บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. พอลิเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว (POLYLITE FG-283-TXN) : Siam Chemical Industry Co., Ltd.
2. เมทิลเอทิลคีโตนเปอร์ออกไซด์ : Siam Chemical Industry Co., Ltd
3. โคบอลต์ออกโทเอต : Siam Chemical Industry Co., Ltd
4. น้ำยางข้นชนิดแอมโมเนียสูง : บริษัท ไทยรับเบอร์ลาเท็กซ์ คอร์ปอร์เรชั่น (ประเทศไทย) จำกัด (มหาชน)

ตารางที่ 3.1 สมบัติของยางธรรมชาติ

สมบัติ	ผลทดสอบ
Total solid content (%)	61.66
Dry rubber content (%)	60.06
Non-rubber solids content (%)	1.60
Ammonia content (on total weight) (%)	0.71
Ammonia content (on water phase) (%)	1.85
pH value	10.61
KOH number	0.5493
Volatile fatty acid number (VFA)	0.0263
Mechanical stability time @ 55% TS. (sec.)	1420
Specific gravity at 25^{o}C	0.9433
Magnesium content (ppm)	37.5
Viscosity (60%TS. Spindle no.1.60 rpm) (cps)	61.0

5. สไตรีนมอนอเมอร์ : Fluka
6. เทอร์เชียรีบิวทิลไฮโดรเปอร์ออกไซด์ : A.S.C. Xenon Limited Partnership
7. แอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต : APS Ajax Finechem

8. เตตระเอทิลีนเพนตะมีน : Merch
9. โซเดียมไฮดรอกไซด์ : Lab Scan
10. โซเดียมลอริลซัลเฟต : Cognis Thai Co.,LTD.
11. เถ้าแกลบ : ขนาด 150-125 μm.

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. ขวดแก้วก้นกลม 4 คอ ขนาด 500 cc.
2. เทอร์โมมิเตอร์ช่วงอุณหภูมิระหว่าง 0 ถึง 100 องศาเซลเซียส
3. อ่างควบคุมอุณหภูมิ
4. ชุดกลั่น
5. เตาอบให้ความร้อน
6. เครื่องกวนพร้อมให้ความร้อน
7. แท่งกวนแม่เหล็ก (magnetic bar)
8. เครื่องแก้วอื่นๆ ที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. เครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น 500
2. เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) ของ METTLER TOLEDO รุ่น DSC822^{e} Module
3. เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ของ JEOL รุ่น JSM-5900LV
4. เครื่อง Thermomechanical Analyzer (TMA) ของ The Perkin-Elmer รุ่น TMA 7
5. เครื่องทดสอบความต้านแรงกระแทก ของ GOTECH รุ่น GT-7045-MDH
6. เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FT-IR) ของ Nicolet รุ่น Impact 400D
7. เครื่องทดสอบความแข็ง (shore D)

3.4 ขอบเขตการทดลอง

ขอบเขตการทดลองแบ่งเป็น 4 ส่วน คือ

- การเตรียมยางธรรมชาติกราฟต์พอลิสไตรีน
- การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของยางธรรมชาติกราฟต์พอลิสไตรีน
- การเตรียมวัสดุเชิงประกอบระหว่างพอลิเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว, ยางธรรมชาติกราฟต์พอลิสไตรีน และเถ้าแกลบในอัตราส่วนต่างๆ
- การทดสอบสมบัติเชิงกล พฤติกรรมทางความร้อน และตรวจสอบสัณฐานวิทยาของชิ้นงาน

3.5 การเตรียมยางธรรมชาติกราฟต์พอลิสไตรีน [17]

