

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

- น้ำยางธรรมชาติชั้นชนิดแอมโมเนียสูง จากบริษัท ไทยรับเบอร์ ลาเท็กซ์ จำกัด โดยมีสมบัติดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สมบัติของน้ำยางธรรมชาติชั้นชนิดแอมโมเนียสูง

สมบัติ	ผลทดสอบ
Total solid content (%)	61.75
Dry rubber content (%)	60.12
Non-rubber solids content (%)	1.62
Ammonia content (on total weight) (%)	0.74
Ammonia content (on water phase) (%)	1.94
pH value	10.74
KOH number	0.5487
Volatile fatty acid number (VFA)	0.0206
Mechanical stability time @ 55% TS. (Sec.)	930
Specific gravity at 25 °C	0.9462
Magnesium content (ppm)	14.85
Viscosity (60% TS. Spindle no.1.60 rpm.) (cps.)	61.5

- แป้งมันสำปะหลัง จากบริษัทไทยวา จำกัด
- มอนต์มอริลโลไนต์ ซึ่งใช้ tween 80 (polyoxyethylene (20) sorbitan monooleate) เป็นสารลดแรงตึงผิว (surfactant) จากสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เป็นสารกระตุ้นวัลคาไนซ์, ซิงค์ไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมต (ZDEC) เป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยาวัลคาไนซ์ และซัลเฟอร์ (S) เป็นสารวัลคาไนซ์ จากบริษัท ทีออปไฟลท์ จำกัด

- วิงสเตย์-แอล (wingstay-L) เป็นสารแอนติออกซิเดนต์ จากบริษัท ดีทแฮมท์ จำกัด
- Naphthalene-sulphonates ชื่อทางการค้า Vultamol เป็นสารช่วยกระจายตัว (dispersing agent) ในการเตรียมสารละลายเติมแต่ง จากสถาบันวิจัยยาง
- กลีเซอรอล
- น้ำกลั่น

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

อุปกรณ์/เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย ได้แก่

- เครื่องปั่นกวนเชิงกล (mechanical Stirrer)
- เครื่องปั่นกวนเชิงกล ชนิดความเร็วรอบสูง (homogenizer)
- เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง
- เครื่องแก้ว
- ตู้อบสาร
- อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ
- บั้มสุญญากาศ
- เครื่องบดชนิดราง (ball mill)
- เครื่อง X-ray Diffraction (XRD) ของ Phillips รุ่น APD PW3710 X'pert
- เครื่องทดสอบความทนแรงดึง ของ LLOYD รุ่น LR5K
- เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ของ JEOL รุ่น JSM-6480 LV
- เครื่องอบแห้งอินฟราเรด(ให้อุณหภูมิประมาณ 40 องศาเซลเซียส)

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมสารดิสเพอร์ชันของสารเติมแต่งที่ใช้วัลคาไนซ์ยางธรรมชาติ

นำซัลเฟอร์, ซิงค์ออกไซด์, ซิงค์ไดเอทิลไดโทโอคาร์บาเมต (ZDEC) และวิงสเตย์-แอล มาทำให้อยู่ในรูปสารดิสเพอร์ชันเพื่อให้สามารถผสมเข้ากับน้ำยางได้ ทำการเตรียมที่ 50 wt% โดยนำสารเติมแต่งแต่ละชนิดมาผสมกับน้ำกลั่น และ Vultamol (สารช่วยกระจายตัว) ปั่นผสมด้วยเครื่องบดแบบ ball mill (รูปที่ 3.1) เป็นเวลา 72 ชั่วโมง ดังขั้นตอนในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.1 เครื่องบดชนิดราง (Ball mill)



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการเตรียมสารดิสเพอร์ชันของสารเติมแต่งที่ใช้วัลคาไนซ์ยางธรรมชาติ

3.3.2 การเตรียมสารดิสเพอร์ชันของมอนต์มอริลโลไนต์

นำมอนต์มอริลโลไนต์มาผสมกับน้ำกลั่น โดยเตรียมที่ 10 wt% บดผสมด้วยเครื่องปั่นกวนเชิงกลที่ความเร็ว 600 rpm เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

