บทที่ 3
วิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 น้ำยางข้นชนิดแอมโมเนียสูง(HA) :บริษัทไทยรับเบอร์ลาเท็กซ์คอร์ปอร์เรชั่น (ประเทศไทย) จำกัด (มหาชน)

ตารางที่ 3.1 สมบัติน้ำยางข้นชนิดแอมโมเนียสูง

สมบัติ	ผลทดสอบ
Total solid content (%)	61.70
Dry rubber content (%)	60.04
Non-rubber solids content (%)	1.66
Ammonia content (on total weight) (%)	0.74
Ammonia content (on water phase) (%)	1.93
pH value	10.52
KOH number	0.5504
Volatile fatty acid number (VFA)	0.0108
Mechanical stability time @ 55% TS (Sec)	750
Specific gravity at 25 ^{o}C	0.9412
CST (ml)	1.9
Magnesium content (ppm)	37.5
Viscosity (60%TS spindle no.1, 60 rpm.) (cps)	76.5

3.1.2 กรดฟอร์มิก 98% : Fisher Chemical

3.1.3 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 45% : Thai Peroxide Co., Ltd.

3.1.4 Polyalcohol ethyleneoxide condensate (Terric 16A-16) : Australia

3.1.5 เมทานอล : Lab Scan

3.1.6 สไตรีนมอนอเมอร์ : Fluka

3.1.7 Sudium lauryl sulfate : Cognis Thai Co., Ltd.

3.1.8 โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟส : Fluka

3.1.9 พอลิสไตรีนอิมัลชันทางการค้า (CN 5901) : ETERNAL RESIN CO., LTD.

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 มอเตอร์ปั่นกวนชนิดกำหนดความเร็วรอบได้ พร้อมใบพัด

3.2.2 เครื่องให้ความร้อน (heater)

3.2.3 แท่งแม่เหล็ก (magnetic bar)

3.2.4 แผ่นกระจกใส

3.2.5 เตาอบให้ความร้อน

3.2.6 เครื่องแก้ว

3.2.7 ถุงมือกันความร้อน

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

3.3.1 เครื่อง FT-IR Spectrometer รุ่น Perkin Elmer System 2000-FT-IR

3.3.2 เครื่อง Universal Tensile Testing Machine รุ่น LLOYD LR 10K plus และรุ่น LLOYD500

3.3.3 เครื่อง Gel Pemeation Chromatograph รุ่น Water 150-CV

3.3.4 เครื่องวัดความแข็ง Durometer shore A

3.3.5 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) รุ่น METTLER TOLEDO STAR^{e} System

3.3.6 เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) รุ่น JSM-6400

3.4 ขอบเขตการทดลอง

ขอบเขตการทดลองแบ่งเป็น 6 ส่วน คือ

- การเตรียมน้ำยางธรรมชาติอิพอกซิไดซ์
- การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของยางธรรมชาติอิพอกซิไดซ์
- การสังเคราะห์พอลิสไตรีนอิมัลชัน
- วิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลพอลิสไตรีน
- การเตรียมแผ่นเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์จากยางธรรมชาติอิพอกซิไดซ์และพอลิสไตรีนอิมัลชัน
- การทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และตรวจสอบสัณฐานวิทยาของแผ่นเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์ที่เตรียมได้

3.5 การเตรียมยางธรรมชาติอิพอกซิไดซ์ (ENR)

ยางธรรมชาติอิพอกซิไดซ์ในการทดลองถูกเตรียมด้วยวิธี *'in situ'* epoxidation โดยมีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และกรดฟอร์มิก เพื่อให้เกิดปฏิกิริยากับน้ำยางธรรมชาติ ซึ่งสูตรการเตรียมแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สูตรการเตรียมยาง ENR

