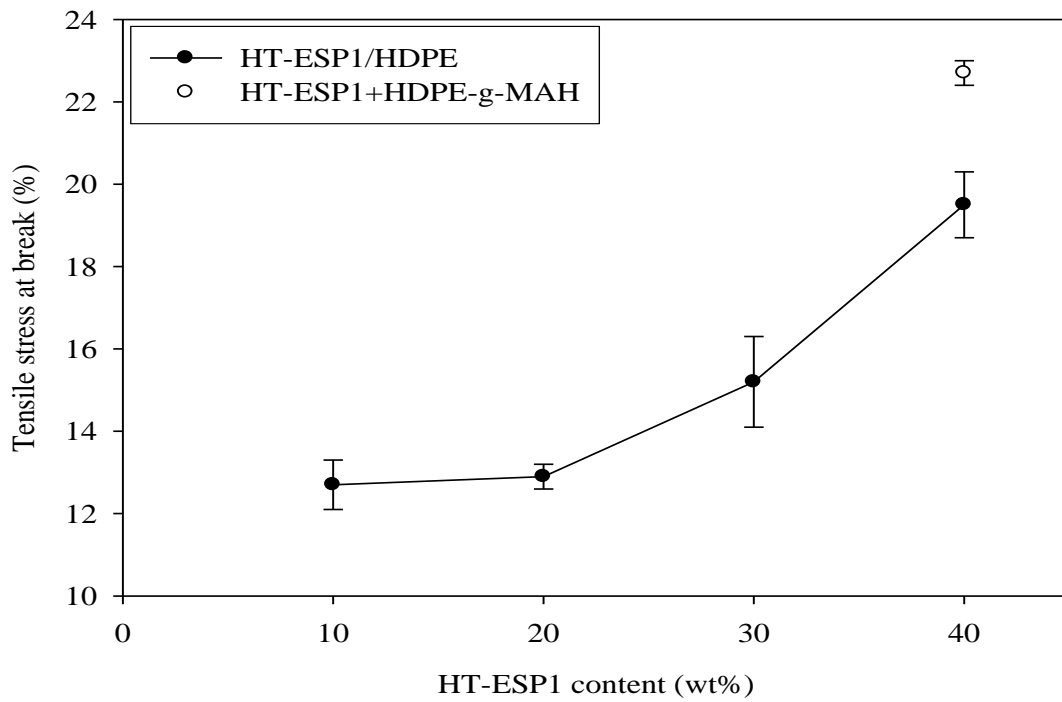
รูปที่ 4.4 กราฟระหว่างมอดุลัสของยังก์และปริมาณของ HT-ESP1 ของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE



รูปที่ 4.5 กราฟของการยืดตัว ณ จุดขาดและปริมาณของ HT-ESP1 ของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE



รูปที่ 4.6 กราฟระหว่างความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุด คราก และปริมาณของ HT-ESP1 ของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE



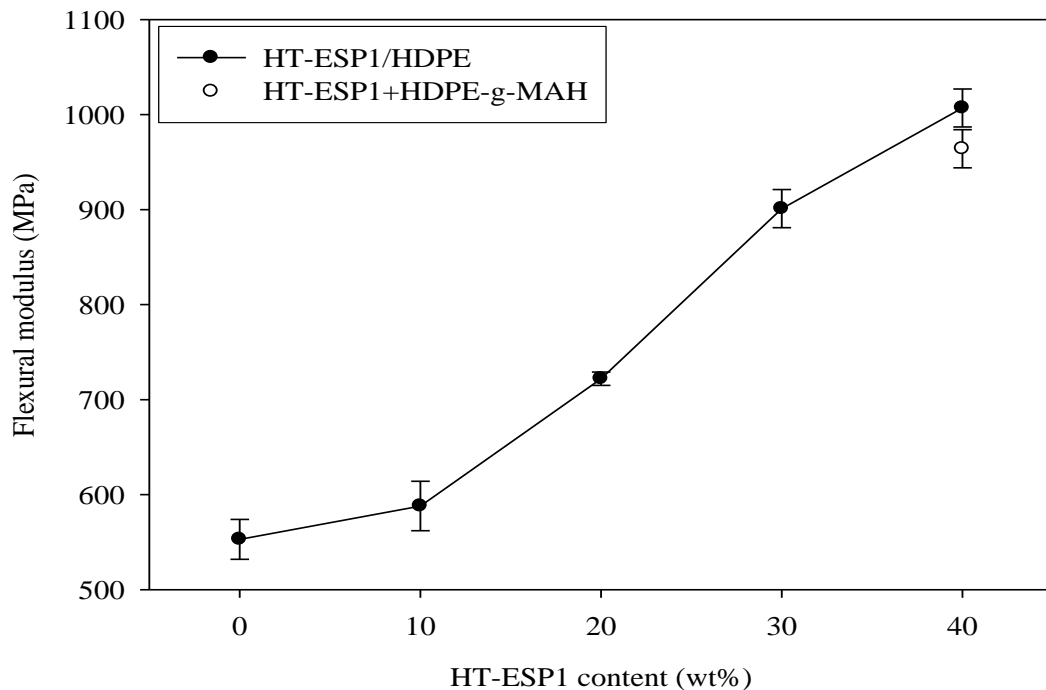
รูปที่ 4.7 กราฟระหว่างความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุดขาด และปริมาณของ HT-ESP1 ของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE

ตารางที่ 4.3 มอดูลัสของยังค์ ค่าการยืดตัว ณ จุดขาด ค่าความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุด คราก และค่าความต้านทานต่อแรงดึง ณ จุดขาดของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ทั้งที่ไม่เติมและเติม HDPE-g-MAH

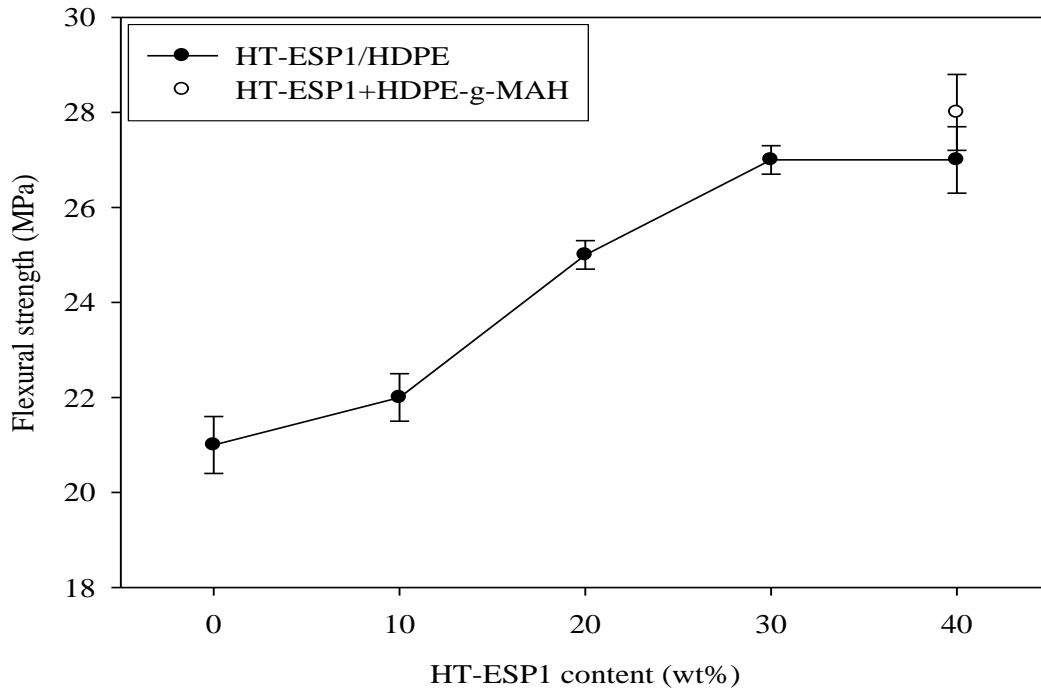
ปริมาณ HT-ESP1 (% โดยน้ำหนัก)	มอดูลัสของยังค์ (MPa)	การยืดตัว ณ จุดขาด (%)	ความต้านทานแรงดึง ณ จุดคราก (MPa)	ความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาด (MPa)
0% HT-ESP1	352±23	-	19.3±0.1	-
10% HT-ESP1	395±16	856±101	18.7±0.3	12.7±0.6
20% HT-ESP1	425±28	146±5	20.1±0.3	12.9±0.3
30% HT-ESP1	544±34	39±2	20.7±0.1	15.2±1.1
40% HT-ESP1	604±32	7±1	-	19.6±1.0
40% HT-ESP1+ 2% HDPE-g-MAH	622±28	12±1	-	22.7±0.3