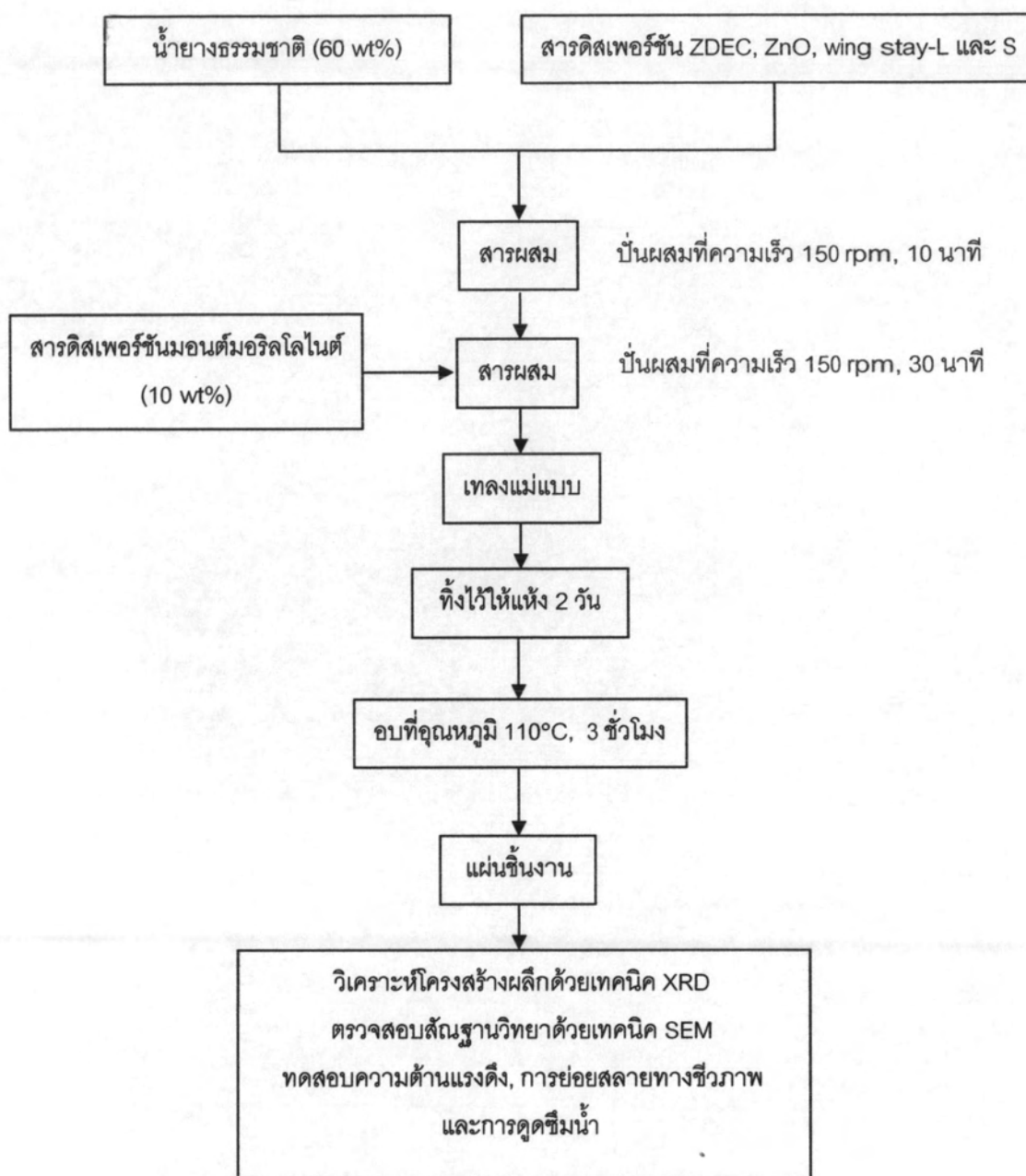
3.3.3 การเตรียมนาโนคอมพอลิเมอร์ของยางธรรมชาติ/มอนต์มอริลโลไนต์