สารเคมี	ENR A	ENR B	ENR C
น้ำยางข้น 60%DRC (กรัม)	166.56	166.56	166.56
เนื้อยาง (กรัม)	100	100	100
น้ำกลั่น (กรัม)	333.44	333.44	333.44
ความเข้มข้นของยาง : กรดฟอร์มิก (โมล:โมล)	1:1	1:1	1:1
Terric16A-16 (4 phr)	4	4	4
ความเข้มข้นของกรดฟอร์มิก : ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (โมล:โมล)	1:0.75	1:0.75	1:0.75
ปริมาณกรดฟอร์มิก (กรัม)	67.62	67.62	67.62
ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (กรัม)	83.33	83.33	83.33
เวลาหลังการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (ชั่วโมง)	1	3	6

3.5.1 ขั้นตอนการเตรียมยางธรรมชาติอิพอกซิไดซ์

1. เตรียมน้ำยางข้นให้มี%DRC เท่ากับ 20 โดยการเติมน้ำกลั่นที่ละลาย Terric16A-16
2. กวนน้ำยางเจือจางเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส
3. หยดกรดฟอร์มิกโดยใช้เวลาประมาณ 15-20 นาที
4. ปรับอุณหภูมิให้คงที่ ณ 50 องศาเซลเซียส
5. หยดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์โดยใช้เวลาประมาณ 25-30 นาที หลังจากนั้นจึงปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาตามเวลาที่กำหนดของแต่ละสูตร
6. ตกตะกอนน้ำยางธรรมชาติอิพอกซิไดซ์ส่วนหนึ่งด้วยเมทานอล (เพื่อนำไปวิเคราะห์หาเปอร์เซนต์โมลของหมู่อิพอกไซด์) แล้วนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส
7. ได้น้ำยางธรรมชาติอิพอกซิไดซ์ A, B และ C เพื่อนำไปเตรียมยางแผ่นในวันรุ่งขึ้นทันที

3.5.2 ขั้นตอนการหาเปอร์เซ็นต์เนื้อยาง ENR แห้งในน้ำยางที่เตรียมได้

1. ชั่งน้ำหนักจานเพาะเชื้อแล้วบันทึกข้อมูล
2. ชั่งน้ำหนักจานเพาะเชื้อที่บรรจุน้ำยาง ENR แล้วบันทึกข้อมูล
3. นำจานเพาะเชื้อที่บรรจุน้ำยาง ENR ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จนกระทั่งได้ยาง ENR แห้ง
4. นำจานเพาะเชื้อที่บรรจุยาง ENR แห้ง ไปเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ รอจนอุณหภูมิลดลงมาที่อุณหภูมิห้อง แล้วจึงนำไปชั่งพร้อมบันทึกข้อมูล
5. คำนวณหาเปอร์เซ็นต์เนื้อยาง ENR แห้ง

3.6. การวิเคราะห์ปริมาณหมู่อิพอกไซด์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (IR)

การวิเคราะห์ปริมาณหมู่อิพอกไซด์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปีทำโดยนำยางธรรมชาติอิพอกซิไดซ์ที่ผ่านการตกตะกอนด้วยเมทานอลและอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสไปละลายในโทลูอีน จากนั้นนำสารละลายยางป้ายบน Disc KBr แล้วปล่อยให้โทลูอีนระเหยจนได้ฟิล์มยางที่บาง แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR สเปกโทรมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.1

โดยทั่วไปอินฟราเรดสเปกตรัมของยางธรรมชาติอิพอกซิไดซ์จะปรากฏแถบการดูดกลืนของหมู่อิพอกไซด์ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 ซม$^{-1}$ และ 1240 ซม$^{-1}$ ซึ่งไม่ปรากฏในยางธรรมชาติ ดังนั้น การคำนวณเปอร์เซ็นต์โมลของหมู่อิพอกไซด์สามารถคำนวณได้ด้วยวิธีของ Davey และ Loadman [15] ซึ่งคำนวณอัตราส่วน (absorbance ratio) ของแถบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น

870 ซม$^{-1}$ และ 835 ซม$^{-1}$ (แสดงพันธะ C-H ต่อกับ -C=C- ของ cis-1,4-polyisoprene) โดยคำนวณหาค่าอัตราส่วนการดูดกลืน ดังนี้