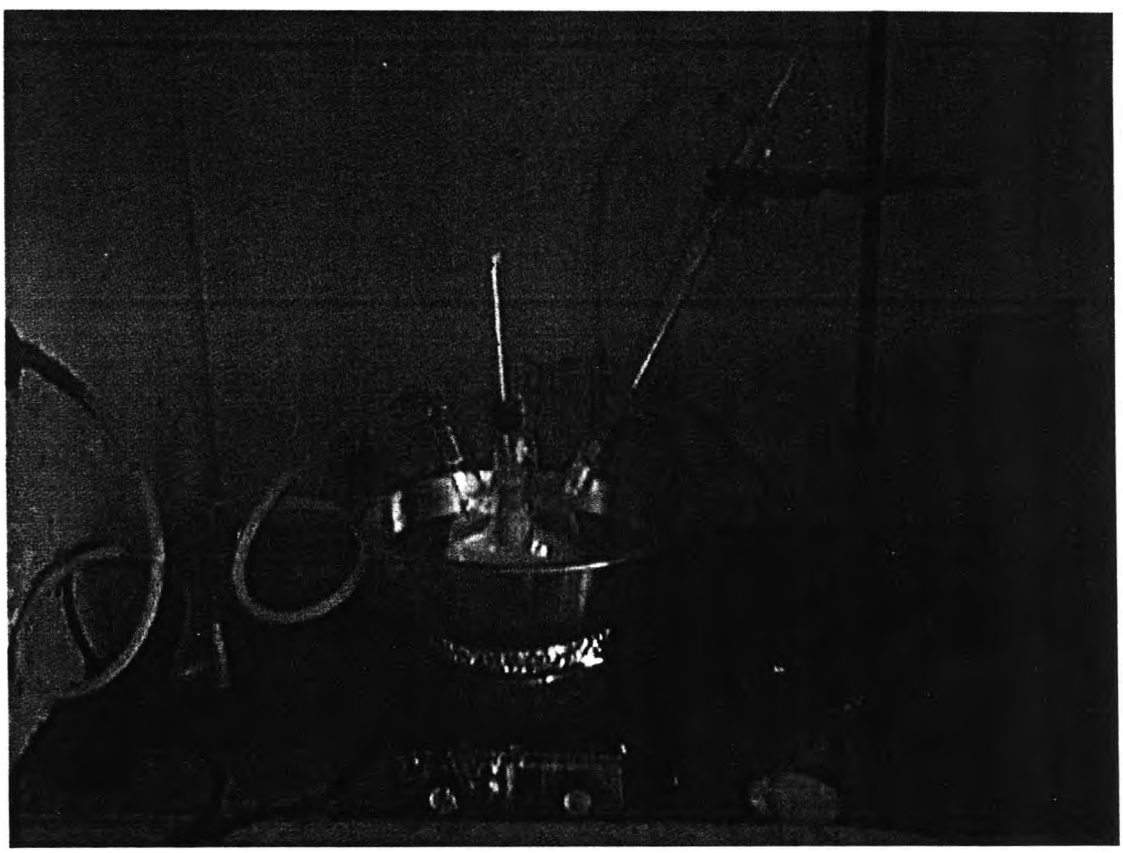
3.5.1 การเตรียมสไตรีนมอนอเมอร์บริสุทธิ์

การทำให้สไตรีนมอนอเมอร์บริสุทธิ์ต้องกำจัดตัวยับยั้งปฏิกิริยา (inhibitor) ที่ผสมอยู่ในมอนอเมอร์ออกให้หมด โดยตัวยับยั้งที่ปะปนอยู่ทำหน้าที่ไม่ให้มอนอเมอร์เปลี่ยนเป็นพอลิเมอร์ ซึ่งได้แก่ ไฮโดรควิโนน (hydroquinone) โดยนำสไตรีนมอนอเมอร์ไปล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10% โดยใช้กรวยแยก 2-3 ครั้ง จนกระทั่งสีชมพูที่เกิดขึ้นจางหายไป จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นจนกว่าด่างจะหมดไป (ทดสอบด้วยกระดาษลิตมัส) หลังจากนั้นแยกน้ำที่ล้างออก และแยกสไตรีนมอนอเมอร์ออกแล้วใส่แอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟส (anhydrous, Na_2SO_4) ในอัตราส่วน 100 กรัม/ลิตร เพื่อดูดน้ำที่ติดมาออกไป โดยตั้งทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที แล้วกรอง Na_2SO_4 ออก หลังจากนั้นนำมอนอเมอร์ที่ได้บรรจุลงในขวดสีชาทึบแสง และเก็บไว้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 4 องศาเซลเซียส และทดสอบสไตรีนหลังทำให้บริสุทธิ์ว่ามีพอลิเมอร์เกิดปะปนหรือไม่ โดยหยดเมทานอลลงไปในสไตรีน 1 หยด ถ้าเกิดความขุ่นแสดงว่ามีพอลิเมอร์ปนอยู่