การเตรียมนาโนคอมพอลิเมอร์ของยางธรรมชาติ/มอนต์มอริลโลไนต์ ทำโดยผสมน้ำยางธรรมชาติ (มีเนื้อยางแห้ง 60.12 wt%) กับสารดิสเพอร์ชันของสารเติมแต่งที่ใช้วัลคาไนซ์ยางธรรมชาติ ซึ่งได้แก่ ซิงค์ไดอะไทโอคาร์บาเมต, ริงสเตย์-แอล ซิงค์ออกไซด์ และซัลเฟอร์ ตามลำดับ ด้วยอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 3.2 ทำการปั่นผสมด้วยเครื่องปั่นกวนเชิงกลเป็นเวลา 10 นาที ที่ความเร็ว 150 rpm จากนั้นค่อยๆหยดสารดิสเพอร์ชันมอนต์มอริลโลไนต์ (10 wt%) (ซึ่งก่อนนำมาผสมกับน้ำยางธรรมชาติ ให้นำสารดิสเพอร์ชันของมอนต์มอริลโลไนต์ที่เตรียมจากข้อ 3.3.2 ไปปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นกวนเชิงกลชนิดความเร็วรอบสูง ที่ความเร็ว 11,000 rpm เป็นเวลา 5 นาที) ลงในน้ำยางธรรมชาติที่ผสมสารเติมแต่งแล้ว ทำการปั่นสารผสมต่อด้วยความเร็ว 150 rpm เป็นเวลา 30 นาที เมื่อครบกำหนดเวลาแล้วให้นำสารละลายที่ได้ไปกรอง และดูดฟองอากาศด้วยเครื่อง rotary evaporator จนหมดฟอง จากนั้นเทลงแม่แบบ ตั้งทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 วัน และจึงทำการบ่ม (cure) ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เก็บชิ้นงานที่ได้ใน เดซิเคเตอร์ (desiccator) ก่อนนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD, ทดสอบสมบัติความต้านแรงดึง, การย่อยสลายทางชีวภาพ และการดูดซึมน้ำ ดังแผนผังในรูปที่ 3.3

ตารางที่ 3.2 ปริมาณสารที่ใช้เตรียมนาโนคอมพอลิเมอร์ของยางธรรมชาติ/มอนต์มอริลโลไนต์

NR (phr)	MMT (phr)	S (phr)	ZnO (phr)	Wing stay-L (phr)	ZDEC (phr)
100	1	1.5	1	1	1
100	2	1.5	1	1	1
100	3	1.5	1	1	1
100	4	1.5	1	1	1

หมายเหตุ เป็นปริมาณโดยน้ำหนักแห้ง



รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการเตรียมนาโนคอมพอสิตของยางธรรมชาติ/มอนต์มอริลโลไนต์

3.3.5 การเตรียมสารติสเพอร์ซันแป้งมันสำปะหลัง/มอนต์มอริลโลไนต์

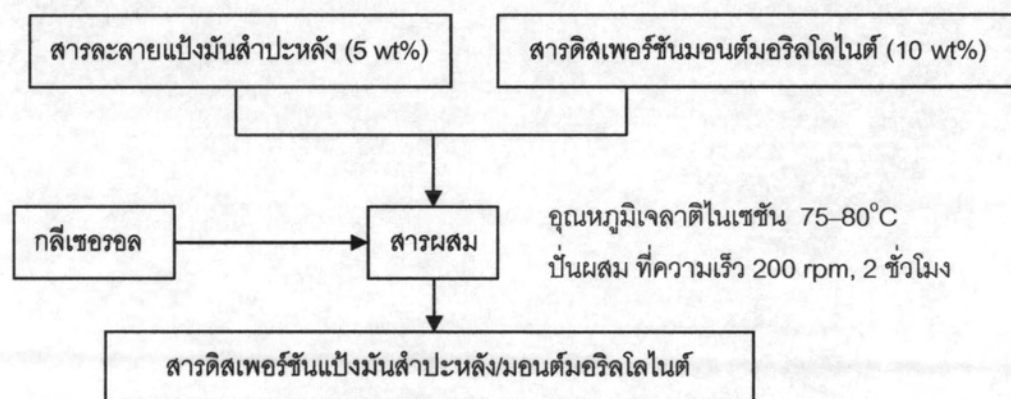
การเตรียมสารติสเพอร์ซันแป้งมันสำปะหลัง/มอนต์มอริลโลไนต์ ทำโดยละลายแป้งมันสำปะหลังในน้ำกลั่นในปริมาณ 5 wt% ก่อน แล้วจึงนำไปผสมกับสารติสเพอร์ซันของมอนต์มอริลโลไนต์ (10 wt%) ที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.2 ด้วยปริมาณโดยน้ำหนักแห้งดังแสดงในตารางที่ 3.3 แล้วให้ความร้อนกับสารละลาย ณ อุณหภูมิเจลาติไนเซชันที่ 75–80 องศาเซลเซียส พร้อมทั้ง

ปั่นกวนที่ความเร็ว 200 rpm เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ต่อกวนนั้นจึงเติมกลีเซอรอลปริมาณ 20% ของน้ำหนักแป้ง แล้วปั่นกวนที่ความเร็วรอบเดิมเป็นเวลา 5 นาที แล้วทิ้งไว้ให้สารดิสเพอร์ชันเย็นตัวลง