เปอร์เซ็นต์โมลของหมู่อิพอกไซด์ = $[a_{870} / (a_{870} + a_{835})] \times 100$

เมื่อ a_{870} คือ ค่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 ซม$^{-1}$

a_{835} คือ ค่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 835 ซม$^{-1}$

รูปที่ 3.1 เครื่อง FT-IR สเปกโทรมิเตอร์

3.7 การสังเคราะห์พอลิสไตรีนอิมัลชัน

สูตรการสังเคราะห์พอลิสไตรีนอิมัลชันแสดงไว้ในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 สูตรการสังเคราะห์พอลิสไตรีนอิมัลชัน

สารเคมี	น้ำหนัก (กรัม)
สไตรีนมอนอเมอร์	50
น้ำกลั่น	180
โซเดียมลอริลซัลเฟต	1
โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต	1

I 25193089

3.7.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์พอลิสไตรีนอิมัลชัน

1. ละลายโซเดียมลอริลซัลเฟตในน้ำกลั่น 160 กรัม แล้วเทใส่ขวดแก้วก้นกลมสี่คอ
2. เติมสไตรีนมอนอเมอร์ในขวดแก้วก้นกลมสี่คอ
3. ปั่นกวนของผสมด้วยความเร็วรอบ 600 รอบ/นาที พร้อมกับเพิ่มอุณหภูมิไปจนถึง 70 องศาเซลเซียส
4. เติมโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟสซึ่งละลายในน้ำกลั่น 20 กรัม ลงไปกวนรวมกับของผสมที่ได้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วจึงหยุดให้ความร้อน
5. นำพอลิสไตรีนอิมัลชันที่สังเคราะห์ได้เก็บไว้ในภาชนะปิด แล้วนำไปเก็บไว้ในตู้เย็น
6. แบ่งพอลิสไตรีนอิมัลชันส่วนหนึ่งเพื่อนำไปหาเปอร์เซ็นต์ของแข็ง

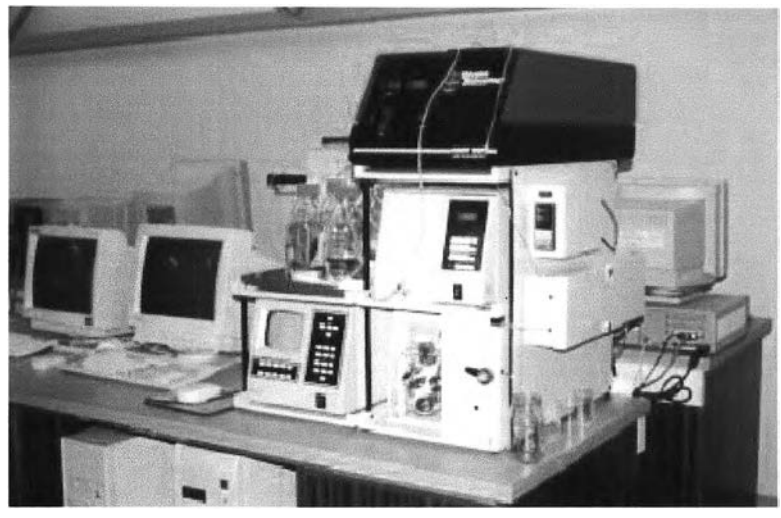
3.7.2 ขั้นตอนการหาเปอร์เซ็นต์ของแข็งในสไตรีนอิมัลชัน

1. ชั่งน้ำหนักจานเพาะเชื้อแล้วบันทึกข้อมูล
2. ชั่งน้ำหนักจานเพาะเชื้อที่บรรจุพอลิสไตรีนอิมัลชันแล้วบันทึกข้อมูล
3. นำจานเพาะเชื้อที่บรรจุพอลิสไตรีนอิมัลชันไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จนกระทั่งได้พอลิสไตรีนแห้ง
4. นำจานเพาะเชื้อที่บรรจุพอลิสไตรีนแห้งไปเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ รอจนอุณหภูมิลดลงมาที่อุณหภูมิห้อง แล้วจึงนำไปชั่งพร้อมบันทึกข้อมูล
5. คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของแข็ง

3.8 การวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลของพอลิสไตรีนด้วยเทคนิค GPC

การวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลของพอลิสไตรีนด้วยเทคนิค Gel Permeation Chromatography หรือ Size Exclusion Chromatography ทำโดยใช้พอลิสไตรีนที่มีน้ำหนักโมเลกุล 4,490-1,112,000 เป็นมาตรฐาน และกำหนดให้อัตราการไหลเท่ากับ 10 มิลลิลิตรต่อนาที และใช้ tetrahydrofuran (THF) เป็นสารนำพาที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ส่วนลักษณะคอลัมน์เป็น PL gel 10 μl mixed B 2 columns (MW resolving range = 500 -10,000,000)

การเตรียมตัวอย่างสำหรับทดสอบด้วยเครื่อง GPC (รูปที่ 3.2) ทำโดยชั่งน้ำหนักสารตัวอย่างประมาณ 15 มิลลิกรัม แล้วนำไปละลายใน THF จากนั้นจึงนำสารละลายตัวอย่างนั้นไปกรองเอาฝุ่นละอองออก โดยใช้กระดาษกรองที่มีความละเอียด 35 ไมครอน



รูปที่ 3.2 เครื่อง Gel Pemeation Chromatograph

3.9 การเตรียมแผ่นยางพอลิเมอร์ผสม

ขั้นตอนการเตรียมแผ่นยางพอลิเมอร์ผสม มีดังนี้

1. ชั่งน้ำหนัก rubber latex (น้ำยางธรรมชาติ และน้ำยาง ENR ต่างๆ) แล้วกวนด้วยความเร็วรอบที่ต่ำ (ประมาณ 50 รอบต่อนาที) ด้วยแท่งแม่เหล็ก

2. เติมพอลิสไตรีนอิมัลชัน (อิมัลชันทางการค้า และอิมัลชันที่เตรียมได้) ลงใน rubber latex ด้วยอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างเนื้อยางแห้งและพอลิสไตสรีนแห้ง เท่ากับ 100:20, 100:40, 100:60 และ 100:80 โดยใช้เวลาในการเติมประมาณ 10-15 นาที พร้อมกับกวนให้เข้ากัน

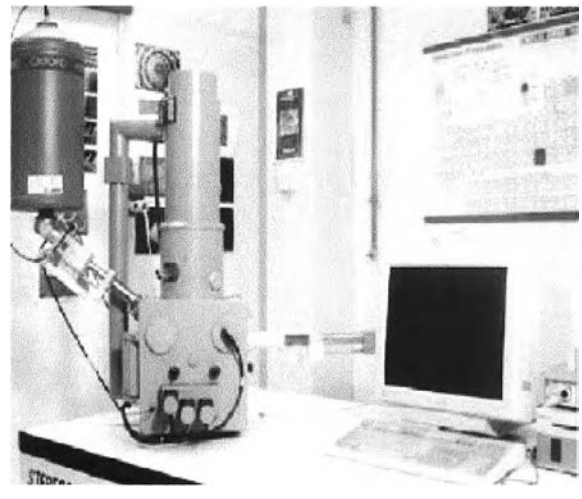
3. นำของเหลวผสมเทลงในแม่แบบที่ทำจากแผ่นกระจก แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง (ใช้เวลาในการอบเท่ากันทุกสูตร)

4. นำแม่แบบออกจากตู้อบและรอให้อุณหภูมิลดลงเท่ากับอุณหภูมิห้อง

5. นำแผ่นยางออกจากแม่แบบ แล้วเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์

3.10 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของแผ่นยางพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค SEM

ทำการตรวจสอบลักษณะพื้นผิวหน้าตัดของแผ่นยางพอลิเมอร์ผสมด้วยเครื่อง SEM เพื่อศึกษาการกระจายตัวของพอลิสไตรีน ซึ่งในการเตรียมชิ้นตัวอย่างจะทำการตัดแผ่นยางพอลิเมอร์ผสมแล้ววางชิ้นตัวอย่างบนแท่นวาง จากนั้นจึงนำชิ้นตัวอย่างไปเคลือบพื้นผิวหน้าตัดด้วยทองคำ เพื่อให้ภาพที่คมชัดขึ้น แล้วจึงนำชิ้นตัวอย่างไปส่องด้วยเครื่อง SEM รุ่น JSM-6400 ดังแสดงในรูปที่ 3.3 ที่กำลังขยาย 200 เท่า และ 1,500 เท่า