มอดูลัสแรงคืด และความต้านทานต่อแรงคืดของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE แสดงในรูปที่ 4.8 และ รูปที่ 4.9 ตามลำดับ มอดูลัสแรงคืดของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ HT-ESP1 ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากการเติมอนุภาคที่มีความแข็งตึงสูงลงไป ในทางเปรียบเทียบ ที่ HT-ESP1 40 wt% มอดูลัสแรงคืดของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ไม่ได้แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญจากในกรณีที่ไม่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ความต้านทานต่อแรงคืดของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE เพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเพิ่มปริมาณ HT-ESP1

ความต้านทานต่อแรงคืดของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ไม่ได้แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญจากในกรณีที่ไม่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ มีการรายงานว่าความต้านทานต่อแรงคืดของพอลิเมอร์ที่ถูกเติมด้วยอนุภาคของสารตัวเติมจะไม่สามารถปรับปรุงให้ดีขึ้นด้วยวิธีการคืดแปรพื้นผิวของสารตัวเติม [4] สมบัติในการต้านทานต่อแรงคืดได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.4



รูปที่ 4.8 กราฟระหว่างมอดูลัสแรงคืดและปริมาณของ HT-ESP1 ของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE



รูปที่ 4.9 กราฟระหว่างความต้านทานต่อแรงดัดและปริมาณของ HT-ESP1 ของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE

ตารางที่ 4.4 มอดูลัสแรงดัด และความต้านทานต่อแรงดัดของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ทั้งเติมและไม่เติม HDPE-g-MAH

ปริมาณ HT-ESP1 (% โดยน้ำหนัก)	มอดูลัสแรงดัด (MPa)	ความต้านทานต่อแรงดัด (MPa)
0% HT-ESP1	553±21	21±0.6
10% HT-ESP1	588±26	22±0.5
20% HT-ESP1	722±7	25±0.3
30% HT-ESP1	901±20	27±0.3
40% HT-ESP1	1007±20	27±0.7
40% HT-ESP1+v 2% HDPE-g-MAH	964±20	28±0.8

ค่าความต้านทานต่อแรงกระแทกแบบไอซอดไม้มากของพอลิเมอร์คอมพอสิตแสดงในตารางที่ 4.5 ความต้านทานต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ปริมาณ HT-ESP1 10 % โดยน้ำหนัก ความต้านทานต่อแรงกระแทกของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงไม่สามารถหาค่าได้เนื่องจากชิ้นงานทดสอบไม่หักภายใต้เครื่องทดสอบ ความต้านทานต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE มีค่าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณ HT-ESP1 การลดลงของค่าความต้านทานต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมพอสิตอาจเป็นเพราะการยึดติดระหว่างผิวหน้า HT-ESP1 กับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงไม่แข็งแรงพอ ดังนั้นช่องว่างระหว่างวัสดุภาคทำตัวเป็นจุดรวมแรงเค้น เมื่อชิ้นงานรับแรงกระแทกช่องว่างเหล่านี้ก็จะขยายตัวและในที่สุดก็จะชนกันกลายเป็นช่องว่างขนาดใหญ่ ด้วยเหตุนี้จึงนำไปสู่การแตกหักของพอลิเมอร์คอมพอสิตในที่สุด ดังนั้นความสามารถในการถ่ายโอนความเค้นระหว่างพอลิเมอร์เมทริกซ์กับ HT-ESP1 จึงถูกจำกัด

ที่ปริมาณ HT-ESP1 40 wt% ความต้านทานต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้เพิ่มขึ้นอย่างมากเมื่อเทียบกับในกรณีของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ไม่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ เนื่องจากการยึดติดระหว่างผิวหน้า HT-ESP1 กับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงได้รับการปรับปรุงด้วย HDPE-g-MAH