ตารางที่ 3.3 ปริมาณสารที่ใช้เตรียมสารดิสเพอร์ชันแป้งมันสำปะหลัง/มอนต์มอริลโลไนต์

Starch (g)	MMT (g)
30	1, 2, 3, 4
40	1, 2, 3, 4
50	1, 2, 3, 4

หมายเหตุ เป็นปริมาณโดยน้ำหนักแห้ง



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการเตรียมสารดิสเพอร์ชันแป้งมันสำปะหลัง/มอนต์มอริลโลไนต์

3.3.6 การเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างยางธรรมชาติ/แป้งมันสำปะหลัง

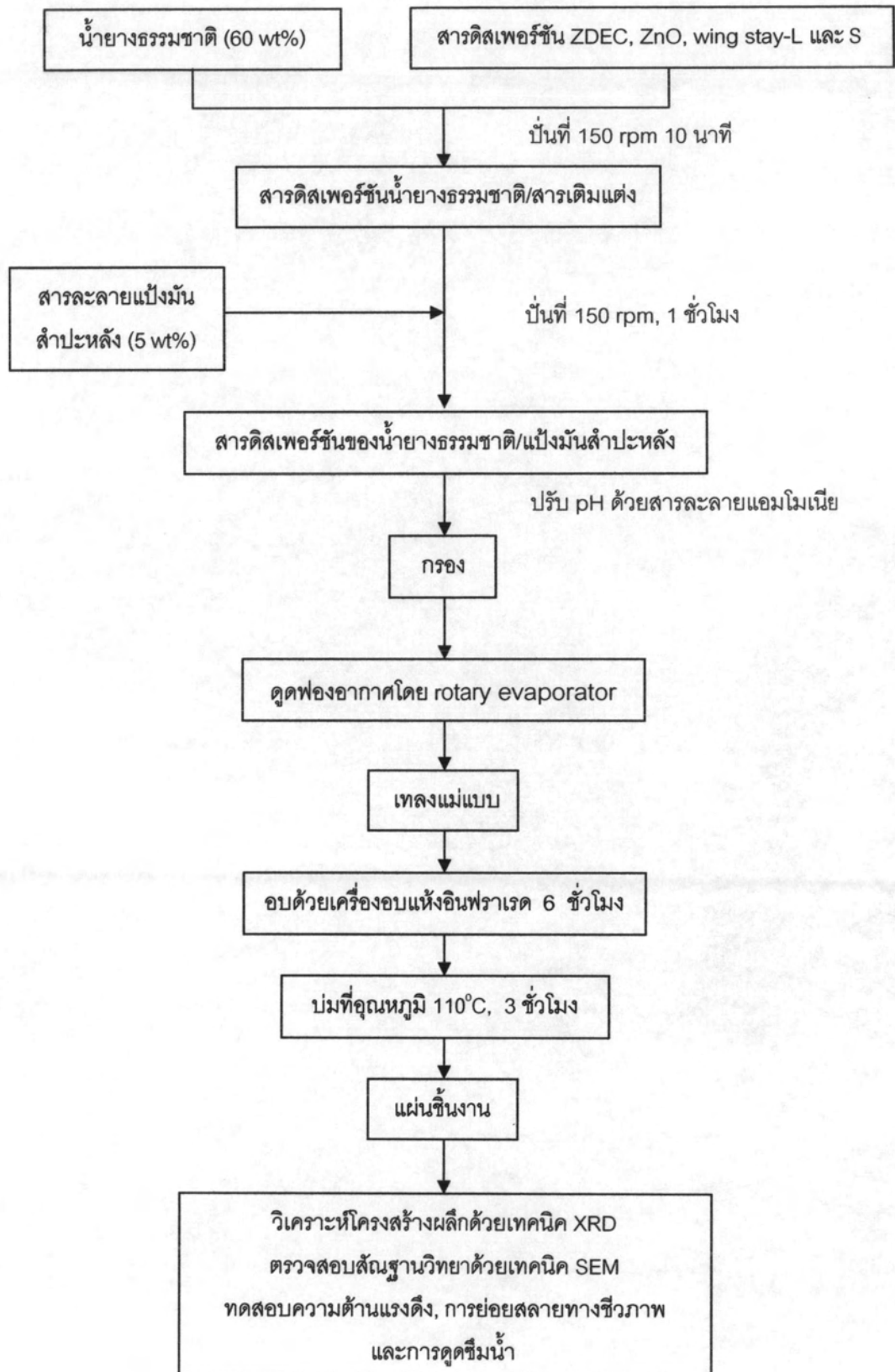
การเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างยางธรรมชาติ/แป้งมันสำปะหลัง ทำโดยนำสารละลายแป้งมันสำปะหลัง (5 wt%) (ใช้สภาวะการเตรียมเหมือนข้อ 3.3.5) ผสมกับน้ำยางธรรมชาติ (60.12 wt%) ที่ได้ผสมสารดิสเพอร์ชันสำหรับวัลคาไนซ์ยางธรรมชาติแล้ว (ใช้สภาวะการผสมเหมือนข้อ 3.3.3) ด้วยอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 3.4 และในระหว่างการผสมต้องปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ให้ใกล้เคียงกับของน้ำยางธรรมชาติ ด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนีย (28 wt%) ให้คงความเป็นด่างตลอดเวลาเพื่อป้องกันการจับตัวเป็นก้อนของยางธรรมชาติ โดยปั่นผสมให้เข้ากันด้วยเครื่องปั่นเชิงกลที่ความเร็ว 150 rpm เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำสารผสมไปกรองด้วย

ตะแกรงลวด และดูดฟองอากาศออกจนหมดด้วยเครื่อง rotary evaporator จากนั้นเทลงแม่แบบ แล้วอบชิ้นงานให้แห้งด้วยเครื่องอบแห้งอินฟราเรดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ต่อจากนั้น นำชิ้นงานไปบ่มที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เก็บชิ้นงานในเดซิเคเตอร์ก่อนนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD, ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM, ทดสอบสมบัติความต้านแรงดึง, การย่อยสลายทางชีวภาพ และการดูดซึมน้ำ ดังแผนผังในรูปที่ 3.5

ตารางที่ 3.4 ปริมาณสารที่ใช้เตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างยางธรรมชาติ/แป้งมันสำปะหลัง

NR (phr)	starch (phr)	S (phr)	ZnO (phr)	Wing stay-L (phr)	ZDEC (phr)
100	30	1.5	1	1	1
100	40	1.5	1	1	1
100	50	1.5	1	1	1

หมายเหตุ เป็นปริมาณโดยน้ำหนักแห้ง



รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างยางธรรมชาติ/แป้งมันสำปะหลัง

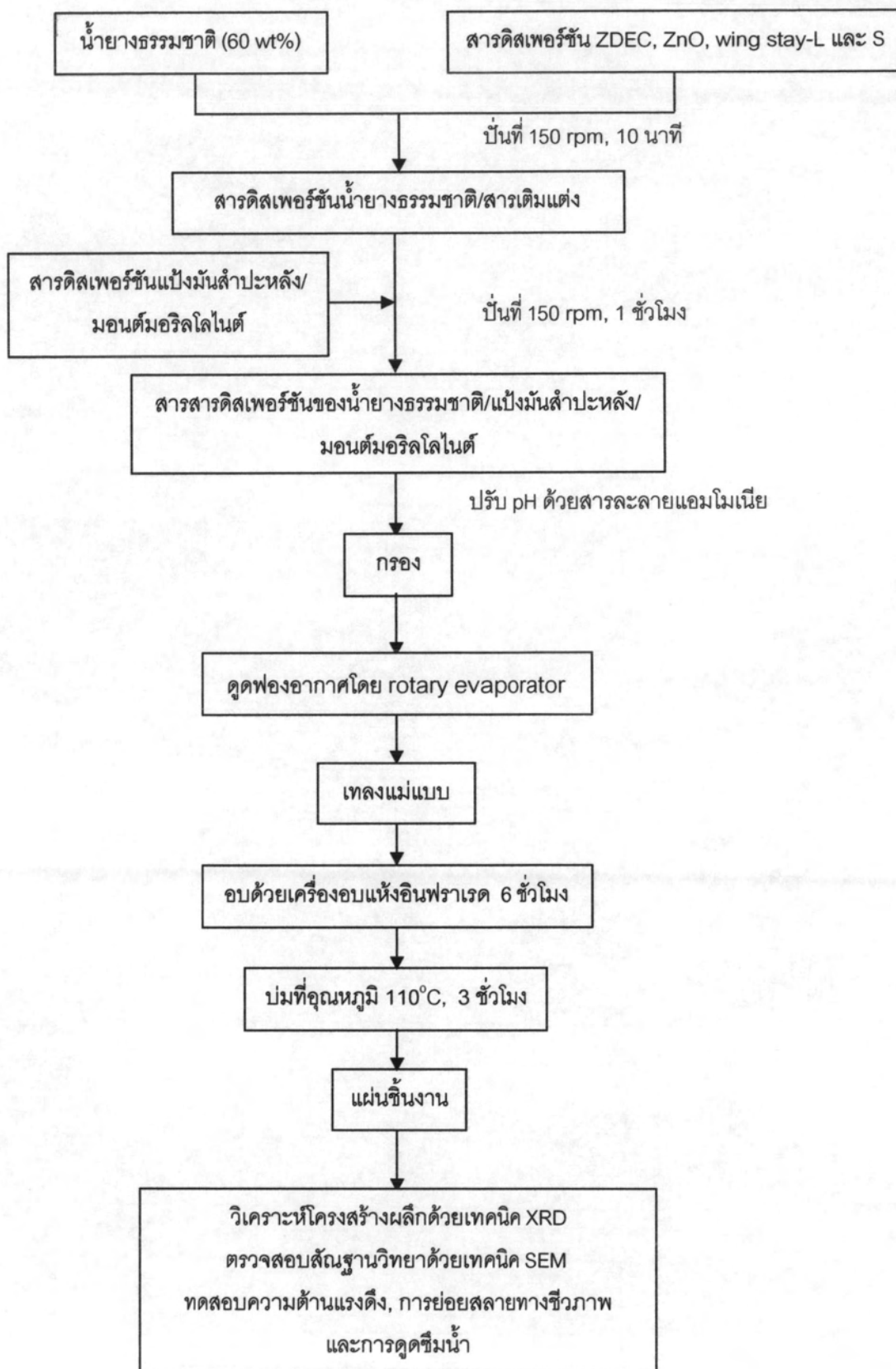
3.3.6 การเตรียมนาโนคอมพอสิตของยางธรรมชาติ/แป้งมันสำปะหลัง/มอนต์มอริลโลไนต์

การเตรียมนาโนคอมพอสิตของยางธรรมชาติ/แป้งมันสำปะหลัง/มอนต์มอริลโลไนต์ ทำโดย นำสารดิสเพอร์ชันของแป้งมันสำปะหลัง/มอนต์มอริลโลไนต์ที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.5 ไปปั่นผสมด้วยเครื่องปั่นกวนเชิงกลชนิดความเร็วรอบสูง ที่ความเร็ว 11,000 rpm เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำไปผสมกับน้ำยางธรรมชาติชั้นที่ได้ผสมสารดิสเพอร์ชันสำหรับวัลคาไนซ์ยางธรรมชาติแล้ว ด้วยอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 3.5 ในระหว่างการผสมต้องปรับค่าความเป็นกรด-ด่างให้ใกล้เคียงกับความเป็นกรดต่างของน้ำยางธรรมชาติ ด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนีย (28 wt%) ให้คงความเป็นต่างตลอดเวลา เพื่อป้องกันการจับตัวเป็นก้อนของยางธรรมชาติ โดยปั่นผสมให้เข้ากันด้วยเครื่องปั่นเชิงกลที่ความเร็ว 150 rpm เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำสารผสมไปกรองด้วยตะแกรงลวด และดูดฟองอากาศออกจนหมดด้วยเครื่อง rotary evaporator จากนั้นเทลงแม่แบบ แล้วอบชิ้นงานให้แห้งด้วยเครื่องอบแห้งอินฟราเรดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ต่อจากนั้น นำชิ้นงานไปบ่มที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เก็บชิ้นงานในเดซิเคเตอร์ก่อนนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD, ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM, ทดสอบสมบัติความต้านแรงดึง, การย่อยสลายทางชีวภาพ และการดูดซึมน้ำ ดังแผนผังในรูปที่ 3.6

ตารางที่ 3.5 ปริมาณสารที่ใช้เตรียมนาโนคอมพอสิตของยางธรรมชาติ/แป้งมันสำปะหลัง/มอนต์มอริลโลไนต์

NR (phr)	starch (phr)	MMT (phr)	S (phr)	ZnO (phr)	Wing stay-L (phr)	ZDEC (phr)
100	30	1, 2, 3, 4	1.5	1	1	1
100	40	1, 2, 3, 4	1.5	1	1	1
100	50	1, 2, 3, 4	1.5	1	1	1

หมายเหตุ เป็นปริมาณโดยน้ำหนักแห้ง



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการเตรียมนาโนคอมพอสิตของยางธรรมชาติ/แห้ง/น้ำมันสำหรับ/มอนต์มอริลโลไนต์

3.4 การวิเคราะห์และตรวจสอบสมบัติ

3.4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค XRD

วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของวัสดุนาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค XRD โดยใช้เครื่องของ Phillips รุ่น PW3710 PC-APD ดังแสดงในรูปที่ 3.7 สถานที่ทำการทดสอบ : สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

โดยใช้ภาวะของการวิเคราะห์เป็นดังนี้

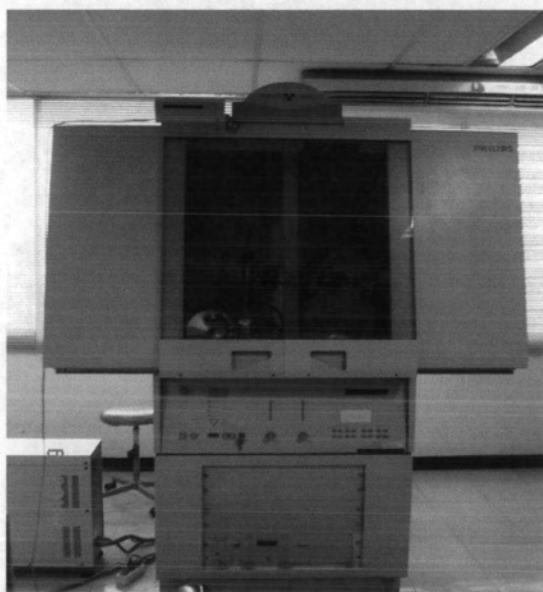
หลอดรังสีเอ็กซ์ : Cu

แหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ : CuK_{α} (ให้รังสีที่มีความยาวคลื่น 0.1542nm)

โดยเครื่องทำงานเริ่มที่มุม 2θ ตั้งแต่ 2 องศา ถึง 40 องศา อัตราความเร็ว 1.2 องศา/วินาที คำนวณระยะระหว่างระนาบ 001 (d_{001}) ของมอนต์มอริลโลไนต์ จากสมการของแบรกก์ (Bragg's equation) ดังนี้

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (1)$$

โดย	d	คือ	ระยะห่างของชั้นระหว่างผลึก
	n	คือ	ตัวเลขจำนวนเต็ม
	λ	คือ	ความยาวคลื่น (wave length) ของแสง ($\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$)
	θ	คือ	มุมที่รังสีเอ็กซ์ตกกระทบผิวของผลึก



รูปที่ 3.7 X-ray Diffractometer ของ Phillips รุ่น PW3710 PC-APD

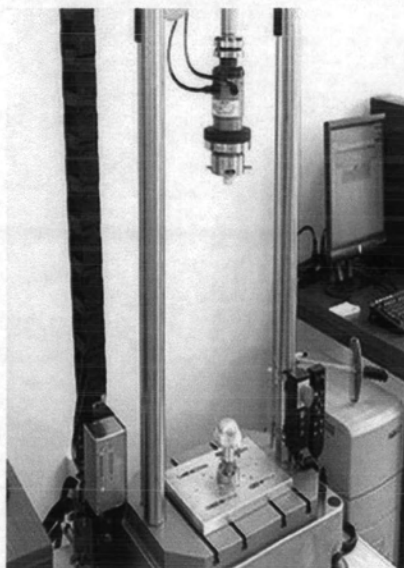
3.4.2 การทดสอบสมบัติด้านความต้านแรงดึงของพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต

ทดสอบความต้านแรงดึงของพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต ตามมาตรฐาน ASTM D-412 ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น LR5K ดังแสดงในรูปที่ 3.8 สถานที่ทำการทดสอบ : สถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร

ภาวะในการทดสอบเป็นดังนี้

ระยะดึง (gauge length)	:	25 มิลลิเมตร
ขนาด Load cell	:	1,000 นิวตัน
อัตราเร็วในการดึง	:	500 มิลลิเมตร/นาที