3.5.2 การเตรียมยางธรรมชาติกราฟต์พอลิสไตรีน (NR-*g*-PS)

อุปกรณ์ที่ใช้ในการกราฟต์พอลิสไตรีนบนยางธรรมชาติด้วยกระบวนการแบบอิมัลชันประกอบ ด้วยขวดแก้วก้นกลม 4 คอ (4-neck round bottom flask) บีกเกอร์ (beaker) แท่งกวนแม่เหล็ก (magnetic stirrer) อ่างควบคุมอุณหภูมิ (water bath) ชุดกลั่น (condenser) และระบบไนโตรเจน ดังแสดงในรูปที่ 3.1

การทดลองเริ่มโดยการเติมน้ำยางธรรมชาติ (133.18 g) เตตระเอทิลีนเพนตะมีน (TEPA) (1 g) และน้ำกลั่น (50 g) ลงในขวดแก้วก้นกลม 4 คอ ปั่นด้วยแท่งกวนแม่เหล็กความเร็ว 200 รอบ/นาที ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ส่วนในภาชนะป้อนเติมสไตรีนมอนอเมอร์ (ที่กำจัดตัวยับยั้งปฏิกิริยาแล้ว) (30 g) เทอร์เชียรีบิวทิลไฮโดรเปอร์ออกไซด์ (TBHPO) (1 g) โซเดียมลอริลซัลเฟส (SLS) (5 g) และน้ำกลั่น (50 g) กวนให้เข้ากันเป็นเวลา 30 นาที แล้วหยดของผสมจากภาชนะป้อนลงในเครื่องปฏิกรณ์ โดยมีอัตราการไหล 2 มิลลิลิตร/นาที ซึ่งใช้เวลาหยดประมาณ 1 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาต่ออีก 2 ชั่วโมง



รูปที่ 3.1 ชุดอุปกรณ์ที่ใช้เตรียมยางธรรมชาติกราฟต์พอลิสไตรีน

3.6 การเตรียมวัสดุเชิงประกอบ

การเตรียมชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบระหว่างพอลิเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว (UPE resin) ยางธรรมชาติกราฟต์พอลิสไตรีน (NR-*g*-PS) และเถ้าแกลบ (rice husk ash, RHA) โดยใช้เทคนิคการหล่อแบบ ทำโดยนำพอลิเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว และเถ้าแกลบไปกวนให้เข้ากันเป็นเวลา 5 นาที แล้วเติมน้ำยางธรรมชาติกราฟต์พอลิสไตรีนลงไปกวนให้เข้ากันเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเติมโคบอลต์ออกโทเอต (Co-octoate) 0.3 g กวนให้เข้ากันเป็นเวลา 2 นาที และเมทิลเอทิลคีโตน

เปอร์ออกไซด์ (MEKPO) 0.3 g กวนให้เข้ากันเป็นเวลา 2 นาที จากนั้นนำไปเทลงแม่แบบที่ทำจากยางซิลิโคน อบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และแกะชิ้นงานออกจากแม่แบบ อัตราส่วนของการเตรียมพอลิเมอร์ผสมแสดงไว้ในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนของการเตรียมวัสดุเชิงประกอบ