ตารางที่ 4.5 ความต้านทานต่อแรงกระแทกแบบไอซอดไม้มากของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ทั้งที่ไม่เติมและเติม HDPE-g-MA

ปริมาณ HT-ESP1 (% โดยน้ำหนัก)	ความต้านทานแรงกระแทก (kJ/m ²)
0% HT-ESP1	Not break
10% HT-ESP1	Not break
20% HT-ESP1	50.0±4.9
30% HT-ESP1	29.9±2.8
40% HT-ESP1	18.2±3.9
40% HT-ESP1+ 2% HDPE-g-MAH	36.8±12.3

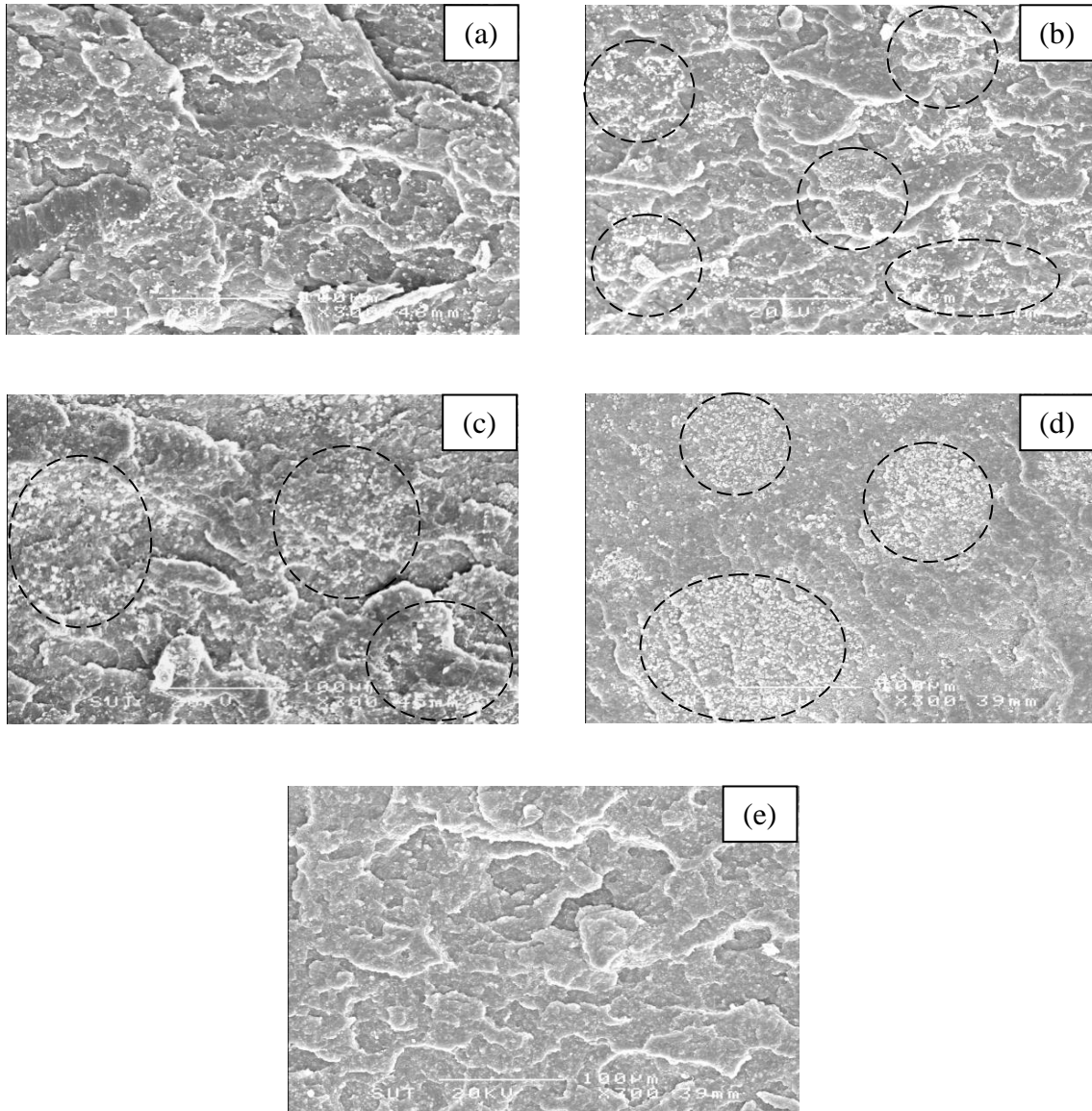
ตารางที่ 4.6 แสดงอิทธิพลของปริมาณ HT-ESP1 และการเติม HDPE-g-MAH ต่อความแข็ง (hardness) และอุณหภูมิโก่งตัวภายใต้ความร้อน (HDT) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ความแข็งของพอลิเมอร์คอมพอสิตเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อปริมาณ HT-ESP1 เพิ่มขึ้น เป็นผลมาจากความแข็งดิ่งของ HT-ESP1 ซึ่งสูงกว่าของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ในทางเปรียบเทียบ ที่ปริมาณ HT-ESP1 40 wt% ความแข็งของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้มีค่าใกล้เคียงกับของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ไม่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ นอกจากนี้ อุณหภูมิโก่งตัวของพอลิเมอร์คอมพอสิตมีค่าสูงกว่าพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง อุณหภูมิโก่งตัวของพอลิเมอร์คอมพอสิตมีค่าสูงขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ HT-ESP1 อุณหภูมิโก่งตัวของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ไม่แตกต่างจากพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ไม่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ความแข็งและอุณหภูมิโก่งตัวของพอลิเมอร์คอมพอสิตปรับปรุงได้ไม่มากด้วยการเติม HDPE-g-MAH