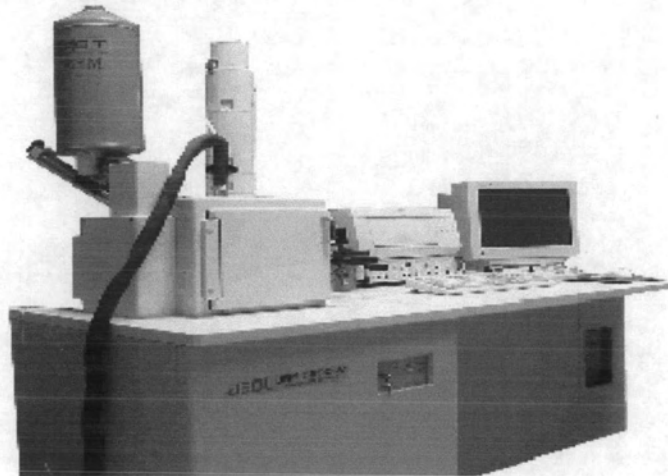
โดยทำการบันทึกค่าความต้านแรงดึง (tensile strength), เปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาด (% elongation at break) และมอดุลัสที่ระยะยืด 300% (300% modulus) ทดสอบ 3 ชิ้นงาน ต่อ 1 ตัวอย่าง แล้วรายงานค่าเฉลี่ยที่ได้



รูปที่ 3.8 เครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น LR5K

3.4.3 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM)

ทำการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของ JEOL รุ่น JSM-6480 LV ดังแสดงในรูปที่ 3.9 ใช้กระแสไฟฟ้าความต่างศักย์ 10 กิโลโวลต์ ที่กำลังขยาย 1000 เท่า สถานที่ทดสอบ : ศูนย์เครื่องมือคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของ JEOL รุ่น JSM-6480 LV

3.4.4 การทดสอบหาค่าการดูดซึมน้ำ

ทำการทดสอบหาค่าการดูดซึมน้ำตามมาตรฐาน ASTM D 570-98 ทำโดยตัดชิ้นงานให้มีขนาด 20 x 20 มิลลิเมตร ตัวอย่างละ 5 ชิ้น นำไปอบไล่ความชื้นในตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์ นำชิ้นงานไปชั่งน้ำหนักที่แน่นอนด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง หลังจากนั้นนำชิ้นงานไปแช่น้ำเป็นเวลา 1, 7, 14, 21 และ 28 วัน โดยทุกช่วงเวลานำชิ้นงานขึ้นมาชั่งน้ำหนักเพื่อดูน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง การชั่งน้ำหนักทำโดยนำชิ้นงานขึ้นจากน้ำแล้วเช็ดให้แห้งด้วยกระดาษชำระที่สะอาด ชั่งน้ำหนักทันที แล้วใส่ชิ้นงานกลับลงไปในน้ำหลังจากที่ชั่งน้ำหนักเรียบร้อยแล้ว ซึ่งการดูดซึมน้ำคำนวณได้จากสูตร

$$\% \text{ การดูดซึมน้ำ} = \frac{(W_1 - W_0) \times 100}{W_0}$$

เมื่อ W_1 คือ น้ำหนักชิ้นงานหลังแช่น้ำตามระยะเวลาที่กำหนด
 W_0 คือ น้ำหนักชิ้นงานก่อนแช่น้ำ

3.4.5 การทดสอบความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพ

การทดสอบความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพทำโดยนำชิ้นงานสำหรับทดสอบความต้านแรงดึงมาอบไล่ความชื้นในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์ แล้วนำชิ้นงานไปชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอน หลังจากนั้น นำชิ้นงานฝังในดินให้ลึกจากผิวดินประมาณ 5 เซนติเมตร ในกระบะที่มีดินบรรจุอยู่เต็ม (กระบะใส่ดินต้องมีรูสำหรับระบายน้ำส่วนเกิน) โดยทำการทดสอบความสามารถในการย่อยสลายเป็นเวลา 2 ,4 และ 6 สัปดาห์ เมื่อครบกำหนดนำชิ้นงานขึ้นจากดิน แล้วล้างเบาๆ ด้วยน้ำกลั่น จากนั้นนำชิ้นงานมาอบในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักชิ้นงานคงที่ ทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์ นำชิ้นงานมาชั่งน้ำหนักอีกครั้งเพื่อหาน้ำหนักที่หายไปและนำชิ้นงานไปทดสอบสมบัติความต้านแรงดึงที่เปลี่ยนไป

การหาน้ำหนักที่หายไปคำนวณได้จากสูตร

$$\text{เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไป} = \frac{(W_1 - W_0) \times 100}{W_0}$$

เมื่อ W_1 คือ น้ำหนักชิ้นงานเมื่อระยะเวลาผ่านไปตามที่กำหนด
 W_0 คือ น้ำหนักชิ้นงานเริ่มต้น