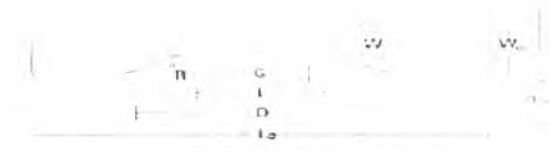


รูปที่ 3.3 เครื่อง SEM รุ่น JSM-6400

3.11 การทดสอบสมบัติของแผ่นยางพอลิเมอร์ผสม

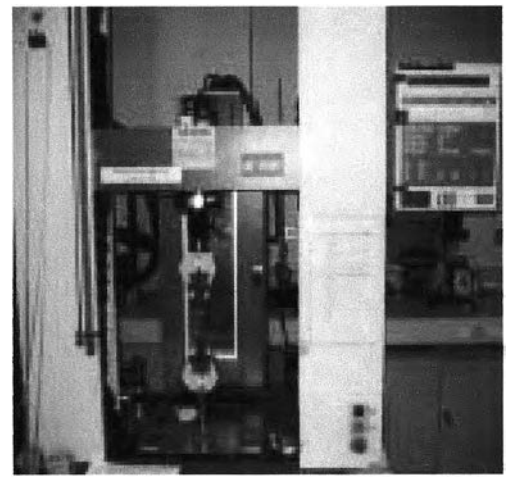
3.11.1 การทดสอบสมบัติความทนแรงดึง

เตรียมชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D 412-92[62] ดังแสดงในรูปที่ 3.3 เพื่อทดสอบความทนแรงดึงด้วยเครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 10K plus ดังรูปที่ 3.4 ในการทดสอบใช้ Die type D และ Load cell ขนาด 10 kN ส่วนระยะ grip ของชิ้นงานเท่ากับ 65 มม. และใช้อัตราเร็วของการดึงเท่ากับ 500 มม./นาที



W = 3 มม. , W_o = 16 มม. , R = 16 มม., G = 19 มม. , L = 33 มม. , D = 65 มม. , L_o= 100 มม.

รูปที่ 3.4 ลักษณะและขนาดชิ้นงานสำหรับทดสอบสมบัติความทนแรงดึง

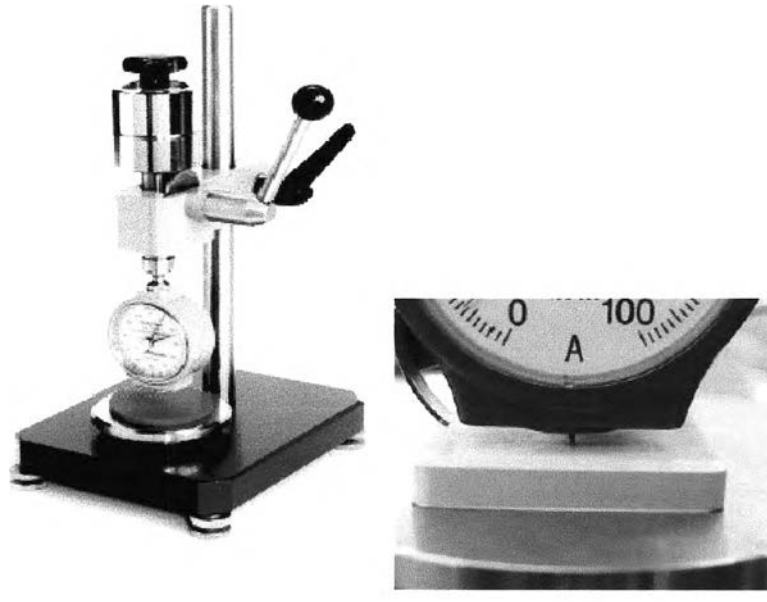


รูปที่ 3.5 เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 10K plus

3.11.2 การวัดความแข็งของแผ่นยางพอลิเมอร์ผสม

การวัดความแข็งของแผ่นยางพอลิเมอร์ผสมใช้วิธีทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D2240 โดยใช้เครื่อง Durometer test แบบ Shore A ดังแสดงในรูปที่ 3.5 ซึ่งใช้กับยางนิ่มธรรมดา ส่วน Shore D ใช้กับยางที่แข็งปกติและใช้สำหรับยางที่แข็งเกิน 90 IRHD (International Rubber Hardness Degree) เช่น ยางอีโบไนท์ เป็นต้น