ตารางที่ 4.6 ความแข็งและอุณหภูมิโก่งตัวภายใต้ความร้อนของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ทั้งไม่เติมและเติม HDPE-g-MAH

ปริมาณ HT-ESP1 (% โดยน้ำหนัก)	ความแข็ง (shore D)	อุณหภูมิโก่งตัว (°C)
0% HT-ESP1	38.3±0.3	68.2
10% HT-ESP1	39.8±0.2	72.9
20% HT-ESP1	42.3±0.0	81.9
30% HT-ESP1	43.3±0.2	86.9
40% HT-ESP1	44.6±0.2	86.9
40% HT-ESP1+2% HDPE-g-MAH	44.0±0.3	87.2

4.3.4 สมบัติทางลัทธิฐานวิทยา

รูปที่ 4.10 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่ปริมาณ HT-ESP1 10% โดยน้ำหนัก อนุภาคของ HT-ESP1 มีการกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอภายใน HDPE เมทริกซ์ อย่างไรก็ตามการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอของ HT-ESP1 แสดงให้เห็นเป็นกลุ่มเล็ก ๆ ซึ่งเริ่มเห็นได้ที่ปริมาณ HT-ESP1 20% โดยน้ำหนัก เมื่อเพิ่มปริมาณ HT-ESP1 ต่อไปอีกกลุ่มเล็ก ๆ เหล่านี้จะกลายเป็นกลุ่มที่ใหญ่ขึ้นสังเกตเห็นได้จากภาพถ่ายของกล้องจุลทรรศน์พอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่ปริมาณ HT-ESP1 40% โดยน้ำหนัก ดังนั้น ด้วยเหตุนี้จึงเป็นเหตุให้มีการเปลี่ยนจากลักษณะที่เหนียวไปเป็นลักษณะที่เปราะของพอลิเมอร์คอมพอสิต HT-ESP1/HDPE ที่ปริมาณ HT-ESP1 30% โดยน้ำหนัก และการลดลงของความต้านทานต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมพอสิต อย่างไรก็ตาม การกระจายของอนุภาคภายในกลุ่มเล็ก ๆ เหล่านี้ค่อนข้างเหมือนกัน โดยเฉพาะที่ ปริมาณ HT-ESP1 40% โดยน้ำหนัก แต่ว่ากลุ่มเล็ก ๆ เหล่านี้ไม่พบในพอลิเมอร์คอมพอสิต 40 wt% HT-ESP1/HDPE ที่เติมสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ การกระจายตัวของ HT-ESP1 ค่อนข้างสม่ำเสมอและไม่พบช่องว่างที่เกิดจากการหลุดออกไปของอนุภาคจากการหักขึ้นทดสอบหลังจากจุ่มในไนโตรเจนเหลวที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งชี้ให้เห็นว่าการยึดติดระหว่างผิวหน้า HT-ESP1 กับ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง ได้รับการปรับปรุงจากการเติม HDPE-g-MAH ดังนั้นความต้านทานต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมพอสิต เพิ่มขึ้นอย่างมากด้วยการเติม HDPE-g-MAH



รูปที่ 4.10 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(x300) ของพอลิเมอร์คอมพอสิต: 10 wt% HT-ESP1(a) 20 wt% HT-ESP1 (b) 30 wt% HT-ESP1 (c) 40 wt% HT-ESP1 (d) และ 40 wt% HT-ESP1+ 2% HDPE-g-MAH (e).

4.4 สรุปผลการศึกษา

1. ความหนืดของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่ตัดแปรเพิ่มขึ้นตามปริมาณผงเปลือกไข่ที่เพิ่มขึ้น
2. การเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปรไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่ออุณหภูมิการเสื่อมสลายของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง
3. การเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปรทำให้มอดูลัสของยังก์ ความแข็ง และ HDT เพิ่มขึ้นตามปริมาณผงเปลือกไข่ที่เพิ่มขึ้น
4. การเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปรจะทำให้ การยืดตัว ณ จุดขาด ความต้านทานแรงดึง ณ จุดคราก และ ความต้านทานแรงกระแทก ลดลงตามปริมาณผงเปลือกไข่ที่เพิ่มขึ้น
5. ความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาดที่ปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปร 10 และ 20% โดยน้ำหนัก มีค่าใกล้เคียงกัน และมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย เมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปรเป็น 30% และ 40% โดยน้ำหนัก
6. พฤติกรรมการแตกหักภายใต้แรงดึงของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เติมผงเปลือกไข่จะเปลี่ยนจากการแตกหักแบบเปราะเป็นการแตกหักแบบเหนียวเมื่อปริมาณผงเปลือกไข่เท่ากับ 30% โดยน้ำหนัก หมายความว่า การใช้ผงเปลือกไข่ตัดแปรเพื่อเพิ่มความแข็งให้แก่พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงโดยไม่ทำให้ความเหนียวลดลงอย่างมีนัยสำคัญสามารถใช้ได้ในปริมาณที่สูงกว่าผงเปลือกไข่เล็กน้อยคือ อยู่ในช่วง 20% แต่น้อยกว่า 30% โดยน้ำหนัก
7. มอดูลัสแรงดัดเพิ่มขึ้นในขณะที่ความต้านทานแรงดัดเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเพิ่มปริมาณผงเปลือกไข่ตัดแปร
8. การใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้เพื่อปรับปรุงการยึดติดที่ผิวหน้าระหว่างผงเปลือกไข่และพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงมีผลต่อการเพิ่มขึ้นของความทนต่อการกระแทกและการเพิ่มขึ้นเล็กน้อยของความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาด

เอกสารอ้างอิง

1. <http://www.chemeuropa.com/articles/e/61207.html>.
2. K. Friedrich and U. A. Karsc (1983). *Failure processes in particulate filled polypropylene*. **Fibre Science and Technology**. 18: 37-52.
3. E.Mlecnik, and F. P. La Mantai (1997). *Influence of calcium-based fillers and vegetable oil on the processability and yield behavior of polyolefins*. **Journal of Applied Polymer Science**. 65: 2761–2772.
4. G. Wypych (2000). **Handbook of Fillers** (2nd Ed.). Toronto: ChemTech.

ภาคผนวก ก

ตารางที่ ก.1 สภาวะการผสมและการขึ้นรูปพอลิเมอร์คอมพอสิต ESP/HDPE และ HTESP/HDPE

สภาวะ	ESP1/HDPE ESP2/HDPE ESP2/HDPE/HDPE-g-MAH	HT-ESP1/HDPE HT-ESP1/HDPE/HDPE-g-MAH
สภาวะการผสม		
mixing temp (°C)	170	170
mixing time (min)	15	15
rotor speed (rpm)	70	70
สภาวะการขึ้นรูป		
melting temp (°C)	190	190
molding temp (°C)	25	25
screw speed (rpm)	104	104
injection speed (rpm)	57	57
holding pressure (kg/cm ²)	960	960

ประวัติผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

นางวิมลลักษณ์ สุตะพันธ์ ดำรงตำแหน่ง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขาวิศวกรรมพอลิเมอร์ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี นครราชสีมา จบการศึกษา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมี) มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ พ.ศ. 2532 วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต (วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์) จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย พ.ศ. 2536 และ จบการศึกษาระดับปริญญาเอกสาขา Macromolecular Science จาก Case Western Reserve University มลรัฐโอไฮโอ ประเทศสหรัฐอเมริกา พ.ศ. 2543 สาขาวิชาการที่มีความสนใจ สเปกโทรสโกปีของพอลิเมอร์ (spectroscopy of polymers) และ คอมโพสิทอินเทอร์เฟส (composite interface/interphase) ผลงานทางวิชาการ ประกอบด้วย บทความทางวิชาการ 31 บทความ และรายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ 5 ฉบับ

ผู้ร่วมวิจัย

นางสาวนิธินาถ สุภกาญจน์ ดำรงตำแหน่ง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขาวิศวกรรมพอลิเมอร์ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี นครราชสีมา จบการศึกษา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมี) จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย พ.ศ. 2536 จบการศึกษาระดับปริญญาเอกสาขา Macromolecular Science จาก Case Western Reserve University มลรัฐโอไฮโอ ประเทศสหรัฐอเมริกา มีความชำนาญพิเศษในสาขา Polymer Characterization และ Polymer Composites มีผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในวารสารระดับนานาชาติ ผลงานทางวิชาการ ประกอบด้วย บทความทางวิชาการ 31 บทความ และรายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ 5 ฉบับ

ผู้ร่วมวิจัย

นางยุพาพร รักสกุลพิวัฒน์ ดำรงตำแหน่ง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขาวิชาวิศวกรรมพอลิเมอร์ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี นครราชสีมา จบการศึกษา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (วัสดุศาสตร์) เกียรตินิยมอันดับสอง จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย พ.ศ. 2536 และ จบการศึกษาระดับปริญญาเอกสาขา Polymer Engineering จาก University of Akron มลรัฐโอไฮโอ ประเทศสหรัฐอเมริกา พ.ศ. 2542 สาขาวิชาการที่มีความสนใจ กระบวนการขึ้นรูปและตรวจสอบพอลิเมอร์ (polymer processing and characterization) และพอลิเมอร์ผสมและคอมโพสิท (polymer blends and composites) ผลงานทางวิชาการ ประกอบด้วย บทความทางวิชาการ 31 บทความ และรายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ 5 ฉบับ

ผลงานเผยแพร่ของโครงการ

1. P. Pakdeechote, Y. Ruksakulpiwat, N. Suppakarn, and W. Sutapun, *Rheological, Mechanical and Morphological Properties of Eggshell Powder (ESP) Filled High Density Polyethylene (HDPE)*, **The 6th Thailand Materials Science and Technology Conference (MSAT 2010)**, Bangkok, Thailand, 2010.
2. P. Pakdeechote, Y. Ruksakulpiwat, N. Suppakarn, and W. Sutapun, *Mechanical Properties of HDPE Filled with Eggshell Powder*, **The 11th Pacific Polymer Conference (PPC 2009)**, Carins, Australia P154.
3. P. Pakdeechote, Y. Ruksakulpiwat, N. Suppakarn, and W. Sutapun, *Preparation and Characterization of Heat Treated Eggshell for HDPE composites: A preliminary Study*, **Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON 2009)**, Phitsanulok, Thailand P325.
4. S. Sanmunag, Y. Ruksakulpiwat, N. Suppakarn, and W. Sutapun, *Chicken Eggshell as A filler for Polymer Composites: Preparation and Characterizations*, **Advanced Materials Research, 47-50** (2008), 490-493.