สูตร	UPE (phr)	RHA (phr)	NR (phr)	NR-*g*-PS (phr)
1	100	-	-	-
2	100	-	5	-
3	100	-	10	-
4	100	-	15	-
5	100	-	-	5
6	100	-	-	10
7	100	-	-	15
8	100	30	-	-
9	100	40	-	-
10	100	50	-	-
11	100	30	5	-
12	100	30	10	-
13	100	30	15	-
14	100	40	5	-
15	100	40	10	-
16	100	40	15	-
17	100	50	5	-
18	100	50	10	-
19	100	50	15	-
20	100	30	-	5
21	100	30	-	10
22	100	30	-	15
23	100	40	-	5
24	100	40	-	10
25	100	40	-	15
26	100	50	-	5
27	100	50	-	10
28	100	50	-	15

*หมายเหตุ : สูตรที่ 4, 13, 15, 16, 18 และ 19 ไม่สามารถขึ้นรูปได้เนื่องจากมีความหนืดมาก

3.7 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของยางธรรมชาติกราฟต์พอลิสไตรีน

3.7.1 เปอร์เซ็นต์การเกิดกราฟต์โคพอลิเมอร์

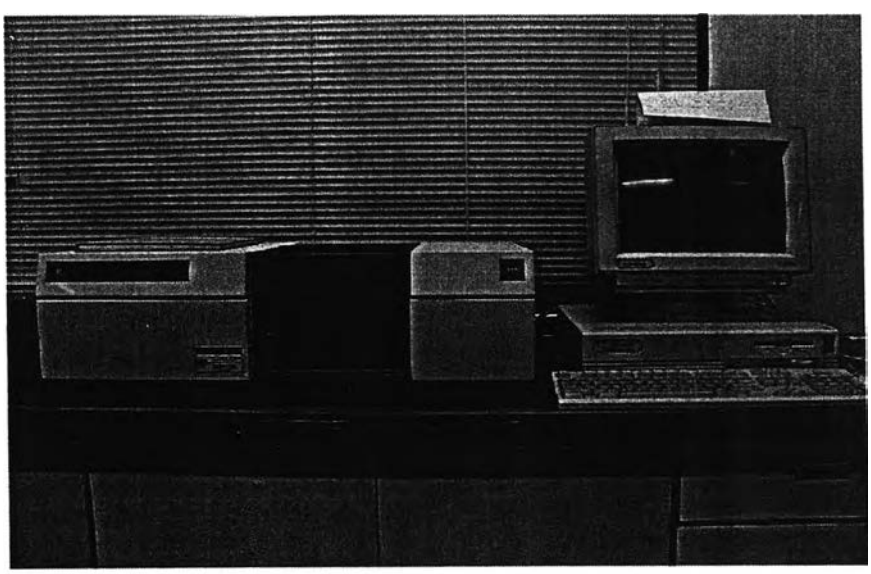
การหาค่าเปอร์เซ็นต์การเกิดกราฟต์โคพอลิเมอร์ ทำโดยนำลาเท็กซ์ของกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่เตรียมได้มาทำให้จับตัวด้วยสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ 10% w/v แล้วนำกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่ได้มารีดเป็นแผ่นบาง และล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง นำไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จนแห้ง ชั่งยางแห้งประมาณ 3 กรัม แล้วนำไปสกัดเอายางที่ไม่เกิดปฏิกิริยาออกด้วยชุดสกัด soxhlet โดยใช้ปิโตรเลียมอีเทอร์เป็นตัวทำละลาย สกัดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปสกัดพอลิสไตรีนที่ไม่กราฟต์กับยางธรรมชาติออกโดยใช้เมทิลเอทิลคีโตนเป็นตัวทำละลายเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำตัวอย่างที่ได้ไปอบที่ 50 องศาเซลเซียส จนแห้ง แล้วชั่งน้ำหนักของกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่ได้หลังสกัด และคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์การกราฟต์

$$\% \text{ การเกิดกราฟต์โคพอลิเมอร์} = \frac{\text{น้ำหนักกราฟต์พอลิสไตรีน} \times 100}{\text{น้ำหนักโฮโมพอลิเมอร์*} + \text{น้ำหนักกราฟต์พอลิสไตรีน}}$$

*หมายเหตุ : น้ำหนักโฮโมพอลิเมอร์ หมายถึง น้ำหนักสไตรีนที่ไม่ทำปฏิกิริยารวมกับน้ำหนักยางที่ไม่ได้กราฟต์

3.7.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่อง FT-IR

นำกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่ได้จากการสกัดมายืดดึงให้เป็นฟิล์มบาง แล้วนำไปวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง FT-IR ดังแสดงในรูปที่ 3.2

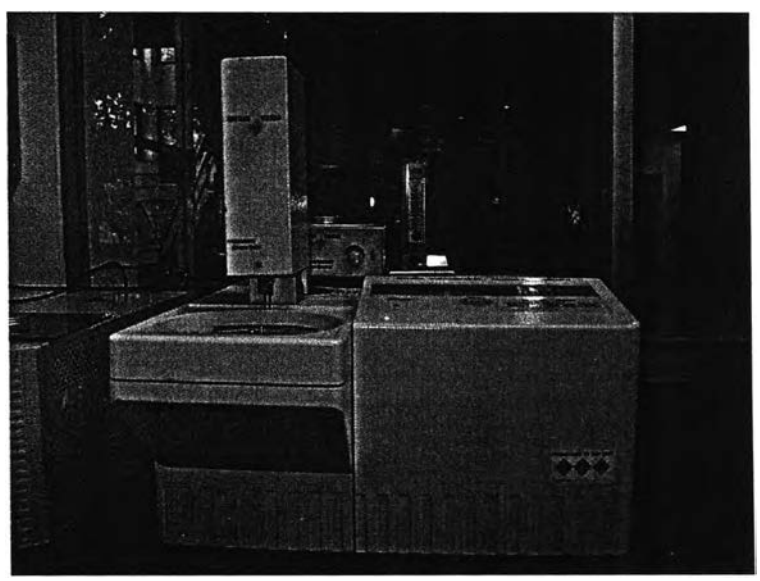


รูปที่ 3.2 เครื่อง FT-IR ของ Nicolet รุ่น Impact 400D

3.8 การทดสอบสมบัติของพอลิเมอร์ผสมและวัสดุเชิงประกอบ

3.8.1 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC

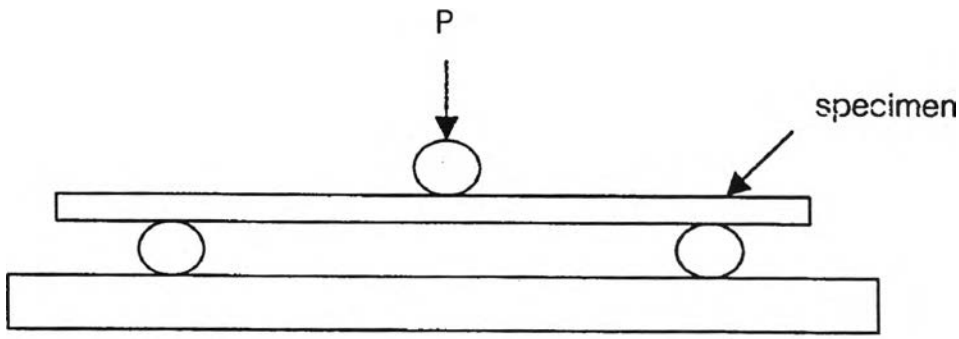
การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC ของ METTLER TOLEDO รุ่น DSC822^{e} Module ดังแสดงในรูปที่ 3.3 เพื่อหาอุณหภูมิกล๊าสแทรนซิชัน (T_g) ของพอลิเมอร์ผสมและวัสดุเชิงประกอบ ซึ่งทำโดยนำพอลิเมอร์ผสมน้ำหนักประมาณ 6-10 มิลลิกรัม บรรจุในถาดอะลูมิเนียม (DSC pan) ชั่งน้ำหนักสารที่แน่นอนแล้วปิดผนึก ซึ่งใช้อากาศเป็นสารอ้างอิง โดยให้ภาวะการทดสอบเริ่มต้นจากอุณหภูมิ -50 ถึง 200 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มความร้อน 10 องศาเซลเซียส/นาที ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



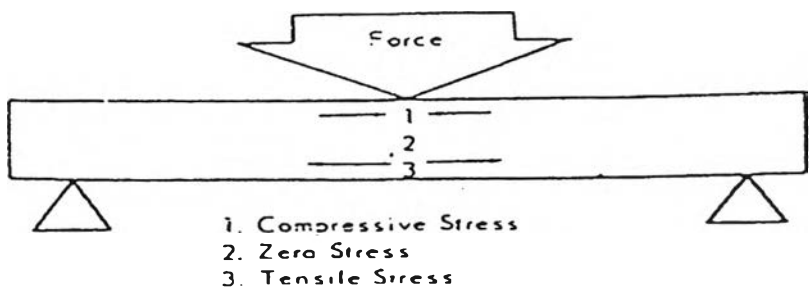
รูปที่ 3.3 เครื่อง DSC ของ METTLER TOLEDO รุ่น DSC822^{e} Module

3.8.2 การทดสอบความต้านแรงดัดโค้ง (Flexural Strength) (ASTM D790M-93)

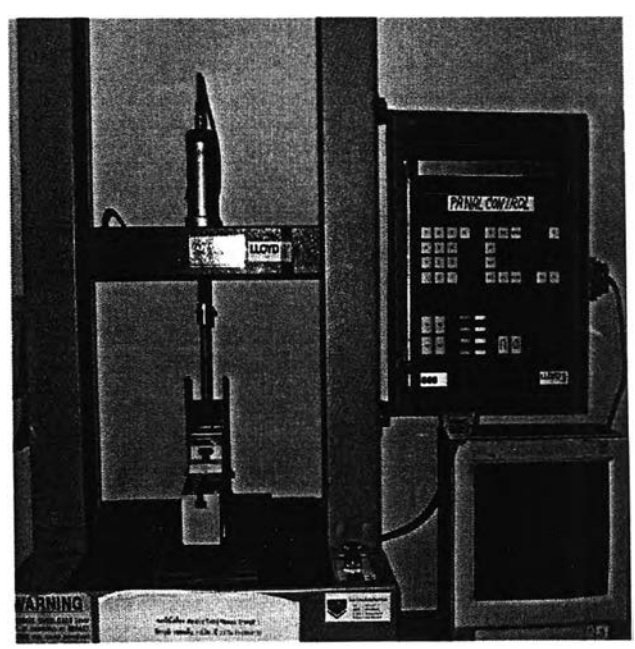
การทดสอบความต้านแรงดัดโค้ง เป็นวิธีวัดความทนแรงกดที่ทำให้ชิ้นงานเกิดการดัดโค้ง โดยใช้การทดสอบแบบ 3 จุด (three point bending) ดังแสดงในรูปที่ 3.4 ซึ่งในการดัดโค้งนั้นชิ้นงานได้รับทั้งความเค้นดึง (tensile stress) และความเค้นกด (compressive stress) ดังแสดงในรูปที่ 3.5 สำหรับงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น 500 ดังแสดงในรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.4 การทดสอบความต้านแรงดัดโค้งแบบ 3 จุด (three point bending)



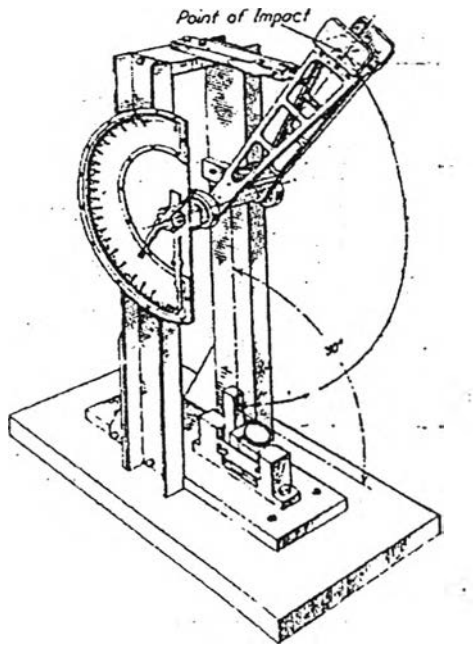
รูปที่ 3.5 ความเค้นในชิ้นงานขณะทดสอบความต้านแรงดัดโค้ง



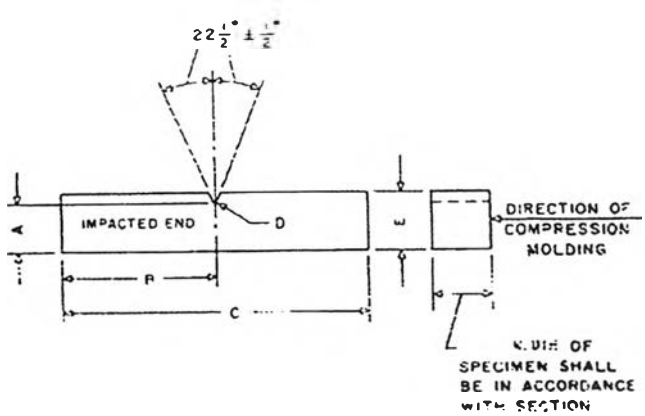
รูปที่ 3.6 เครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น 500

3.8.3 การทดสอบความต้านแรงกระแทก (Impact strength) (ASTM D356-93A)

การทดสอบใช้เครื่องทดสอบแบบ Izod ดังแสดงในรูปที่ 3.7 โดยทำการตีชิ้นงานที่วางในแนวตั้งและหันรอยบากเข้าหาทิศทางของการกระแทก ลักษณะและขนาดชิ้นงานแสดงในรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.7 Izod Type Impact Machine



A 10.16 ± 0.05 mm.

B 32.00 (max) mm.

31.50 (min) mm.

C 63.50 (max) mm.

60.30 (max) mm.

D 45 ± 1°

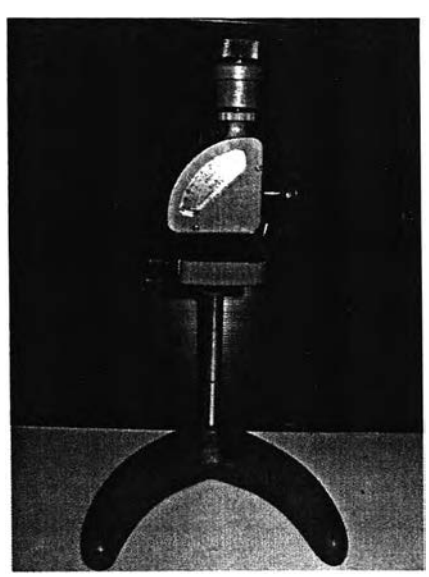
E 12.70 ± 0.15 mm.

รูปที่ 3.8 Dimension of Izod Type Test Specimen

รูปที่ 3.9 เครื่องทดสอบความต้านแรงกระแทก ของ GOTECH รุ่น GT-7045-MDH

3.8.4 การทดสอบความแข็ง (Hardness)

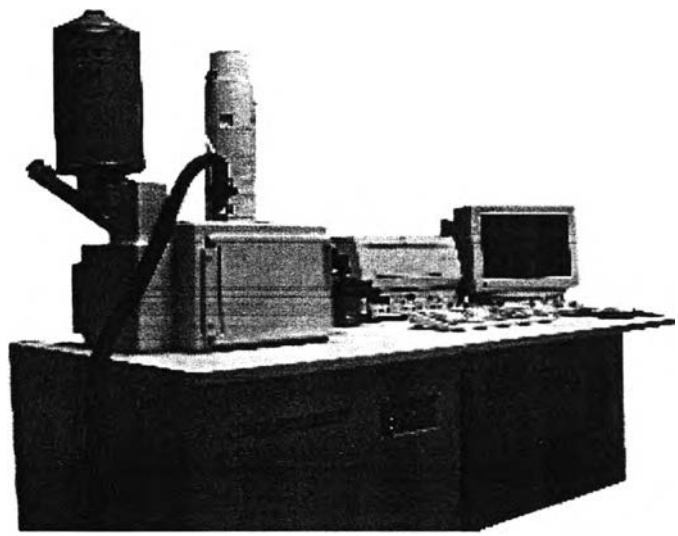
ทำการทดสอบความแข็งของชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D2240 ด้วยเครื่องดูโรมิเตอร์ (Durometer) ชนิด Shore D ดังแสดงในรูปที่ 3.10 โดยวัดความแข็งของแผ่นพลาสติกที่มีความหนามากกว่า 3 มิลลิเมตร ชิ้นทดสอบควรมีพื้นที่มากพอที่จะทำให้หัวกด (indentor) อยู่ห่างจากขอบอย่างน้อย 12 มิลลิเมตร และต้องวัดความแข็งอย่างน้อย 6 ตำแหน่ง โดยแต่ละตำแหน่งควรห่างกันอย่างน้อย 6 มิลลิเมตร แล้วนำค่าที่ได้มาหาค่าเฉลี่ย



รูปที่ 3.10 Durometer ชนิด Shore D

3.8.5 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา

ทำการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของชิ้นงานด้วยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ดังแสดงในรูปที่ 3.11 เพื่อดูการกระจายตัวของยางธรรมชาติกราฟต์พอลิสไตรีน และเถ้าแกลบ ในพอลิเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว โดยนำชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความต้านแรงกระแทกแล้วไปทำการตรวจสอบด้วยเครื่อง SEM ของ JEOL รุ่น JSM-5900LV



รูปที่ 3.11 เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ของ JEOL รุ่น JSM-5900LV

3.8.6 การทดสอบสมบัติการดูดซึมน้ำ (Water absorption) (ASTM D570)

การทดสอบสมบัติการดูดซึมน้ำ (water absorption) ตามมาตรฐาน ASTM D570 ทำโดยนำชิ้นงานจำนวน 3 ชิ้น ไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่งน้ำหนักโดยละเอียด แล้วนำไปแช่น้ำ เมื่อเวลาผ่านไป 24 ชั่วโมง ให้นำชิ้นงานมาชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำมาคำนวณหาเปอร์เซนต์การดูดซึมน้ำ จากสมการ

% การดูดซึมน้ำ = [(น้ำหนักตัวอย่างเปียก-น้ำหนักตัวอย่างเริ่มต้น)/น้ำหนักตัวอย่างเริ่มต้น] x 100

3.8.7 การทดสอบสมบัติการขยายตัวเนื่องจากความร้อน

ทดสอบสมบัติการขยายตัวเนื่องจากความร้อนด้วยเครื่อง Thermomechanical Analysis (TMA) ดังแสดงในรูปที่ 3.12

รูปที่ 3.12 Thermomechnical Analyzer (TMA) ของ The Perkin-Elmer รุ่น TMA 7

3.8.8 การทดสอบความทนทานต่อสภาพดินฟ้าอากาศ

การทดสอบทำโดยนำชิ้นงานไปตั้งไว้กลางแจ้งเป็นเวลานาน 30 วัน แล้วตรวจสอบสมบัติเชิงกลที่เปลี่ยนไป