ชิ้นทดสอบต้องมีผิวบนและล่างเรียบขนานกัน ซึ่งความหนาตามมาตรฐานที่ใช้ทดสอบเท่ากับ 8 ถึง 10 มิลลิเมตร และถ้าขนาดที่ไม่ตามมาตรฐานอาจหนาหรือบางกว่านี้ได้ แต่ต้องหนาไม่ต่ำกว่า 4 มิลลิเมตร และถ้ายางหนาไม่ถึงก็นำมาซ้อนกันได้



รูปที่ 3.6 Durometer Shore A

3.11.3 การวัดความสามารถดูดซับน้ำ (water absorption) ของแผ่นยางพอลิเมอร์ผสม

การวัดความสามารถดูดซับน้ำของแผ่นยางพอลิเมอร์ผสมทำโดยจุ่มชิ้นงานในน้ำตามมาตรฐาน ASTM D 570-98

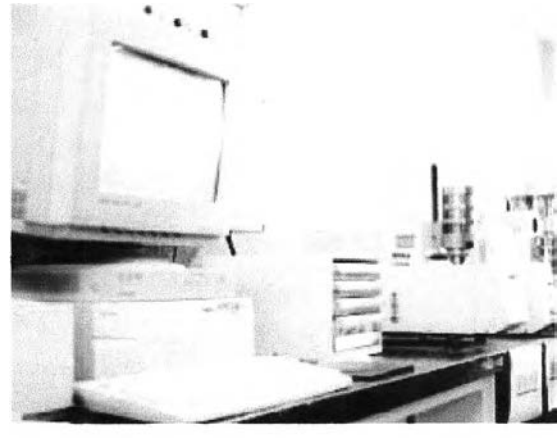
การทดสอบใช้เวลาในการจุ่ม 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง (29 องศาเซลเซียส) โดยภาชนะที่ใส่ต้องมีลักษณะแคบและสูงเพื่อให้ชิ้นงานจุ่มน้ำได้ทั่วถึง แล้วจึงนำชิ้นงานไปชั่งน้ำหนัก ซึ่งก่อนชั่งต้องมีการซับน้ำที่ผิวของชิ้นงานด้วยผ้าก่อน และเครื่องชั่งควรมีความละเอียดถึง 0.001 กรัม

ชิ้นงานในแต่ละสูตรจะถูกทดสอบ 3 ครั้ง แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย ซึ่งชิ้นงานมีขนาด 2 × 1 ซม^2 และเปอร์เซ็นต์การดูดซับน้ำคำนวณจากสมการดังนี้

$$\text{Water absoprtion, \%} = [(\text{wet weight-conditioned weight})/\text{conditioned weight}] \times 100$$

3.11.4 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC รุ่น DSC 822^e ดังรูปที่ 3.6 เพื่อหาอุณหภูมิกลาสแทรนซิชันของพอลิสไตรีนในแผ่นยางพอลิเมอร์ผสม โดยชั่งสารตัวอย่างประมาณ 7-10 มิลลิกรัม บรรจุในถาดอะลูมิเนียม (aluminum pan) แล้วปิดผนึก การทดสอบนั้นใช้อากาศเป็นสารอ้างอิงและทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน โดยเริ่มการทดสอบที่อุณหภูมิ 25 ถึง 220 องศาเซลเซียส และอัตราการเพิ่มความร้อนเท่ากับ 10 องศาเซลเซียส/นาที



รูปที่ 3.7 เครื่อง DSC รุ่น DSC 822^e

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย