

การเตรียมและผลด้านแบคทีเรียของวัสดุผสมแบบแกน-เปลือกของอนุภาคยางธรรมชาติเคลือบ
ด้วยซิลิกาและไทเทเนียม

นายอภิสิทธิ์ วิสุทธิรัตนมณี



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)

เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)

are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

สาขาวิชาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2557

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Mr. Apisit Wisutiratanamane



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Chemical Technology

Department of Chemical Technology

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2014

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมและผลต้านแบคทีเรียของวัสดุปลูกผสมแบบ แกน-เปลือกของอนุภาคยางธรรมชาติเคลือบด้วยซิลิกา และไทเทเนียม
โดย	นายอภิสิทธิ์ วิสุทธิรัตนมณี
สาขาวิชา	เคมีเทคนิค
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. คุณากร ภูจินดา
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	รองศาสตราจารย์ ดร. ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัย
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

.....คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร. สุพจน์ หารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. เกียรติ พฤษชาทร)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. คุณากร ภูจินดา)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(รองศาสตราจารย์ ดร. ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ)

.....กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นพิตา ใหญ่ชีระนันท์)

.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ดร. ชاکริต สิริสิงห์)

อภิสิทธิ์ วิสุทธิรัตนมณี : การเตรียมและผลต้านแบคทีเรียของวัสดุลูกผสมแบบแกน-เปลือกของอนุภาคยางธรรมชาติเคลือบด้วยซิลิกาและไทเทเนีย (PREPARATION AND ANTIBACTERIAL EFFECT OF CORE-SHELL HYBRID MATERIAL OF NATURAL RUBBER PARTICLES COATED WITH SILICA AND TITANIA) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์
 หลัก: ผศ. ดร. คุณากร ภูจินดา, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: รศ. ดร. ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ, 86 หน้า.

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมวัสดุลูกผสมของยางธรรมชาติที่เคลือบด้วยซิลิกาและไทเทเนียตามลำดับ เพื่อให้มีสมบัติต้านแบคทีเรีย โดยหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมผงยางจากน้ำยางคอมพาวด์โดยใช้เครื่องพ่นแห้ง เพื่อให้ได้ลักษณะเป็นอนุภาคที่ไม่ติดกันเป็นก้อน และมีร้อยละผลได้ที่สูง โดยใช้การทดลองเชิงแฟกทอเรียล แบบ 2^4 ต่อร้อยละผลได้ยั้ง โดยมีตัวแปรที่ศึกษาประกอบด้วย อัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด 500-700 ลิตร/ชั่วโมง อุณหภูมิลมร้อนขาเข้า 110-150 องศาเซลเซียส ปริมาณสารลดแรงตึงผิวโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) 35-55 phr และ อัตราการไหลของเนื้อยางแห้ง 1.2-1.7 กรัม/นาทิจ โดยการทดลองให้ค่าร้อยละผลได้มากที่สุดคือ 59.72 ต่อมาศึกษาผลของเวลาในการเคลือบซิลิกาด้วยเทคนิคการพอกพูนทางเคมีที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ด้วยการพอกพูนไอเคมีของเทตระเอทอกซีไซเลน (TEOS) โดยใช้เวลา 4-48 ชั่วโมง พบเวลาที่เหมาะสมในการเคลือบซิลิกา คือ 8 ชั่วโมง ซึ่งให้อนุภาคที่ไม่ติดกันเป็นก้อนและให้ปริมาณซิลิกาค่อนข้างสูงโดยประมาณร้อยละ 3.6 หลังจากนั้นได้เคลือบอนุภาคด้วยไทเทเนียโดยการพอกพูนเฟสของเหลวของแอมโมเนียมเฮกซะฟลูออโรไทเทเนต $((\text{NH}_4)_2\text{TiF}_6)$ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยศึกษาผลของเวลาในการพอกพูนระหว่าง 4-9 ชั่วโมง จากภาพ SEM พบว่าการเคลือบเป็นเวลา 6.5 ชั่วโมง ให้อนุภาคที่ไม่ติดกันเป็นก้อน มีองค์ประกอบของไทเทเนียร์้อยละ 0.75 และไม่สูญเสียความยืดหยุ่นเพิ่มเติม ผลการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียตาม ASTM E2149-10 พบว่าอนุภาคลูกผสมที่สัมผัสกับแบคทีเรีย *Escherichia coli* และ *Staphylococcus aureus* ภายใต้แสงจากหลอดฟลูออเรสเซนต์เป็นเวลา 20 นาที สามารถลดจำนวนแบคทีเรียได้ร้อยละ 99.99 แม้ใช้งานซ้ำถึง 3 ครั้ง

ภาควิชา	เคมีเทคนิค	ลายมือชื่อนิสิต
สาขาวิชา	เคมีเทคนิค	ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก
ปีการศึกษา	2557	ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

5472152323 : MAJOR CHEMICAL TECHNOLOGY

KEYWORDS: HYBRID MATERIAL / NATURAL RUBBER / SILICA / TITANIA / ANTIBACTERIA

APISIT WISUTIRATANAMANEE: PREPARATION AND ANTIBACTERIAL EFFECT OF CORE-SHELL HYBRID MATERIAL OF NATURAL RUBBER PARTICLES COATED WITH SILICA AND TITANIA. ADVISOR: ASST. PROF. DR. KUNAKORN POOCHINDA, CO-ADVISOR: ASSOC. PROF. DR. SIRILUX POOMPRADUB, 86 pp.

The hybrid material of natural rubber coated with silica and titania, respectively, was prepared to obtain an antibacterial property. The optimum condition for powdery rubber synthesis by spray-drying of natural rubber (NR) compound latex was investigated in order to produce non-sticky NR particles with a high yield percentage, using 2^4 factorial experimental design. The studied parameters or effects in this study were nozzle flow rate (500-700 L/h), inlet air temperature (100-150 °C), SDS content (35-55 phr) and mass flow rate of dry rubber (1.2-1.7 g/min), giving the maximum yield of 59.72%. Next, the duration time of silica coating, using tetraethoxysilane (TEOS) as the precursor by chemical vapor deposition (CVD) at 60 °C, was varied between 4-48 hours. The deposition time of 8 hours was selected because the particles did not show dense agglomeration and they had a relatively high silica content of 3.6%. Next, the particles were coated with titania using ammonium hexafluorotitanate ($(\text{NH}_4)_2\text{TIF}_6$) by liquid phase deposition (LPD) at 60 °C. The deposition time was varied between 4-9 hours. The deposition time of 6.5 hours yielded particles without dense agglomeration, according to SEM micrographs, and the particles had the titania content of 0.75%. The titania coating did cause a loss in elasticity. In addition, the antibacteria results based on ASTM E2149-10 showed 99.99% reduction of *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus* as the hybrid particles were in contact with the bacteria under the exposure of fluorescent light for 20 minutes, up to 3 repetitions.

Department:	Chemical Technology	Student's Signature
Field of Study:	Chemical Technology	Advisor's Signature
Academic Year:	2014	Co-Advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้ด้วยดีด้วยความช่วยเหลืออย่างดียิ่งจาก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.คุณากร ภูจินดา อาจารย์ที่ปรึกษา และ รองศาสตราจารย์ ดร.ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ที่ได้กรุณาให้ความรู้ แนวคิดและคำแนะนำต่างๆในการทำวิทยานิพนธ์เล่มนี้ และขอขอบพระคุณคณาจารย์ทุกท่านในภาควิชาเคมีเทคนิคที่ให้คำแนะนำและความช่วยเหลือที่ดีตลอดมา

งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดีโดยได้รับการสนับสนุนทุนวิจัยจาก “ทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์สำหรับนิสิต” บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ขอกราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.เก็จวลี พฤกษาทร ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นพิตา ทิณชีระนันท์ และ รองศาสตราจารย์ ดร.ชาคริต สิริสิงห์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่กรุณาให้คำแนะนำในการทำวิทยานิพนธ์ให้มีความสมบูรณ์ซึ่งผู้วิจัยต้องขอขอบพระคุณมา ณ ที่นี้

ขอขอบพระคุณ นักวิทยาศาสตร์และเจ้าหน้าที่ของภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่าน ที่อำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ และให้คำแนะนำในการวิเคราะห์ข้อมูลต่างๆ และ เจ้าหน้าที่สถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร กรุงเทพฯ ที่ช่วยเตรียมน้ำยางคอมปาวด์

ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ญาติพี่น้อง ที่คอยดูแล ช่วยเหลือ เป็นกำลังใจอย่างดี และให้การสนับสนุนจนสำเร็จการศึกษา ขอพระคุณพี่ๆ เพื่อนๆ น้องๆ ชาวเคมีเทคนิคทุกคน ที่ให้กำลังใจช่วยเหลือและให้คำแนะนำด้วยดีเสมอมา

สุดท้ายนี้ขอมอบความดีทั้งหมดที่เกิดจากงานวิจัยนี้ให้แก่ทุกท่านที่กล่าวมาข้างต้นและที่ยังไม่เคยย่นามมา ณ โอกาสนี้ด้วย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญรูปภาพ.....	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและความเป็นมาของการวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 วิธีการดำเนินการวิจัย	2
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 ยางธรรมชาติ	5
2.2 น้ำยางคอมปาวด์.....	7
2.2.1 ขั้นตอนการผลิตน้ำยาง.....	7
2.2.2 สารเคมีที่ใช้ในผลิตภัณฑ์ยาง	10
2.3 การพ่นแห้ง (Spray drying).....	13
2.3.1 กระบวนการพ่นแห้ง.....	13
2.3.2 หัวฉีดแบบต่างๆ	14
2.3.3 การสัมผัสของละอองฝอยกับอากาศ	15
2.4 การออกแบบการทดลองแบบแฟกทอเรียล.....	16

2.5 กระบวนการสังเคราะห์ซิลิกา.....	17
2.5.1 ซิลิกา.....	17
2.5.2 กระบวนการ โซล-เจล สำหรับสังเคราะห์ซิลิกา.....	17
2.6 ชนิดของตัวเร่งเชิงแสง	18
2.6.1 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO ₂).....	20
2.6.2 กระบวนการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (Photocatalytic process) ของไทเทเนียม	21
2.7 โครงสร้างของแบคทีเรีย.....	23
2.7.1 การทดสอบการต้านแบคทีเรีย	26
2.7.2 กลไกการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย	26
2.8 บทความวิจัยที่เกี่ยวข้อง	27
บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย	30
3.1 วิธีการดำเนินการทดลอง	30
3.1.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	30
3.1.2 เครื่องมือสำหรับการพ่นแห้ง และทดสอบสมบัติของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้	30
3.1.3 เครื่องมือผสมและขึ้นรูปยาง.....	31
3.2 สารเคมี.....	31
3.3 การเตรียมอนุภาคยางคอมปาวด์	32
3.4 การหาภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบซิลิกา	34
3.5 การหาภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบไทเทเนียม	35
3.6 การทดสอบสมบัติทางกายภาพของวัสดุผสมที่เตรียมได้	37
3.6.1 การศึกษาสัณฐานวิทยา.....	37
3.6.2 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน	37

3.6.3 การทดสอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier-transform infrared FTIR spectroscopy).....	38
3.6.4 การทดสอบการบวมตัว (Swelling test).....	38
3.6.5 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD.....	39
3.6.6 การสร้างโมเดลเม็ดยางเพื่อพิสูจน์ความเป็นแกนเปลือกของอนุภาคยางที่เคลือบ ซิลิกาตามด้วยไทเทเนียด้วยเทคนิคเดียวกัน	39
3.6.7 ความแข็ง (Hardness).....	39
3.7 การทดสอบการต้านแบคทีเรีย.....	40
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ข้อมูล	41
4.1 ผลการหาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการพ่นแห้งน้ำยางคอมปาวด์สูตรถุงมือแม่บ้าน.....	41
4.2 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานของผงยาง	47
4.3 ผลของเวลาที่ใช้ในการเคลือบซิลิกาด้วยการพอกพูนไอเคมี.....	48
4.4 ผลของเวลาที่ใช้ในการเคลือบไทเทเนียด้วยการพอกพูนเฟสของเหลว.....	50
4.5 สมบัติทางสัณฐานวิทยาทางเคมีของผงยางคอมปาวด์ที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย ..	51
4.5.1 การหาสมบัติทางสัณฐานวิทยาและทางเคมีของยางคอมปาวด์จากเครื่อง SEM-EDX	51
4.5.2 การหาสมบัติการสลายตัวเชิงความร้อน	52
4.5.3 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างของผงยางคอมปาวด์ ผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกา และผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย	55
4.5.4 การเชื่อมขวางของผงยางคอมปาวด์	58
4.5.5 ผลการวิเคราะห์สมบัติเชิงกลของผงยางคอมปาวด์ ผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกา และผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย.....	59
4.6 การทดสอบหาความเป็นแกนเปลือกของผลิตภัณฑ์ยางที่เตรียมได้โดยการเคลือบซิลิกาและ ไทเทเนีย.....	60

4.7 สมบัติการต้านแบคทีเรีย.....	62
4.7.1 การทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียของวัสดุผสมที่เตรียมได้	62
4.7.2 การทดสอบรอบการใช้งานของยางเคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย	63
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และ ข้อเสนอแนะ	65
5.1 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล	65
5.2 ข้อเสนอแนะ	66
รายการอ้างอิง	67
ภาคผนวก.....	71
ภาคผนวก ก ตัวอย่างการคำนวณ.....	72
ภาคผนวก ข ข้อมูลจากการออกแบบการทดลอง.....	74
ภาคผนวก ค การคำนวณหาปริมาณซิลิกาและไทเทเนีย	76
ภาคผนวก ง ตารางโครงสร้างผลึก : X-ray Diffractometer (XRD).....	77
ภาคผนวก จ ข้อมูลผลการทดสอบการต้านแบคทีเรีย	81
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	86

สารบัญตาราง

ตารางที่ 2.1	ตัวอย่างส่วนประกอบของน้ำยางสด	5
ตารางที่ 2.2	การประยุกต์ใช้กระบวนการเร่งเชิงแสง (Photocatalysis).....	19
ตารางที่ 2.3	สมบัติทั่วไปทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของ TiO ₂	21
ตารางที่ 2.4	สรุปส่วนประกอบที่สำคัญของแบคทีเรีย	23
ตารางที่ 2.5	แสดงความแตกต่างระหว่างแบคทีเรียแกรมบวกและแกรมลบ	25
ตารางที่ 3.1	แสดงส่วนประกอบสูตรน้ำยางคอมปาวด์ สูตรถุงมือแม่บ้าน.....	32
ตารางที่ 3.2	ภาวะการทดลองที่ได้จากการออกแบบการทดลองแบบ 2 ⁴ แฟกทอเรียล	33
ตารางที่ 4.1	ภาวะที่ได้จากการทดลองความแปรปรวนแบบ 2 ⁴ แฟกทอเรียล ต่อร้อยละผลได้ของ ผงยางแห้ง	42
ตารางที่ 4.2	ภาวะที่เหมาะสมที่ให้ร้อยละผลได้ของผงยางคอมปาวด์สูงสุด คำนวณจากสมการถดถอยของร้อยละผลได้.....	46
ตารางที่ 4.3	แสดงผลการทดลองขยายขอบของภาวะการทดลองโดย เปลี่ยนค่าของตัวแปร A ให้มีค่าเพิ่มมากขึ้น ส่วนตัวแปรอื่นคงที่ดังนี้ ตัวแปร B มีค่า (-1) 110 °C , ตัวแปร C มีค่า (+1) 35 phr, ตัวแปร D มีค่า (+1) 1.74 กรัม/นาที่.....	46
ตารางที่ 4.4	สรุปภาวะที่เหมาะสมในการพ่นแห้ง	46
ตารางที่ 4.5	แสดงผลเปรียบเทียบปริมาณซิลิกาที่เกิดขึ้น และร้อยละการเปลี่ยนของ TEOS.....	48
ตารางที่ 4.6	อัตราการบวมตัว (Swelling ratio) ของผงยางคอมปาวด์, ผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกา 2-48 ชั่วโมง และผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย 8 ชั่วโมง	59
ตารางที่ 4.7	แสดงค่าความแข็ง (hardness) ของผงยาง ผงยางเคลือบซิลิกา และผงยางเคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย.....	60

สารบัญรูปภาพ

รูปที่ 2.1	สูตรแสดงโครงสร้างยางธรรมชาติ.....	6
รูปที่ 2.2	แผนภาพกระบวนการผลิตน้ำยาง.....	9
รูปที่ 2.3	แสดงกระบวนการพ่นแห้ง.....	15
รูปที่ 2.4	แสดงตัวอย่างปัจจัยในการทดลองแบบ 2 และ 3 ปัจจัย	17
รูปที่ 2.5	ลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคไทเทเนีย การจัดเรียงตัวของโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกันส่งผลให้ไทเทเนียมีเฟสสำคัญ 3 เฟส คือ รูไทล์ อะนาเทส และ บรูไกต์ ซึ่งแต่ละเฟสจะเหมาะสมกับการใช้งานในด้านที่ต่างกัน	20
รูปที่ 2.6	แสดงกลไกปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลซิสบนสารกึ่งตัวนำไทเทเนีย	22
รูปที่ 2.7	แสดงโครงสร้างของแบคทีเรีย	25
รูปที่ 3.1	แผนภาพการหาภาวะที่เหมาะสมในการพ่นแห้ง	34
รูปที่ 3.2	แผนภาพการเคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนียลงบนอนุภาคยาง	36
รูปที่ 4.1	แสดงผลของอันตรกิริยาระหว่างตัวแปรต่างๆต่อร้อยละผลได้ของปัจจัย A อัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด [ลิตร/ชั่วโมง], ปัจจัย B อุณหภูมิลมร้อนขาเข้า [องศาเซลเซียส], ปัจจัย C ปริมาณสารลดแรงตึงผิว SDS [phr] และปัจจัย D อัตราการไหลของเนื้อยางแห้ง [กรัม/นาที] โดยค่าของตัวแปรจะอยู่ในช่วง -1 (ค่าต่ำสุด) ถึง +1 (ค่าสูงสุด).....	43
รูปที่ 4.2	ความสัมพันธ์ระหว่างความน่าจะเป็นของการแจกแจงแบบปกติกับส่วนตกค้าง	44
รูปที่ 4.3	ความสัมพันธ์ระหว่างส่วนตกค้างกับร้อยละผลได้ที่คำนวณได้จากสมการ (4.1).....	45
รูปที่ 4.4	การกระจายตัวของขนาดผงยางที่ได้จากการพ่นแห้ง ที่ภาวะอัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด 700 L/h, อุณหภูมิลมร้อนขาเข้า 110 °C, ปริมาณสารลดแรงตึงผิว SDS 55 phr, อัตราการไหลของเนื้อยางแห้ง 1.74 g/min	47
รูปที่ 4.5	ภาพถ่ายอิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของยางที่ผ่านการพ่นแห้ง, ยางที่ผ่านการพ่นแห้งที่เคลือบด้วยซิลิกาด้วยวิธีการพอกพูนทางเคมีที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลา 4, 6, 8, 24 และ 48 ชั่วโมง	49
รูปที่ 4.6	ภาพถ่ายอิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของยางที่ผ่านการพ่นแห้งที่เคลือบด้วยซิลิกาด้วยวิธีการพอกพูนทางเคมี ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลา 8 ชั่วโมง ตามด้วยการเคลือบ	

ไทเทเนียโดยวิธีพอกพูนเฟสของเหลว ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลา 4, 6.5 และ 9 ชั่วโมง.....	51
รูปที่ 4.7 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงยางคอมปาวด์, ผงยางที่เคลือบด้วยซิลิกาด้วยวิธีการพอกพูนไอเคมี ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และ ผงยางที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย โดยวิธีพอกพูนเฟสของเหลว ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยายขนาด 1,000 และ 4,500 เท่า.....	52
รูปที่ 4.8 ผลการสลายตัวเชิงความร้อน (TGA) เปรียบเทียบของ (ก) ผงยางคอมปาวด์ (ข) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง และ (ค) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาและเคลือบด้วยไทเทเนีย เป็น 6.5 ชั่วโมง	54
รูปที่ 4.9 อัตราการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก (DTG) เปรียบเทียบของ (ก) ผงยางคอมปาวด์ (ข) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง และ (ค) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาและเคลือบด้วยไทเทเนียเป็น 6.5 ชั่วโมง	54
รูปที่ 4.10 ผลการสลายตัวเชิงความร้อน (TGA) และอัตราการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก (DTG) ของสารลดแรงตึงผิว SDS.....	55
รูปที่ 4.11 ผลจากเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) ของ (ก) ผงยาง (ข) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง และ (ค) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนียเป็นเวลา 6.5 ชั่วโมง.....	56
รูปที่ 4.12 ผลจากเทคนิค Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) ของ (ก) ผงยาง (ข) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง และ (ค) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาและเคลือบด้วยไทเทเนียเป็น 6.5 ชั่วโมง	57
รูปที่ 4.13 ผลวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ (ก) ผงยาง (ข) ผงยางที่ผ่านการเคลือบซิลิกา และ (ค) ผงยางที่ผ่านการเคลือบซิลิกาและไทเทเนีย.....	58
รูปที่ 4.14 แสดงแผนที่ธาตุภาคตัดขวางของอนุภาคยางเคลือบซิลิกา 8 ชั่วโมง และไทเทเนีย 6.5 ชั่วโมง.....	61
รูปที่ 4.15 เปรียบเทียบร้อยละการลดลงของเชื้อแบคทีเรียของ (ก) ผงยาง (ข) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกา และ (ค) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย โดยสัมผัสกับเชื้อ E. coli และ S. aureus ภายใต้แสงจากหลอดฟลูออเรสเซนต์ 20 - 60 นาที	63

รูปที่ 4.16 แสดงผลการทดสอบความคงทนในการใช้ซ้ำรอบที่ 1 -5 ของผงยางเคลือบด้วยซิลิกา ตามด้วยไทเทเนีย ต่อร้อยละการลดลงของเชื้อแบคทีเรียโดยสัมผัสกับเชื้อ E. coli และ S. aureus ภายใต้อุณหภูมิของหลอดฟลูออเรสเซนต์ 20 - 60 นาที 64



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและความเป็นมาของการวิจัย

ยางธรรมชาติเป็นสารอินทรีย์ที่มีโครงสร้างหลักคือ ซิส-1,4-พอลิไอโซพรีน (Cis-1,4-polyisoprene) ซึ่งเป็นผลผลิตทางการเกษตรที่สำคัญของประเทศไทย ที่ถูกใช้กันอย่างแพร่หลายในผลิตภัณฑ์ที่ต้องการสภาพยืดหยุ่น (Elasticity) ความต้านแรงดึง (Tensile strength) และความต้านแรงฉีก (Tear resistance) อย่างไรก็ตามในปัจจุบันได้มีการพัฒนาผลิตภัณฑ์จากยางธรรมชาติให้อยู่ในรูปแบบต่างๆ โดยพัฒนาให้มีสมบัติที่ดีเพิ่มเติม เช่น สมบัติต้านแบคทีเรีย

งานวิจัยนี้มุ่งเตรียมอนุภาคนาวยางธรรมชาติให้มีสมบัติต้านแบคทีเรีย และยังคงมีสภาพยืดหยุ่น โดยใช้สารเคมีที่ใช้อยู่ทั่วไปในอุตสาหกรรมยาง ซึ่งจะช่วยเพิ่มมูลค่าของยางธรรมชาติได้ ในการเตรียมผงหรืออนุภาคนาวยางธรรมชาติสามารถทำได้ด้วยการใช้เทคนิคการพ่นแห้งของน้ำยาง ซึ่งเป็นการลดขั้นตอนและสารเคมีในกระบวนการทำแห้ง โดยนิยมใช้ไทเทเนียในปริมาณเพียงเล็กน้อยเป็นสารอนินทรีย์ในการกระตุ้นปฏิกิริยาวัลคาไนเซชัน นอกจากนี้ไทเทเนียยังมีฤทธิ์ต้านแบคทีเรียเชิงแสง เนื่องจากสามารถดูดซับโฟตอนจากแสงอัลตราไวโอเล็ตที่มีพลังงานมากกว่าแถบพลังงาน (Band gap) ของไทเทเนีย ทำให้มีอิเล็กตรอนในแถบการนำ (Conduction band) และมีโฮล (Hole) ในแถบวาเลนซ์ (Valence band) ซึ่งก่อให้เกิดอนุมูลอิสระไฮดรอกซิล (OH^\cdot) ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) และซูเปอร์ออกไซด์แอนไอออน ($\text{O}_2^\cdot^-$) ที่สามารถเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบอินทรีย์ได้ดี

การใช้ไทเทเนียในการเคลือบผิวของอนุภาคนาวยางธรรมชาติแบบแกน-เปลือกจะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีทั้งสภาพยืดหยุ่นของยางธรรมชาติและสมบัติต้านแบคทีเรียของไทเทเนีย แต่การเคลือบไทเทเนียบนผิวยางธรรมชาติโดยตรงนั้นอาจทำให้ยางธรรมชาติซึ่งเป็นสารอินทรีย์แตกสลายได้เช่นกัน เพราะพันธะคู่สามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ง่าย จึงเลือกซิลิกาเป็นชั้นระหว่างกลาง (Intermediate layer) เนื่องจากมีสมบัติต้านออกซิเจนและเป็นสารเฉื่อย อีกทั้งเป็นสารเสริมแรงในยางธรรมชาติ

ในงานวิจัยนี้สนใจการเตรียมผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาติในรูปแบบผง โดยใช้เครื่องพ่นแห้ง และทำการเคลือบผลิตภัณฑ์ผงยาง เนื่องจากวัสดุที่ใช้เป็นแกนกลางในการเคลือบคือยางธรรมชาติ ซึ่งเป็นวัสดุที่ทนความร้อนไม่สูง (ต่ำกว่า 80 องศาเซลเซียส) ผู้วิจัยจึงทำการเคลือบผลิตภัณฑ์ผงยางที่เตรียมได้ด้วยซิลิกา โดยวิธีการพอกพูนไอเคมี ซึ่งเป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับวัสดุที่ทนความร้อนไม่สูง หลังจากนั้นตามด้วยการเคลือบไทเทเนียลงบนผงยางที่ได้ผ่านการเคลือบซิลิกาแล้ว โดยใช้วิธีการพอกพูนเฟส

ของเหลวในการเคลือบไทเทเนีย เนื่องจากวิธีพอกพูนไอเคมีไม่เหมาะสมกับสารละลายที่มีความดันไอต่ำ หลังจากเตรียมผลิตภัณฑ์ ผู้วิจัยจะนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทดสอบการต้านแบคทีเรีย โดยให้แบคทีเรียสัมผัสกับผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้ ภายใต้แสงจากหลอดฟลูออเรสเซนต์เป็นเวลา 20 นาที โดยสามารถนำผลิตภัณฑ์ไปใช้ในการฆ่าเชื้อแบคทีเรียในสถานที่ต่างๆ เช่น สนามเด็กเล่น หรือสนามหญ้าเทียม ภายใต้แสงธรรมชาติ หรือภายในอาคารที่มีหลอดฟลูออเรสเซนต์เป็นแหล่งกำเนิดแสง

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมอนุภาคยางธรรมชาติคอมพาวด์ โดยการพ่นแห้ง และการเคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย
2. เพื่อศึกษาสมบัติทางกายภาพและสมบัติต้านแบคทีเรียของวัสดุลูกผสมแบบแกน-เปลือก (Core-shell) ที่เตรียมได้

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. ผลิตยางแห้งแบบผงจากน้ำยางคอมพาวด์โดยใช้เครื่องพ่นแห้ง ที่มีสมบัติในการต้านแบคทีเรีย โดยศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการพ่นแห้งที่ให้ร้อยละผลได้สูงสุดโดยใช้การออกแบบการทดลองเชิงแฟกทอเรียลแบบ 2^k ของอุณหภูมิลมร้อนขาเข้า อัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด ร้อยละเนื้อยางแห้ง และปริมาณสารลดแรงตึงผิว
2. ศึกษาและหาภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบชั้นซิลิกาและไทเทเนีย เพื่อให้ได้วัสดุลูกผสมแบบแกน-เปลือก
3. ศึกษาผลการต้านแบคทีเรียของวัสดุลูกผสมแบบแกนเปลือกที่เตรียมได้

1.4 วิธีการดำเนินการวิจัย

1. ค้นคว้าทฤษฎีและงานวิจัยต่างๆ ที่เกี่ยวข้อง
2. ศึกษาขั้นตอน วิธีการดำเนินงานวิจัย และเครื่องมือรวมทั้งสารเคมีที่ต้องใช้ในงานวิจัย
3. ตั้งสมมติฐานและกำหนดตัวแปรที่ใช้ในงานวิจัย
4. ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมแกนกลางโดยใช้เครื่องพ่นแห้ง เพื่อให้ได้ผงยางคอมพาวด์ โดยมีร้อยละผลได้สูง และมีความชื้นต่ำ โดยศึกษาผลของตัวแปรด้วยการออกแบบเชิงแฟกทอเรียลแบบ 2^4 ดังนี้

4.1 อัตราการไหลของเนื้อยางแห้ง ในช่วง 1.24-1.74 กรัม/นาที

- 4.2 ปริมาณสารลดแรงตึงผิว ได้แก่ โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (Sodium dodecyl sulfate, SDS) ในช่วง 35-55 phr (parts per hundred of rubber, ส่วนในยางร้อยละ)
 - 4.3 อุณหภูมิลมร้อนเข้า ในช่วง 110-150 องศาเซลเซียส
 - 4.4 อัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด ในช่วง 500-700 ลิตร/ชั่วโมง
5. ศึกษาสมบัติทางสัณฐานวิทยาและทางเคมีของผงยางคอมปาวด์ด้วยเครื่อง SEM-EDX ทดสอบการเชื่อมขวางของผงยางคอมปาวด์ โดยระดับขั้นการบวมตัว (Swelling degree)
6. ศึกษาการห่อหุ้มชั้นซิลิกาบนผิวของอนุภาคยางคอมปาวด์ที่ผ่านการพ่นแห้ง ด้วยการพอกพูนไอเคมี (chemical vapor deposition, CVD) โดยหาภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบชั้นซิลิกา แล้วศึกษาการเคลือบชั้นไทเทเนีย บนผิวอนุภาคยางคอมปาวด์ที่เคลือบด้วยซิลิกาแล้ว ด้วยการพอกพอกพูนเฟสของเหลว (Liquid phase deposition, LPD)
7. วิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของอนุภาคยางคอมปาวด์ ได้แก่ ขนาดของอนุภาคด้วยเครื่อง SEM การเชื่อมขวาง (Swelling degree) หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค (FTIR) หาความหนาของชั้นซิลิกาและชั้นไทเทเนียด้วยการตัดแล้วถ่ายภาพตัดขวางด้วยเครื่อง SEM และความแข็งตามมาตรฐาน ASTM D2240 โดยใช้เครื่อง Durometer (Shore A)
8. ศึกษาสมบัติต้านแบคทีเรีย *S. aureus* และ *E. coli* ของวัสดุผสมแบบแกน-เปลือกที่เตรียมได้ ด้วยวิธีมาตรฐาน ASTM-E2149-10 โดยใช้อนุภาคยางคอมปาวด์ สัมผัสกับสารละลายแบคทีเรีย เป็นเวลา 20, 40 และ 60 นาที ภายใต้แสงจากหลอดฟลูออเรสเซนต์ แล้วนำไปเพาะเชื้อเป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วสังเกตการเปลี่ยนแปลงโดยการนับจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่ยังมีชีวิตอยู่บนอาหารเลี้ยงเชื้อ เพื่อคำนวณร้อยละการลดลงเนื่องจากฤทธิ์ต้านแบคทีเรียของวัสดุผสม และตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงหลังผ่านการทดสอบสมบัติต้านแบคทีเรีย
9. วิเคราะห์ข้อมูล สรุปผล และเขียนวิทยานิพนธ์

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้วัสดุลูกผสมแบบแกนเปลือก (Core-shell) ของยางธรรมชาติเคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย โดยมีความสามารถในการต้านเชื้อแบคทีเรีย และมีความยืดหยุ่น เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาติแนวใหม่ที่สามารถต่อยอดและเพิ่มมูลค่าให้กับน้ำยางธรรมชาติได้



บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ยางธรรมชาติ

ผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาติส่วนมากเป็นยางที่ได้มาจากต้นยางพารา มีชื่อทางวิทยาศาสตร์ (Scientific name) ว่า *Hevea brazilliensis* Muell. Arg. ซึ่งมีต้นกำเนิดจากกลุ่มแม่น้ำอเมซอน ในทวีปอเมริกาใต้ จากนั้นได้มีผู้นำมาปลูกในทวีปเอเชียและแอฟริกา ปัจจุบันยางธรรมชาติเป็นสินค้าส่งออกที่สำคัญของประเทศไทย จากข้อมูลของผลผลิตยางทั้งโลก ในปี 2554 พบว่าประเทศไทยได้ผลิตน้ำยาง 1,604 พันล้านตัน และเป็นประเทศที่ผลิตยางพาราเป็นอันดับหนึ่ง รองลงมาคือประเทศอินโดนีเซีย และมาเลเซีย ตามลำดับ การส่งออกยางธรรมชาติของไทย ส่วนใหญ่ส่งออกในรูปแบบของวัตถุดิบ ได้แก่ ยางแท่ง ยางแผ่นรมควัน น้ำยางข้น และยางชนิดอื่นๆ โดยขาดการเพิ่มมูลค่าให้กับสินค้ายาง จึงต้องพึ่งพิงตลาดต่างประเทศในการส่งออกทำให้ราคาขายไม่มีเสถียรภาพ ดังนั้นเพื่อให้ประเทศไทยคงความเป็นผู้นำ และมีศักยภาพการแข่งขันที่สูงในด้านการผลิตและส่งออก จึงจำเป็นต้องมีการพัฒนาผลิตภัณฑ์ยางพาราในรูปแบบต่างๆ เพื่อเพิ่มมูลค่าของยางให้มากขึ้น [1]

น้ำยางสดที่ได้จากต้นยางพารา มีลักษณะเป็นสีขาวครีมโดยมีอนุภาคแขวนลอยอยู่ในตัวกลางที่เป็นน้ำ อนุภาคมีรูปร่างกลมขนาด 0.05 – 5 ไมครอน มีความหนาแน่น 0.975 – 0.980 กรัมต่อมิลลิลิตร มีความเป็นกรดต่างประมาณ 6.5 – 7 โดยทั่วไปมีเนื้อยางอยู่ระหว่างร้อยละ 25 - 45 แต่โดยเฉลี่ยมีส่วนประกอบ ดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ตัวอย่างส่วนประกอบของน้ำยางสด

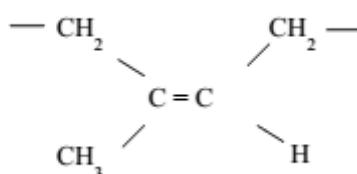
ส่วนประกอบ	เฉลี่ยร้อยละ (โดยน้ำหนัก)
สารที่เป็นของแข็งทั้งหมด	36
- เนื้อยางแห้ง	33
- สารกลุ่มโปรตีนและไขมัน	1 – 1.2
- สารกลุ่มคาร์โบไฮเดรต	1
- เถ้า	1
น้ำ	64

ผิวของอนุภาคยางมีเยื่อหุ้ม (Membrane) ที่ประกอบด้วยโปรตีนและไขมัน โดยแต่ละอนุภาคมีอนุมูลลอบอยู่รอบ ทำให้เกิดแรงผลักระหว่างอนุภาคยาง ซึ่ง มีผลให้น้ำยางคงสภาพเป็นของเหลวได้ ดังนั้น เมื่อมีการทำลายเยื่อหุ้มของอนุภาค หรือมีการสะเทินอนุมูลลอบ จะทำให้อนุภาคยางที่แขวนลอยอยู่ในตัวกลางเกิดการรวมตัวและจับตัวกันเป็นก้อน [2]

น้ำยางสดโดยทั่วไปเมื่อทิ้งไว้จะเกิดการจับตัวเป็นก้อน เนื่องจากจุลินทรีย์ในอากาศสามารถปะปนกับน้ำยาง และสารกลุ่มน้ำยางที่เป็นอาหารของจุลินทรีย์ ทำให้เกิดปฏิกิริยาสะเทินกับอนุมูลลอบรอบๆ ผิวยาง ทำให้ยางมีสภาพเป็นกรด และเสียเสถียรภาพจึงจับตัวกันเป็นก้อน ดังนั้นจึงต้องมีการรักษาสภาพน้ำยางโดยการเติมสารเคมี ตามสูตรต่างๆ เช่น

- การผลิตยางแผ่น สามารถเลือกใช้สารละลายแอมโมเนียได้ไม่เกินร้อยละ 0.05 ของน้ำหนักยาง หรือสารละลายซัลไฟต์ ร้อยละ 0.02 – 0.05 ของน้ำหนักยาง
- การผลิตยางแท่ง ใช้สารละลายแอมโมเนียได้ไม่เกินร้อยละ 0.05 ของน้ำหนักยาง ร่วมกับสารละลายกรดบอริก ร้อยละ 0.02-0.2 ของน้ำหนักยาง
- การผลิตน้ำยางข้น ใช้สารละลายแอมโมเนียร้อยละ 0.3 – 0.4 ของน้ำหนักน้ำยางร่วมกับ TMTD/ZnO ร้อยละ 0.025 ของน้ำหนักน้ำยาง

ยางธรรมชาติเป็นสารประกอบในกลุ่มพอลิเมอร์ที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่ ประกอบด้วยหน่วยย่อยชนิดเดียว โครงสร้างทางเคมีของหน่วยย่อยของยางธรรมชาติประกอบด้วยคาร์บอน 5 โมเลกุล และไฮโดรเจน 8 โมเลกุล (C_5H_8) มีชื่อทางเคมีว่า ไอโซพรีน (Isoprene) หน่วยย่อยเกิดจากการเชื่อมโยงโมเลกุล จะจัดเรียงกันในแบบ Cis-1, 4 Configuration ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 สูตรแสดงโครงสร้างยางธรรมชาติ

ยางธรรมชาติจึงมีชื่อทางเคมีคือ Polyisoprene มีน้ำหนักโมเลกุลตั้งแต่ประมาณหนึ่งแสนถึงหนึ่งล้าน amu มีสมบัติเด่นคือ มีความยืดหยุ่น จึงมีชื่อเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า Elastomers แต่มีข้อเสียคือมีการเปลี่ยนแปลงลักษณะตามอุณหภูมิ กล่าวคือโมเลกุลขยายตัวเมื่ออุณหภูมิสูง ทำใหยางนิ่มลง และโมเลกุลหดตัวเมื่ออุณหภูมิต่ำ ทำใหยางมีความแข็งเพิ่มมากขึ้น การเปลี่ยนแปลงลักษณะตาม

อูณหภูมิดังกล่าว ทำให้ความสามารถในการใช้งานมีข้อจำกัด ดังนั้นจึงควรมีการศึกษาค้นคว้าอย่างต่อเนื่องในส่วนที่เกี่ยวกับสารเคมีที่ช่วยปรับปรุงคุณภาพยางให้เหมาะสมกับการใช้งานได้มากขึ้น อาทิ การเพิ่มความยืดหยุ่นมากกว่าเดิม การผลิตยางที่ไม่เปลี่ยนแปลงรูปร่างตามอุณหภูมิ หรือเพิ่มสมบัติต้านแบคทีเรีย

2.2 น้้ายางคอมปาวด์

น้้ายางชั้นที่มีผลิตจำหน่ายโดยทั่วไป อาจแบ่งได้เป็น 2 ประเภท คือน้้ายางธรรมชาติที่ไม่ผ่านการปรับสภาพสารเคมี และน้้ายางชั้นที่ผ่านกระบวนการทรีตด้วยสารเคมี หรือผ่านการฉายรังสีทำให้โมเลกุลยางเปลี่ยนแปลง เรียกว่าน้้ายางคงรูป หรือน้้ายางพรีวัลคาไนซ์ (Vulcanized or Prevulcanized latex) [3]

กลุ่มผลิตภัณฑ์จากน้้ายางชั้นที่สำคัญ คือถุงมือยาง แบ่งตามประเภทการใช้งานออกเป็น 4 ประเภทดังนี้

1. ถุงมือที่ใช้ทางการแพทย์ (Medical glove) ซึ่งแบ่งออกเป็น
 - ถุงมือผ่าตัด (Surgical glove)
 - ถุงมือใช้งานตรวจโรคทั่วไป (Examination glove)
2. ถุงมือที่ใช้ในครัวเรือน (Household glove)
3. ถุงมือที่ใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม (Industrial glove)
4. ถุงมือที่ใช้ในโรงงานอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ (Finger cots)

2.2.1 ขั้นตอนการผลิตน้้ายาง

การผลิตน้้ายางชั้น มี 4 วิธี ได้แก่ ระเหยน้ำ ทำให้เกิดคริม บั่น และแยกด้วยไฟฟ้า การผลิตน้้ายางชั้นในไทยส่วนใหญ่ใช้วิธีการบั่นแยกด้วยเครื่องบั่นความเร็วสูง โดยนำน้้ายางสดที่เติมสารรักษาสภาพจำพวกแอมโมเนีย (NH_3) หรือ ซิงก์ออกไซด์ (ZnO) มาบั่นแยกเป็น 2 ส่วน คือส่วนที่เป็นน้้ายางชั้นที่มีความเข้มข้นของเนื้อยางประมาณร้อยละ 60 และส่วนที่เป็นหางน้้ายาง สำหรับส่วนที่เป็นน้้ายางชั้นนั้น เมื่อเติมสารละลายแอมโมเนียความเข้มข้นร้อยละ 0.7 จะได้น้้ายางชนิด HA (High ammonia) หรือเมื่อเติมสารละลายแอมโมเนียความเข้มข้นร้อยละ 0.2 และสารช่วยรักษาสภาพน้้ายางอื่นๆ จะได้น้้ายางชนิด LA (Low ammonia) ส่วนหางของน้้ายางเมื่อนำมาไล่แอมโมเนียออก ปรับสภาพด้วยกรดซัลฟิวริก แล้วนำไปผ่านกระบวนการรีดหรือตัดย่อย จะได้เป็นยางสปีมเครพหรือสปีมบล็อกออกมา ซึ่งกำลังการผลิตน้ำ

ยางชั้นมีแนวโน้มสูงขึ้นทุกปี เนื่องจากปริมาณน้ำยางสดที่กรีตได้มีปริมาณสูง จึงไม่ขาดแคลน วัตถุดิบในการผลิตน้ำยางชั้น สำหรับน้ำยางชั้นที่ได้นี้ส่วนหนึ่งนำมาผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ชั้นปลาย เช่น ถุงมืออนามัย ลูกโป่ง ที่นอนฟองน้ำ และอุปกรณ์ทางการแพทย์ เป็นต้น อีกทั้งยังส่งออกไปยังประเทศต่างๆ กระบวนการผลิตน้ำยางสามารถแบ่งออกเป็น 8 ขั้นตอน ดังแสดงในรูปที่ 2.2 โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้ [4]

1. การชั่งน้ำยาง

เพื่อหาน้ำหนักสุทธิก่อนที่จะเข้าสู่ขั้นตอนต่อไป

2. การตรวจสอบวัตถุดิบ

เจ้าหน้าที่จะทำการเก็บตัวอย่างน้ำยางสด เพื่อหาปริมาณร้อยละเนื้อยางแห้ง หรือ % DRC ทดสอบค่า VFA (Volatile fatty acid) หรือกรดไขมันระเหย ทดสอบหาร้อยละแอมโมเนีย (%NH₃) และร้อยละของแข็งทั้งหมด หรือ % TSC ก่อนปล่อยลงสู่บ่อพัก

3. การรับน้ำยางสดลงบ่อ

มีวัตถุประสงค์เพื่อเก็บรวบรวมน้ำยางในบ่อ โดยน้ำยางสดจะถูกถ่ายผ่านตะแกรงกรองลงสู่รางรับน้ำยางสด เพื่อลำเลียงลงบ่อพักน้ำยางสด

4. การตรวจสอบน้ำยางสดก่อนผสมสารเคมี

การผสมสารเคมีเป็นขั้นตอนที่สำคัญขั้นตอนหนึ่งเพื่อให้ทราบสถานะและคุณสมบัติของน้ำยางก่อนเติมสารเคมี เช่น ตรวจสอบ %DRC, %NH₃ และ %TSC

5. การผสมสารเคมี

การผสมสารเคมี จะมีวัตถุประสงค์เพื่อปรับปรุงสมบัติของน้ำยางให้เป็นไปตามสูตรที่ต้องการ

6. การปั่นแยก

การปั่นแยก อาศัยหลักการที่ว่า น้ำยางธรรมชาติเป็นสารละลายที่จัดอยู่ในระบบคอลลอยด์ (Colloid) ที่ประกอบด้วยอนุภาคยางแขวนลอยกระจัดกระจายอยู่ในเซรัม อนุภาคเหล่านี้มีการเคลื่อนไหวแบบบราวเนียน (Brownian movement) เนื่องจากอนุภาคนั้นจะมีความหนาแน่นน้อยกว่าเซรัม ดังนั้น อนุภาคนั้นจึงลอยตัวสู่ผิวหน้าของน้ำยาง การเคลื่อนตัว

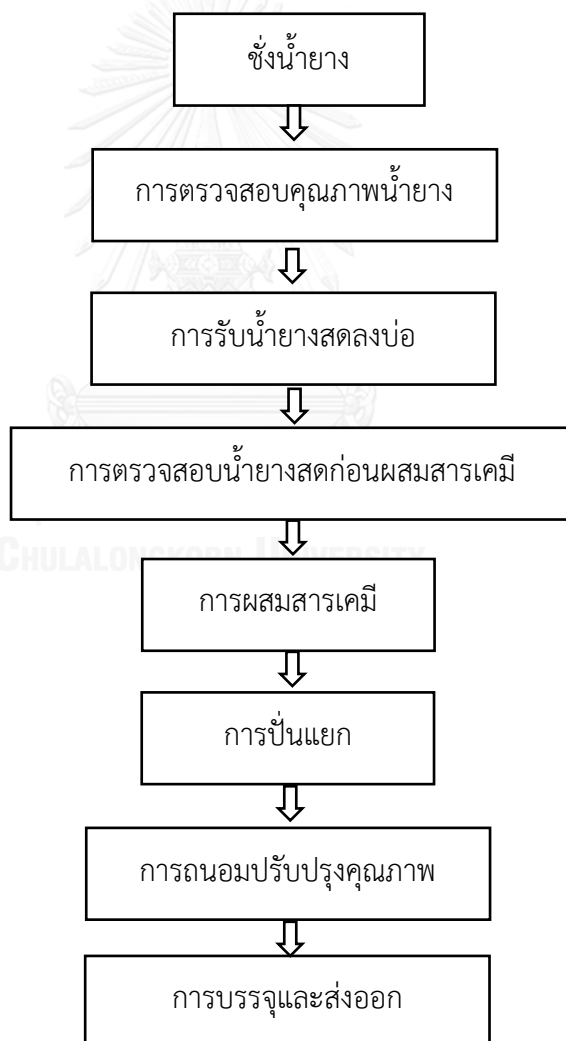
ของน้ำยางขึ้นอยู่กับแรงดึงดูดของโลก ซึ่งถ้าหากสามารถเพิ่มแรงดึงดูดได้ก็จะช่วยเพิ่มความเร็วในการเคลื่อนที่ของอนุภาคน้ำยางได้

7. การถนอมปรับปรุงคุณภาพ

น้ำยางชั้นที่ผ่านการปั่นแล้วจะถูกเก็บไว้ในถัง เพื่อรอการปรับปรุงคุณภาพให้ได้ตามสูตรหรือคุณลักษณะตามที่ถูกค้าต้องการ โดยจะมีการสุ่มตัวอย่างแล้วนำมาทดสอบ

8. การบรรจุและส่งออก

น้ำยางที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพและเป็นไปตามลักษณะที่ถูกค้าต้องการแล้ว จะบรรจุตามภาชนะที่ผู้ซื้อต้องการ



รูปที่ 2.2 แผนภาพกระบวนการผลิตน้ำยาง

2.2.2 สารเคมีที่ใช้ในผลิตภัณฑ์ยาง

ในปัจจุบันผลิตภัณฑ์ที่ได้จากน้ำยาง (น้ำยางธรรมชาติ หรือน้ำยางสังเคราะห์) มีมากมายหลายชนิดเช่น กุ้งมือยาง กุ้งยางอนามัย ลูกโป่ง เบาะรองนั่ง ที่นอน สิ่งทอ ท่อ กระจาด กาว เบาะรองนั่ง และอื่นๆ ซึ่งน้ำยางที่จัดจำหน่ายทางการค้า นั้น ต้องมีสมบัติเป็นไปตามต้องการขึ้นอยู่กับผลิตภัณฑ์ที่จะนำไปแปรรูป เช่นทนต่อความร้อน มีความแข็งแรงเหมาะสม มีความยืดหยุ่นสูง หรือ ทนทานต่อการเสื่อมสภาพ น้ำยางเหล่านี้จะถูกปรับปรุงคุณภาพ โดยนำมาผสมกับสารเคมีอื่น เพื่อปรับปรุงสมบัติและเพิ่มเสถียรภาพให้กับน้ำยาง กระบวนการนี้เรียกว่า กระบวนการคอมปาวด์น้ำยาง โดยทั่วไปสารเคมีที่ใช้ผสมมีหลายประเภท ดังนี้ [5]

2.2.2.1 สารที่ทำให้ยางคงรูป หรือสารวัลคาไนซ์ (Curing agent หรือ vulcanizing agent)

เป็นสารที่ก่อให้เกิดการเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลของยาง (crosslink) ตรงตำแหน่งที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา เพื่อการปรับปรุงสมบัติของผลิตภัณฑ์ของยางให้ดีขึ้น ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นคือการคงรูป หรือการวัลคาไนซ์ ซึ่งสมบัติของยางมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้

1. เพิ่มความแข็งแรง เพิ่มโมดูลัส และเพิ่มความต้านทานการสึกหรอ
2. เปลี่ยนสภาพของยาง จากที่สามารถละลายได้ในสารละลาย เป็นยางที่ไม่สามารถละลายในสารละลาย และไม่พองตัว
3. เป็นการเปลี่ยนยางจากสภาพเทอร์โมพลาสติก (Thermoplastic) เป็นเทอร์โมเซตติงพลาสติก (Thermosetting plastic)

สารที่ทำให้ยางคงรูป หรือสารวัลคาไนซ์ แบ่งออกเป็น 3 พวก คือ

1. กำมะถัน (Sulfur, S) และธาตุที่คล้ายกำมะถัน
2. สารที่ให้กำมะถัน (Sulfur donor)
3. สารอื่นๆ ที่ไม่ใช่กำมะถัน

2.2.2.2 สารตัวเร่งปฏิกิริยา (Accelerators)

ในการวัลคาไนซ์ยางธรรมชาติ ถ้าใช้สารทำให้ยางคงรูปเพียงอย่างเดียว เช่นกำมะถัน จะทำให้เกิดการวัลคาไนซ์ช้ามาก จึงต้องใช้กำมะถันปริมาณมาก และการวัลคาไนซ์ใช้เวลานานที่อุณหภูมิสูง แต่ถ้าใช้สารเร่ง จะช่วยลดเวลา ลดอุณหภูมิในการวัลคาไนซ์ และยังเป็นการช่วย

ปรับปรุงสมบัติให้กับผลิตภัณฑ์อีกด้วย ในการลดเวลาวัลคาไนซ์เช่นนั้น โดยปกติจะขึ้นอยู่กับปริมาณหรือชนิดของสารที่ใช้เร่งปฏิกิริยา การใช้สารเร่งสามารถแบ่งได้เป็น 3 ระบบ คือ

1. ระบบการใช้สารเร่งเพียงชนิดเดียว (Primary accelerator) ให้พอเพียงที่จะวัลคาไนซ์ตามเวลาที่ต้องการ
2. ระบบใช้สารเร่งตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไป ซึ่งประกอบด้วยชนิดหนึ่งใช้ในปริมาณมากเป็น Primary accelerator และอีกชนิดหนึ่งใช้ในปริมาณน้อยเป็น Secondary accelerator (10 – 20 % ของปริมาณสารเร่งทั้งหมด) เพื่อช่วยเสริมและปรับปรุงสมบัติของผลิตภัณฑ์ การใช้ระบบวัลคาไนซ์ที่มีสารเร่งตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไป จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพดีกว่าการใช้ระบบสารใดสารหนึ่งเพียงชนิดเดียว
3. ระบบการใช้สารเร่งที่มีปฏิกิริยาช้า (Delay action accelerator) สารประเภทนี้จะไม่เกิดปฏิกิริยาก่อนกระบวนการวัลคาไนซ์ ซึ่งเป็นการป้องกันปัญหาการเกิดวาคาไนซ์ก่อนเวลาที่เหมาะสม

ประเภทของสารเร่ง

สารเร่งมีหลายชนิด จึงต้องมีการจัดเป็นหมวดหมู่ โดยพิจารณาตามลักษณะโครงสร้างทางเคมีของสารเร่งนั้นๆ ซึ่งแบ่งได้เป็น 7 ประเภทคือ

1. กลุ่มกัวนิติน (Guanidine) ส่วนใหญ่ของสารเร่งกลุ่มนี้มีฤทธิ์เป็นต่าง ได้แก่
 - 1.1 DPG (Diphenyl guanidine)
 - 1.2 DOTG (Di-o-tolyl guanidine)
 - 1.3 O-tolyl biguanide หรือ x-o-tolyl diguanidine
2. กลุ่มอัลดีไฮด์อะมีน (Aldehyde amine) ส่วนใหญ่มีฤทธิ์เป็นต่าง ได้แก่
 - 2.1 BA (Butyraldehyde aniline)
 - 2.2 HMT (Hexamethylene tetramine)
3. กลุ่มซัลฟีนามิด (Sulphenamide) ส่วนใหญ่มีฤทธิ์เป็นกรด ได้แก่
 - 3.1 CBS (N-cyclohexyl-2-benzthiazyl sulphenamide)
 - 3.2 TBBS (N-tert-butyl-2-benzthiazyl sulphenamide)
4. กลุ่มไธอาโซล (Thiazole) เป็นสารเร่งที่นิยมใช้มากที่สุด และส่วนใหญ่มีฤทธิ์เป็นกรด ได้แก่
 - 4.1 MBT (2-mercaptobenzthiazole)

- 4.2 MBTS (2,2' dibenzthiazyl disulphide)
- 4.3 ZMBT (Zinc-2-mercaptobenzthiazole)
- 5. กลุ่มไธยูเรม (Thiuram) ส่วนใหญ่มีฤทธิ์เป็นกรด ได้แก่
 - 5.1 TMTM (Tetramethyl thiuram monosulphide)
 - 5.2 TMT หรือ TMTD (Tetramethyl thiuram disulphide)
 - 5.3 TET หรือ TETD (Tetraethyl thiuram disulphide)
- 6. กลุ่มไดไธโอคาร์บาเมต (Dithiocarbamate) ส่วนใหญ่ของสารเร่งในกลุ่มนี้มีฤทธิ์เป็นกรดเป็นสารเร่งที่มีปฏิกิริยาเร็ว ได้แก่
 - 6.1 แอมโมเนียมไดไธโอคาร์บาเมต (Ammonium dithiocarbamate)
 - 6.2 โซเดียมไดไธโอคาร์บาเมต (Sodium dithiocarbamate)
 - 6.3 ซิงก์ไดไธโอคาร์บาเมต (Zinc dithiocarbamate)
- 7. กลุ่มแซนเทท (Xanthate) เป็นสารเร่งที่ช่วยให้เกิดปฏิกิริยาเร็วมาก

2.2.2.3 สารกระตุ้น (Activator)

เป็นสารที่ช่วยเร่งอัตราการวัลคาไนซ์อย่างรวดเร็วขึ้น โดยการทำให้สารเร่งมีความว่องไวต่อปฏิกิริยา ทำให้อัตราการวัลคาไนซ์อย่างรวดเร็วขึ้น นอกจากนี้ยังปรับปรุงสมบัติของผลิตภัณฑ์ให้ดียิ่งขึ้น ทำให้ยางมีโมดูลัสสูงชัน สามารถแบ่งออกเป็นสองประเภทคือ พวกอนินทรีย์ และ พวกอินทรีย์

2.2.2.4 สารตัวเติม (Filler)

หมายถึง สารอื่นๆ ที่ไม่ใช่ยางที่ใส่ลงไปนยาง เพื่อลดต้นทุนในการผลิตหรือเพื่อปรับปรุงสมบัติของยางให้ดีขึ้น เช่น พวกเขม่าดำ แคลเซียมคาร์บอเนต และซิลิกา เป็นต้น

2.2.2.5 สารช่วยการแปรรูปยาง หรือสารพลาสติกไซเซอร์ (Plasticiser)

สารที่ใส่เข้าไปนยาง เพื่อเพิ่มความยืดหยุ่นและเพิ่มความสามารถในการใช้งาน ซึ่งพลาสติกไซเซอร์จะทำให้ความแข็งของยางลดลงช่วยให้แปรรูปได้ง่ายขึ้น

2.2.2.6 สารป้องกันการเสื่อมสภาพ (Protective agent)

การใช้งานผลิตภัณฑ์ที่ทำจากยาง เมื่อเวลาผ่านไปอาจเกิดการเสื่อมสภาพขึ้นเรื่อยๆ การเสื่อมสภาพของยางนี้เรียกว่า Degradation มีสาเหตุมาจากโมเลกุลยางถูกทำให้เปลี่ยนแปลงโดยออกซิเจนและโอโซน และยางแต่ละชนิดจะมีขีดจำกัดในการทนต่อการเสื่อมสภาพ ยางที่มีโครงสร้างโมเลกุลไม่อิมมิตัว จะอ่อนแอและง่ายต่อการเสื่อมสภาพ การเสื่อมสภาพของยางจะเกิดช้ามากถ้าไม่มีตัวเร่ง แต่ในธรรมชาติมีตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่ เช่น แสง ความร้อน ความไม่บริสุทธิ์ของโลหะ ทำให้ยางเสื่อมสภาพเร็วขึ้น นอกจากนี้การอบยาง (Ageing) ทำให้ผิวหน้าของผลิตภัณฑ์จะเกิดการเปลี่ยนแปลง หรืออาจจะเกิดการเปลี่ยนแปลงในทุกระดับของผลิตภัณฑ์ เช่น เกิดรอยแตกที่ผิว ผิวแข็ง และสูญเสียความแข็งแรง จึงต้องมีการเติมสารป้องกันยางเสื่อมสภาพ โดยแบ่งออกเป็นสองกลุ่มคือ สารแอนติออกซิแดนท์ (Antioxidant) และ สารแอนตีโอโซนแนนท์ (Antiozonant)

2.2.2.7 สารพิเศษอื่นๆ (Miscellaneous ingredient) ได้แก่ สารที่ทำให้เกิดสี (Coloring material) สารทำให้เกิดฟอง (Blowing agent) สารหน่วง (Retarder) เป็นต้น

2.3 การพ่นแห้ง (Spray drying)

2.3.1 กระบวนการพ่นแห้ง

เครื่องพ่นแห้ง (Spray dryer) [6, 7] หรือ เครื่องทำให้แห้งแบบพ่นกระจาย มีการพัฒนาตั้งแต่ต้นปี ค.ศ. 1990 กระบวนการพ่นแห้งในยุคแรกนั้นมีไว้สำหรับ ลดน้ำหนักของอาหารหรือวัสดุ เพื่อความสะดวกในการขนส่ง โดยมีหลักการเบื้องต้นคือ ทำให้สารในรูปแบบของเหลว กระจายเป็นอนุภาค และให้สัมผัสกับความร้อนที่ไม่สูงมาก เพื่อระเหยน้ำออก จนสารนั้นแห้งและกลายเป็นผง กระบวนการพ่นแห้งเป็นกระบวนการที่ต่อเนื่อง โดยสารที่ป้อนเข้าไป สามารถอยู่ในรูปของสารละลาย สารแขวนลอย หรืออิมัลชัน ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีลักษณะเป็นผง เม็ดเล็กๆ หรือจะติดกันเป็นก้อน ขึ้นอยู่กับ สมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของสารที่นำมาใช้ การออกแบบเครื่องพ่นเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นผงตามที่ต้องการมีขั้นตอนที่สำคัญ 5 ขั้นตอนดังนี้

1. ความเข้มข้น (Concentration) สารที่จะถูกนำมาป้อนในกระบวนการพ่นแห้งต้องมีความเข้มข้นที่เหมาะสม ถ้ามีความเข้มข้นน้อยเกินไปจะเป็นการสิ้นเปลืองพลังงานที่ใช้

ในการระเหยน้ำ แต่ถ้าสารป้อนมีความเข้มข้นมากเกินไปก็จะทำให้เกิดการอุดตันที่หัวฉีดได้

2. การทำให้เป็นละออง (Atomization) เป็นขั้นตอนการทำให้สารป้อนกระจายเป็นละอองของเหลว เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสกับอากาศร้อนที่เหมาะสม ทำให้เกิดการระเหยแห้งได้ และได้ผลิตภัณฑ์ตามที่ต้องการ
3. การสัมผัสกับอากาศ (Droplet-air contact) ในส่วนห้องอบแห้ง (Drying chamber) ละอองของเหลวจะสัมผัสกับอากาศร้อน ทำให้เกิดการระเหยของน้ำ โดยระยะเวลาที่ละอองของเหลวสัมผัสกับอากาศจะใช้เวลาเพียง 1-2 วินาที โดยขึ้นอยู่กับชนิดของการออกแบบเครื่องพ่นแห้ง
4. การอบแห้งของสาร (Droplet drying) ในขั้นตอนนี้ความชื้นของสารจะถูกระเหยออกไปตรงบริเวณผิวของสาร และความชื้นจะค่อยๆ น้อยลงจนคงที่ เกิดการแห้งที่ผิวเปลือกของผงของสาร (Shell) อันเนื่องมาจากอัตราการแพร่ของความชื้นจากสารไปยังที่เปลือกของสารค่อยๆ ลดลงขึ้นอยู่กับความหนาของสาร
5. การแยก (Separation) การแยกสารสามารถใช้ไซโคลน (Cyclone) ถุงกรอง (Bag filters) หรือเครื่องดักฝุ่นแบบไฟฟ้าสถิต (Electrostatic precipitator, ESP) โดยการแยกถือเป็นขั้นตอนสุดท้ายในการแยกผลิตภัณฑ์ที่ต้องการออกจากอากาศที่มีความชื้น

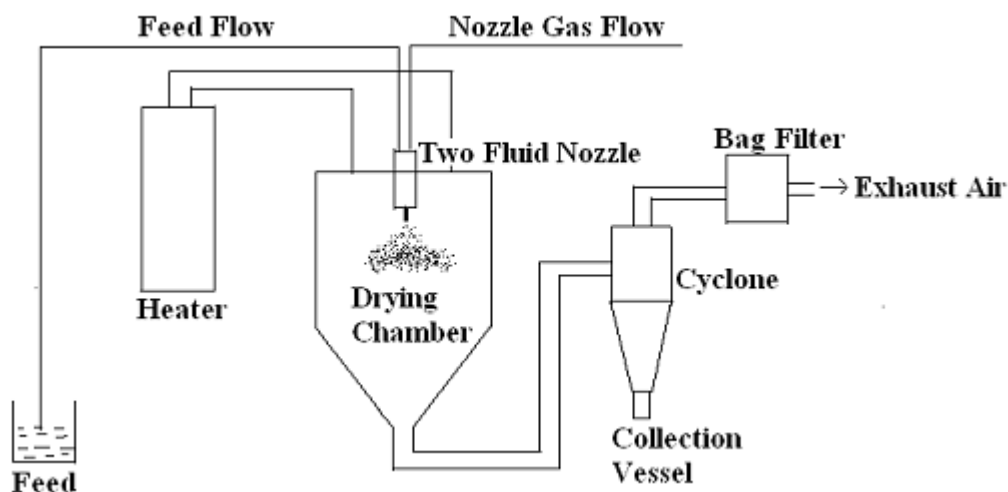
2.3.2 หัวฉีดแบบต่างๆ

ส่วนที่สำคัญของเครื่องพ่นแห้ง คือหัวฉีด (Atomizer) ถึงแม้ว่าจะเป็นชิ้นส่วนที่เล็กแต่มีความสำคัญสูง หัวฉีดทำหน้าที่ทำให้สารป้อนกระจายเป็นละอองของเหลว หัวฉีดที่ดีต้องทำให้สารกระจายเป็นละอองได้ดี สม่ำเสมอ ช่วยในการทำให้แห้งภายใต้อากาศร้อน ละอองของเหลวที่ผ่านหัวฉีด จะต้องมีความเหมาะสม ไม่ใหญ่เกินไป เพราะจะทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความชื้นสูง และไม่เล็กเกินไป เพราะทำให้เกิดความยากลำบากในการแยกผลิตภัณฑ์ออกมา หรือทำให้เกิดการไหม้เสื่อมสภาพของสารเนื่องจากความร้อนที่มากเกินไป หัวฉีดจะต้องทำจากวัสดุที่ดีที่สามารถควบคุมอัตราการไหลของสารป้อนได้ หัวฉีดที่นิยมใช้มีอยู่ 5 แบบคือ

- 1) หัวฉีดอากาศหนึ่งหรือสองทาง (Air atomization or two fluid nozzles)
- 2) หัวฉีดแบบไม่ใช้อากาศ (Airless atomization nozzles)
- 3) หัวฉีดแบบความดัน (Pressure nozzles)
- 4) หัวฉีดแบบหมุนหรือแบบจาน (Rotary or disk nozzles)
- 5) หัวฉีดแบบคลื่นเหนือเสียง (Ultrasonic nozzles)

2.3.3 การสัมผัสของละอองฝอยกับอากาศ

1. การไหลของอากาศแบบทางเดียวกัน (Co-current flow) เป็นกระบวนการไหลแบบทางเดียวกันของละอองสารของเหลวกับอากาศร้อนมีทิศทางเดียวกัน โดยการไหลแบบนี้จะใช้ในเครื่องพ่นแห้งส่วนใหญ่
2. การไหลแบบสวนทาง (Counter – current) เป็นการออกแบบให้ละอองสารของเหลวกับอากาศร้อนไหลในทิศตรงข้ามกัน โดยละอองสารจะมาจากด้านบน และอากาศร้อนจะเข้าเครื่องพ่นแห้งมาในทิศด้านล่าง การไหลแบบนี้จะเหมาะกับสารที่มีเสถียรภาพทางความร้อนสูงเท่านั้น
3. การไหลแบบผสม (Mixed flow) เป็นกระบวนการไหลแบบสองทางคือ อากาศสัมผัสกับละอองของเหลวทั้งทิศเดียวกัน และทิศตรงข้ามกัน โดยอากาศร้อนจะเข้าเครื่องพ่นแห้งทางด้านบน และ ละอองของเหลวจะถูกป้อนทางด้านล่าง



รูปที่ 2.3 แสดงกระบวนการพ่นแห้ง

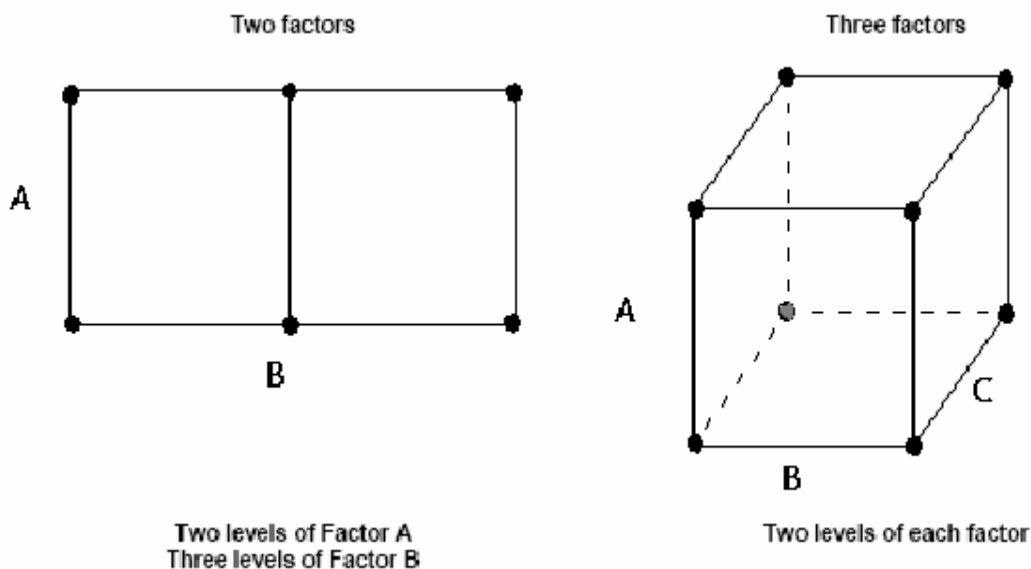
2.4 การออกแบบการทดลองแบบแฟกทอเรียล

การออกแบบการทดลองแบบแฟกทอเรียล (Factorial design) เป็นการวางแผนการทดลองที่ใช้เพื่อศึกษาผลกระทบต่างๆของปัจจัยตั้งแต่สองปัจจัยขึ้นไปที่มีต่อผลิตภัณฑ์หรือกระบวนการผลิต ซึ่งเป็นวิธีการทดลองที่มีประสิทธิภาพสูง เพราะการทดลองแต่ละครั้งมีความสมบูรณ์ในตัวเอง โดยการทดลองเกิดจากการรวมตัวกันของปัจจัยทั้งหมดที่เป็นไปได้ในการทดลองนั้นๆ ผลกระทบที่เกิดขึ้นแบ่งเป็น 2 ประเภท ดังนี้ [8, 9]

1. ผลกระทบหลัก (Main effect) หมายถึง การเปลี่ยนแปลงของผลผลิตที่เกิดจากการเปลี่ยนระดับของปัจจัยจากระดับต่ำไปสูง
2. ผลกระทบอันตรกิริยา (Interaction effect) หมายถึง การเปลี่ยนแปลงของผลลัพธ์ที่เกิดขึ้นจากการเปลี่ยนระดับของปัจจัยหนึ่งจากระดับต่ำไปทีระดับสูง นอกจากนี้ยังขึ้นอยู่กับระดับของอีกปัจจัยหนึ่งหรือปัจจัยอื่นๆ ด้วย

การทดลองแฟกทอเรียล แบ่งออกได้เป็น 2 กรณีหลักๆ คือการทดลองแฟกทอเรียลเต็มรูปแบบ (Full factorial experiment) และการทดลองแฟกทอเรียลบางส่วน (Fractional factorial experiment) เนื่องจากจำนวนการทดลอง (Runs: N) แปรผันตามผลคูณของจำนวนระดับปัจจัยทุกปัจจัย หรือเท่ากับผลคูณของระดับปัจจัยคูณกับจำนวนครั้งที่ทำซ้ำ ($N = \text{จำนวนวิธีปฏิบัติทั้งหมดที่เป็นไปได้}$) คูณจำนวนครั้งที่ทำการทดลองซ้ำ) เช่น ถ้าทำการศึกษา 10 ปัจจัย แต่ละปัจจัยที่ 2 ระดับ จำนวนการทดลอง (ไม่ทำการทดลองซ้ำ) = $2^{10} = 1,024$ การทดลอง โดยทั่วไปจึงนิยมปัจจัยเพียงที่ระดับ 2 และ 3 ระดับเท่านั้น และเรียกแผนการทดสอบว่า 2^k และ 3^k การทดลองแฟกทอเรียลเต็มรูปแบบการทดลอง 2^{k-p} และ 3^{k-p} การทดลองแฟกทอเรียลบางส่วนตามลำดับ

การออกแบบการทดลองแบบแฟกทอเรียลเต็มรูปแบบ (Full factorial experiment) จะมีการวัดค่าตอบสนอง (Response) ในทุกๆ เงื่อนไข ทุกภาวะของปัจจัยที่มีในการทดลอง และชุดข้อมูลทั้งหมดในทุกการทดลอง เช่น ตัวแบบของการทดลองแบบ 2 และ 3 ปัจจัย เมื่อกำหนดให้จุดแต่ละจุดแสดงถึงเงื่อนไขการทดลอง (Combination) แต่ละปัจจัยในการทดลอง ตัวอย่างเช่น ในตัวแบบ 2 ปัจจัย (Two-factor design) จุดที่มุมล่างซ้าย แสดงการทดลองที่มีค่าระดับปัจจัย A เป็นค่าต่ำ (Low) และค่าระดับปัจจัย B เป็นค่าต่ำเช่นกัน แสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 แสดงตัวอย่างปัจจัยในการทดลองแบบ 2 และ 3 ปัจจัย

การออกแบบการทดลองแบบ Two-level full factorial นั้น ในทุกๆการทดลองจะมีระดับปัจจัยเพียง 2 ระดับเท่านั้น (สูงกับต่ำ) ถึงแม้ว่าตัวแบบ Two-level full factorial จะไม่สามารถทำการทดลองที่มีขอบเขต (range) กว้างมากได้ แต่ก็สามารถให้ข้อมูลที่มีประโยชน์ได้ เนื่องจาก Two-level full factorial สามารถแสดงค่าแนวโน้มได้ จึงสามารถนำมาใช้เป็นแนวทางในการสร้างการทดลองต่อไป

2.5 กระบวนการสังเคราะห์ซิลิกา

2.5.1 ซิลิกา

ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) เป็นสารตัวเติมเสริมแรงที่สำคัญในอุตสาหกรรมยาง ช่วยเพิ่มสมบัติของยางในด้านต่างๆให้ดีขึ้น เช่น ค่าความแข็งแรง (Hardness), โมดูลัส (Modulus), ความทนต่อแรงดึง (Tensile strength), ความทนต่อแรงฉีกขาด (Tear strength) และความต้านทานต่อการขัดถู (Abrasion resistance) เป็นต้น

2.5.2 กระบวนการ โซล-เจล สำหรับสังเคราะห์ซิลิกา

กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel process) เป็นกระบวนการหนึ่งที่ใช้สังเคราะห์วัสดุนาโน เช่นการสังเคราะห์ซิลิกา ในกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่าโซล (Sol) ส่วนมากจะอยู่ในสถานะของสารแขวนลอยที่มีขนาด $10^{-4} - 10^{-7}$ เซนติเมตร ไปเป็นของแข็งที่เรียกว่าเจล (Gel) ทำได้โดยการนำสารละลายต่างๆมาทำปฏิกิริยากัน ทำให้เกิดสารประกอบที่

เกิดขึ้นเรียกว่าโซล และเมื่อโซลรวมตัวกันเป็นร่างแหอย่างไม่เป็นระเบียบจะทำให้เกิดเป็นเจล ในกระบวนการผลิตทั้งโซลและเจล เมื่อเข้าสู่กระบวนการทำให้แห้ง หรือเผาที่อุณหภูมิต่ำ จะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ต่างๆ เช่น เส้นใย อนุภาคผง แอโรเจล ซีโรเจล และฟิล์มเคลือบ สำหรับใช้เป็นวัตถุดิบสำหรับในอุตสาหกรรมอื่นๆต่อไป ในกระบวนการโซล-เจล ประกอบด้วย 3 ปฏิกิริยาที่สำคัญ คือ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis), การควบแน่นเป็นน้ำ (Water condensation) และกระบวนการควบแน่นเป็นแอลกอฮอล์ (Alcohol condensation) โดยปฏิกิริยาการเกิดซิลิกาจะแสดงในสมการต่อไปนี้ [10, 11]

1. ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis)



2. ปฏิกิริยาควบแน่น (Condensation)



3. ปฏิกิริยาทั้งหมด (Overall reaction)



ปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ pH อัตราส่วนของน้ำและโลหะ ตัวเร่งปฏิกิริยา และอุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ในสภาพต่างกันจึงทำให้เกิดเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีโครงสร้างต่างกัน ในกระบวนการสังเคราะห์ซิลิกาสามารถใช้สารตั้งต้นได้หลายชนิด โดยสารที่นิยมใช้กันคือ เทตระเอทอกซีไซเลน (TEOS) [12]

2.6 ชนิดของตัวเร่งเชิงแสง

เมื่อพิจารณาจากสถานะของตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) สามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภท ดังนี้[13]

1. ตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงแบบเอกพันธ์ (Homogeneous photocatalyst) คือตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีสถานะเดียวกับสารตั้งต้น โดยทั่วไปเป็นของเหลว เช่น การย่อยสลาย 2,4 Dinitroluene โดยใช้ UV/ H₂O₂
2. ตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงแบบพหุพันธ์ (Heterogeneous photocatalyst) คือตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีสถานะต่างจากสารตั้งต้น เช่น การย่อยสลาย 2-Chloropheno; โดยใช้ UV/TiO₂

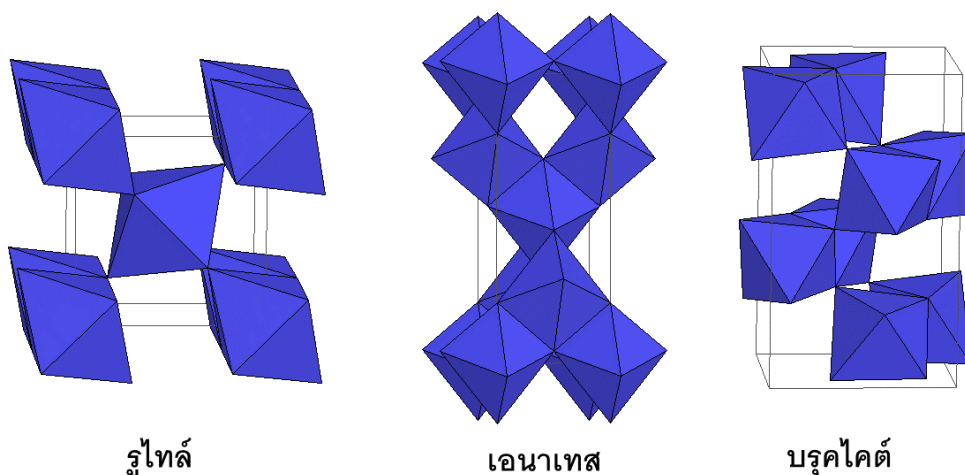
จากตัวอย่างข้างต้นจะเห็นว่ามีการใช้ไทเทเนียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งไทเทเนียมเป็นสารกึ่งตัวนำ ที่ได้รับความนิยม เนื่องจากมีราคาไม่แพง ไม่เป็นพิษ ความสามารถในการละลายต่ำ เสถียรภาพสูง และได้มีการประยุกต์ใช้กระบวนการเร่งเชิงแสงในสถานที่ต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 การประยุกต์ใช้กระบวนการเร่งเชิงแสง (Photocatalysis)

การใช้งานในสถานที่ต่างๆ	การประยุกต์ใช้ [14-16]
ที่อยู่อาศัย	<ul style="list-style-type: none"> - กำจัดสารที่มีกลิ่นเหม็นและมีพิษ เช่น ฟอรั่มัลดีไฮด์ สารประกอบอินทรีย์ที่ระเหยได้ (Volatile organic compounds; VOC) - กำจัดกลิ่นขยะ กลิ่นในตู้เย็น หรือตู้เก็บรองเท้า - กำจัดเชื้อราภายในห้อง
สถานที่ทำงาน	<ul style="list-style-type: none"> - กำจัดกลิ่นในสถานที่สูบบุหรี่และป้องกันคราบสกปรกจากนิโคติน - กำจัดกลิ่นในห้องน้ำ
โรงพยาบาล	<ul style="list-style-type: none"> - กำจัดกลิ่นและเชื้อโรคภายในห้อง - กำจัดเชื้อแบคทีเรียและไวรัส - กำจัดเชื้อโรคต่างๆ ในห้องผ่าตัดหรือห้องปลอดเชื้อ
สถานที่สาธารณะ และสภาพแวดล้อม	<ul style="list-style-type: none"> - กำจัดแก๊สพิษต่างๆ ในบรรยากาศ ได้แก่ ไนโตรเจนออกไซด์ (NO_x) คาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) และสารประกอบพวกไฮโดรคาร์บอน เป็นต้น - ป้องกันคราบสกปรกหรือเชื้อราที่เกาะตามราวจับ อุโมงค์ผนังเก็บเสียงตามทางด่วน ป้ายประกาศ โคมไฟ และสัญญาณไปตามท้องถนนรวมทั้งผนังภายนอกและภายในอาคาร
อื่นๆ	<ul style="list-style-type: none"> - รักษาความสดของผักผลไม้และเนื้อสัตว์ - รักษาคุณภาพน้ำในอ่างอาบน้ำหรือสระว่ายน้ำ โดยสารโฟโตแคตตาไลสต์จะช่วยกำจัดพวกเชื้อโรค และตะไคร่น้ำ - กำจัดกลิ่นของสัตว์เลี้ยงและป้องกันการติดเชื้อในสัตว์

2.6.1 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂)

ไทเทเนียมไดออกไซด์หรือไทเทเนีย ในธรรมชาติมีลักษณะเป็นผลึกในรูปแบบอะนาเทส (Anatase) รูไทล์ (Rutile) และบรูคไคต์ (Brookite) [13] ดังแสดงในรูปที่ 2.5 เนื่องจากการจัดเรียงตัวของออกไซด์โครงสร้างที่ต่างกันจึงส่งผลให้แต่ละเฟสมีสมบัติบางประการต่างกัน ส่วนผงไทเทเนียที่นิยมใช้ในการค้าคือ Degussa P25 (ประกอบด้วยอะนาเทส 70% และ รูไทล์ 30%) มีสีขาวสว่าง ทึบแสง และเป็นที่ใช้กันมานานแล้ว เพราะไทเทเนียมีจุดเด่นด้านเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง และสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ ส่วนสมบัติทางกายภาพและเชิงกลของไทเทเนีย (TiO₂) ดังแสดงในตารางที่ 2.3 อย่างไรก็ตามปัจจุบันมีการใช้ไทเทเนียในหลายรูปแบบขึ้นอยู่กับการใช้งาน เช่น การใช้แบบเป็นฟิล์มบาง สำหรับงานทางด้านโฟโตแคตตาไลซิส มีการใช้ผลึกรูไทล์แบบเดี่ยว และใช้ไทเทเนียเป็นอิเล็กโทรไลต์ออกซิเดชัน (Electrolytic oxidation) งานส่วนมากใช้ TiO₂ ที่มีลักษณะเป็นผง หรือสารแขวนลอย ที่ผ่านการเพิ่มประสิทธิภาพในการทำงาน ด้วยกระบวนการแคลไซน์ (Calcine) ทำให้มีสมบัติดูดซับแสงได้ดีขึ้น และเนื่องจากผง TiO₂ ที่ได้มีขนาดเล็กทำ จึงมีการวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการตรึง TiO₂ บนพื้นผิวรองรับที่เหมาะสม [10]



รูปที่ 2.5 ลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคไทเทเนีย การจัดเรียงตัวของโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกันส่งผลให้ไทเทเนียมีเฟสสำคัญ 3 เฟส คือ รูไทล์ อะนาเทส และ บรูคไคต์ ซึ่งแต่ละเฟสจะเหมาะสมกับการใช้งานในด้านที่ต่างกัน

ตารางที่ 2.3 สมบัติทั่วไปทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของ TiO_2

คุณสมบัติ	รายละเอียด [17]
สถานะภาพ, สี	ของแข็ง, สีขาว
ความพรุน	0%
Modulus of Rupture	140 MPa
กำลังแรงกด	680 MPa
Poisson's Ratio	0.27
Fracture Toughness	3.2 Mpa.m ^{-1/2}
Shear Modulus	90 GPa
Modulus of Elasticity	230 GPa
Microhardness (HV0.5)	880
ค่าความต้านทาน (Resistivity, 25°C)	10 ¹² ohm.cm
ค่าความต้านทาน (Resistivity, 700°C)	2.5x10 ⁴ ohm.cm
Dielectric Constant (1 MHz)	85
Dissipation factor (1MHz)	5x10 ⁻⁴
Dielectric strength	4 kVmm ⁻¹
Thermal expansion (RT-1000°C)	9x10 ⁻⁶
Thermal expansion (RT-25°C)	11.7 WmK ⁻¹
ด้านความปลอดภัย	
กิน (Ingestion)	อันตรายจากการรับประทานโดยอุบัติเหตุ
สูดดม (Inhalation)	ทำให้คัน อันตรายในระยะยาว
ผิวหนัง (Skin)	อันตรายต่ำ
นัยน์ตา (Eyes)	อันตรายต่ำ

2.6.2 กระบวนการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (Photocatalytic process) ของไทเทเนีย

เมื่อไทเทเนียถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตที่มีพลังงานมากกว่าแถบพลังงาน (3.2 eV) ซึ่งมีความยาวคลื่น 380 นาโนเมตร ส่งผลให้อิเล็กตรอน (e⁻) ในแถบวาเลนซ์ (Valence band) ของโมเลกุลเคลื่อนที่ไปยังแถบการนำ (Conduction band) ด้วยแสงดังแสดงในรูปที่ 2.6 เมื่ออิเล็กตรอนเคลื่อนย้ายจากแถบวาเลนซ์ไปยังแถบตัวนำ ทำให้เกิดช่องว่างอิเล็กตรอน

หรือโฮล (Hole, h^+) ในแถบวาเลนซ์ซึ่งจะทำปฏิกิริยากับน้ำและหมู่ไฮดรอกซิล (OH^-) เกิดเป็นไฮดรอกซิลแรดิคัล (Hydroxyl radical: OH^\bullet) ซึ่งเป็นตัวออกซิไดซ์ที่สามารถทำให้โมเลกุลของสารอินทรีย์แตกสลายได้โดยหลังเกิดปฏิกิริยาจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ ส่วนอิเล็กตรอนจะทำปฏิกิริยากับออกซิเจนที่ละลายอยู่เกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์แอนไอออน (O_2^-) และสามารถทำปฏิกิริยากับคาร์บอนในสารอินทรีย์กลายเป็นคาร์บอนไดออกไซด์ซึ่งสามารถระเหยและสลายไปในอากาศ จากปฏิกิริยาออกซิเดชันที่เกิดขึ้นสามารถย่อยสลายเชื้อไวรัส เชื้อรา และแบคทีเรียได้ ดังนั้นจึงมีการประยุกต์ใช้อนุภาคไทเทเนียมอย่างแพร่หลายในกระบวนการบำบัดน้ำเสีย และกลไกการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย กลไกการเร่งปฏิกิริยา

สมการการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงเป็นดังนี้

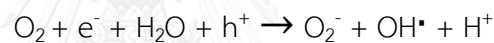
ปฏิกิริยารีดักชัน



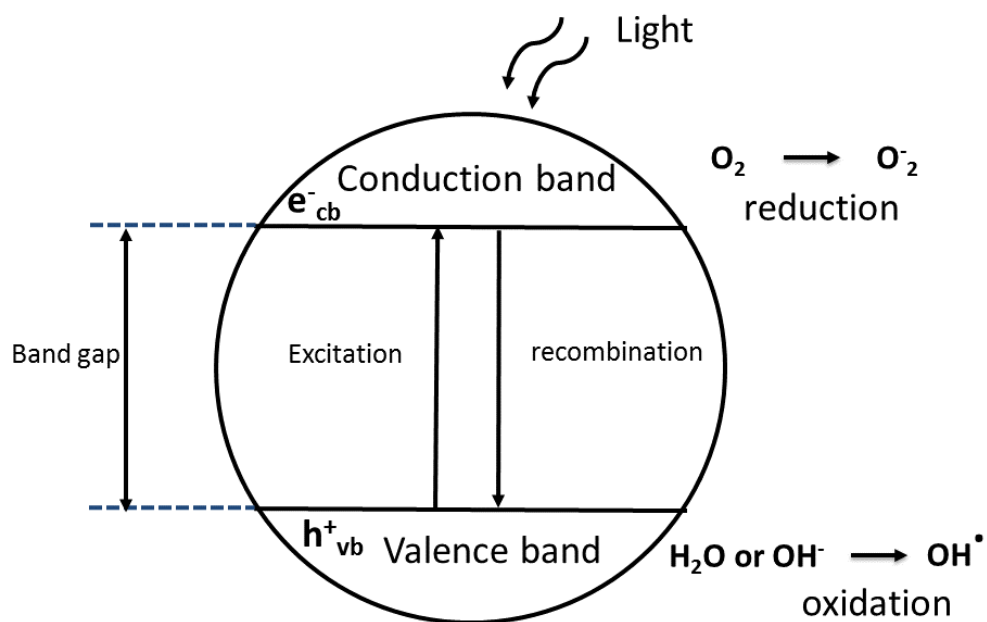
ปฏิกิริยาออกซิเดชัน



ปฏิกิริยารีดอกซ์



ไทเทเนียมในรูปอะนาเทสและรูไทล์มักใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการเร่งเชิงแสง เนื่องจากมีค่าแถบพลังงานที่สูง คือ 3.2 eV และ 3.0 eV [18]



รูปที่ 2.6 แสดงกลไกปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลซิสบนสารกึ่งตัวนำไทเทเนียม

2.7 โครงสร้างของแบคทีเรีย

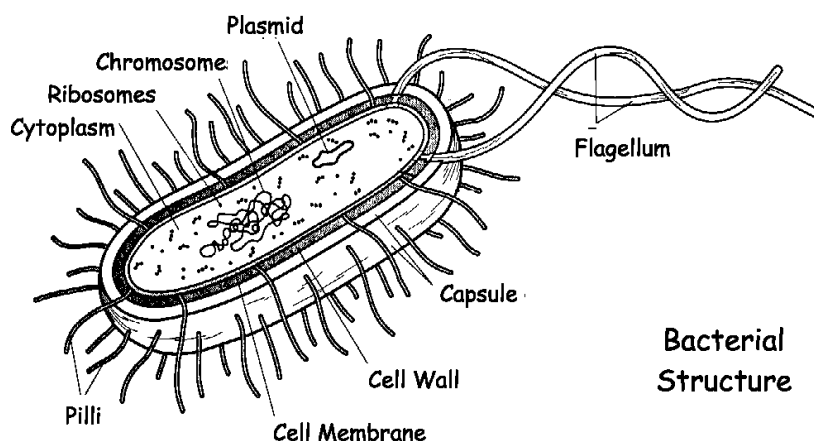
โครงสร้างของแบคทีเรียเป็น Prokaryotes ซึ่งเป็นเซลล์ที่มีโครงสร้างไม่ซับซ้อน ยกเว้นผนังเซลล์ซึ่งมีโครงสร้างที่ซับซ้อนกว่า Eukaryotes โครงสร้างและหน้าที่แบคทีเรียแบ่งออกได้เป็นหลายส่วน ดังรูปที่ 2.7 ประกอบด้วยโครงสร้างภายนอกได้แก่ Capsule, Cell wall, เยื่อหุ้มเซลล์ (cytoplasmic membrane), Flagella, Pili และโครงสร้างภายในได้แก่ Cytoplasm และ Ribosome แบคทีเรียเกือบทุกชนิดเมื่อเจริญเติบโตในธรรมชาติ จะมีโครงสร้างชั้นนอกสุดของเซลล์ที่มีลักษณะเป็นวุ้นมีรูปร่างไม่แน่นอน และไม่ติดสีแกรม รายละเอียดโครงสร้างและสมบัติอื่นๆ ของแบคทีเรีย [19] แสดงดังตารางที่ 2.4 – 2.5

ตารางที่ 2.4 สรุปส่วนประกอบที่สำคัญของแบคทีเรีย

ส่วนประกอบของเซลล์แบคทีเรีย	โครงสร้าง [20]
Flagella	ลักษณะคล้ายขนเส้นยาวๆ มีจุดตั้งต้นอยู่ภายในเซลล์ ใต้เซลล์เมมเบรนลงไป โดยทั่วไปมีความยาวกว่าขนาดของเซลล์หลายเท่าตัว หรือความยาวเฉลี่ย 10 nm เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 10 -20 nm มีโปรตีนเป็นส่วนประกอบ มีหน้าที่ช่วยในการเคลื่อนที่ของเซลล์แบคทีเรีย
Pilli	พบมากในแบคทีเรียแกรมลบ เช่น <i>E. coli</i> มีลักษณะเป็นขนเส้นเล็กและสั้นกว่า Flagella ตรงแกนกลางกลวง มีจุดกำเนิดอยู่ที่ cell membrane และมีอยู่รอบเซลล์ จำนวน 250 – 300 เส้น ประกอบด้วยโปรตีน มีหน้าที่ยึดเกาะกับวัตถุหรือเซลล์ของเนื้อเยื่อต่างๆ
Capsule	แบคทีเรียบางชนิดมีเมือกชั้นๆ ล้อมรอบผนังเซลล์เรียก slime layer ถ้าหนาเรียกว่า capsule แบคทีเรียจะสร้าง capsule ได้ต่างกัน ขึ้นอยู่กับอาหารที่เพาะเลี้ยงและสิ่งแวดล้อม เช่น ถ้าในอาหารเพาะเลี้ยงมีน้ำตาลมาก จะมี capsule ที่หนา องค์กรประกอบของ capsule ส่วนมาก เป็นสารประกอบจำพวก polysaccharides เช่น dextrin, levan, cellulose เป็นต้น ทำหน้าที่ป้องกันเซลล์จากอันตรายต่างๆ สำหรับแบคทีเรียที่ทำให้เกิดโรค ทำหน้าที่ป้องกัน phagocytosis หรือการถูกจับกิน

ตารางที่ 2.4 (ต่อ) สรุปส่วนประกอบที่สำคัญของแบคทีเรีย

ส่วนประกอบของเซลล์แบคทีเรีย	โครงสร้าง [20]
Cell Wall	เป็นผนังล้อมรอบเซลล์ของแบคทีเรีย ทำให้แบคทีเรียคงรูปร่างที่แน่นอน และทนต่อภาวะบางอย่าง เช่น osmotic pressure, ความร้อน ความหนาของผนังเซลล์ เฉลี่ย 10 – 25 nm และมีน้ำหนักร้อยละ 10 – 40% ของน้ำหนักเซลล์ที่แห้ง นอกจากนี้ ยังมีส่วนช่วยในการแบ่งเซลล์
Cytoplasmic membrane (protoplasmic membrane หรือ cell membrane)	อยู่ถัดเข้ามาจากผนังเซลล์ ห่อหุ้ม cytoplasm ไว้ทั้งหมด เป็นเยื่อบางๆ มีความหนาประมาณ 6 -10 nm มีสมบัติเป็น semipermeable หรือ selectivity permeable membrane ทำหน้าที่ควบคุมสารอาหารที่เข้าสู่เซลล์ และของเสียที่ออกจากเซลล์ ประกอบด้วยสารประกอบ protein และ lipid
Cytoplasm	คือส่วนของเซลล์ทั้งหมดที่อยู่ถัดจาก cytoplasmic membrane ซึ่งแบ่งได้เป็น 2 ส่วนคือ ส่วนที่ทำหน้าที่เป็น nucleus ประกอบด้วยสารประกอบ DNA ไม่มีผนังหุ้มเหมือนใน eukaryotic cell เรียกว่า nuclear area และส่วนที่เหลือรวมทั้งหมดรวมเรียก cytoplasm
Ribosome	มีลักษณะเป็นเม็ดเล็ก ๆ กระจายอยู่ทั่วไปใน cytoplasm ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ระหว่าง 10 – 20 nm มีจำนวนมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับความต้องการโปรตีนของเซลล์ ทำหน้าที่สร้างโปรตีนและเอนไซม์ได้หลายชนิด
Nuclear material	ที่ทำหน้าที่เป็น nucleus ของแบคทีเรียที่ไม่มีผนังเซลล์ ห่อหุ้มเหมือนใน eukaryotic cell ฉะนั้นจึงไม่เรียกว่า nucleus แต่ใช้คำเรียกต่างๆ เช่น nucleoid, chromatin body, nuclear region ภายในบรรจุ DNA ทำหน้าที่แบ่งเซลล์



รูปที่ 2.7 แสดงโครงสร้างของแบคทีเรีย

ตารางที่ 2.5 แสดงความแตกต่างระหว่างแบคทีเรียแกรมบวกและแกรมลบ

คุณสมบัติหรือส่วนประกอบ	Gram positive	Gram negative
ความหนาของ cell wall	20 – 80 nm	10 nm
Lipid ที่ cell wall	0 – 0.2 %	10 – 20 %
Teichoic acid	มีหรือไม่มี	ไม่มี
Mesosome	มี	มีน้อยหรือไม่มี
Amino sugar ที่ cell wall	10 - 22 %	2 – 8 %
Magnesium ribonuclease	มี	ไม่มี
Isoelectric point	pH 2.5 - 4	pH 4.5 – 5.5
ชนิดของ toxin ที่สร้าง	exotoxin	endotoxin
ความไวต่อ penicillin	มาก	น้อย
ถูกยับยั้งด้วย crystal violet	ดี	ไม่ดี
ถูกยับยั้งด้วย sodium azide	ดี	ไม่ดี

2.7.1 การทดสอบการต้านแบคทีเรีย

สารต้านแบคทีเรีย คือสารที่ทำลายหรือยับยั้งการเติบโตหรือการแพร่พันธุ์ของแบคทีเรีย โดยสารต้านแบคทีเรียจะเข้าไปทำลายหรือยับยั้งการทำงานของโปรตีนภายในเซลล์แบคทีเรีย ทำให้เกิดความเสียหายต่อผนังเซลล์และเยื่อหุ้มเซลล์หรือต่อ DNA (Deoxyribonucleic acid) มีผลทำให้แบคทีเรียไม่สามารถแบ่งเซลล์ได้และทำให้เซลล์ตายในที่สุด การยับยั้งหรือทำลายโปรตีนในแบคทีเรียสามารถทำได้โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีหลายชนิด เช่น 1) นาโนซิลเวอร์ ซึ่งมีประสิทธิภาพในการต้านเชื้อแบคทีเรีย ทำให้ในปัจจุบันมีการนำมาใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ มากมาย เช่น เครื่องใช้ไฟฟ้า มีการนำซิลเวอร์นาโนมาใช้ในตู้เย็น เพื่อช่วยยืดอายุของอาหาร และในผลิตภัณฑ์ทางการแพทย์ เช่น สำลี ผ้าผืนแผลปลอดเชื้อ เป็นต้น 2) ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงที่มีพลังงานเหมาะสม (ความยาวคลื่นสั้นกว่า 385 นาโนเมตร) จะกลายเป็นตัวเร่งเชิงแสง ทำให้สามารถกำจัดสารอินทรีย์หรือเชื้อโรคที่เกาะอยู่บนอนุภาคได้ อนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีขนาดเล็กนั้นไม่มีความเป็นพิษต่อเซลล์ทั้งภาวะที่มีแสงและไม่มีแสง 3) ซิงก์ออกไซด์ (ZnO) เป็นสารประกอบที่ไม่ละลายน้ำ แต่ละลายได้ในสารละลายกรดและเบส ที่มีลักษณะเป็นผงสีขาว มีสมบัติในการต้านแบคทีเรียและป้องกันรังสียูวี

วิธีการทดสอบการต้านแบคทีเรีย แบ่งออกเป็นสองประเภทได้แก่ 1) การทดสอบเชิงคุณภาพ (Qualitative test) ผลการทดสอบจะแสดงว่าสารต้านแบคทีเรียมีประสิทธิภาพหรือไม่ ถ้าผลที่ได้เป็น Positive หมายถึง สามารถต้านเชื้อแบคทีเรียได้ แต่ถ้าผลเป็น Negative หมายถึง ไม่สามารถต้านเชื้อแบคทีเรียได้ 2) การทดสอบเชิงปริมาณ (Quantitative test) ผลการทดสอบจะแสดงถึงประสิทธิภาพของสารต้านแบคทีเรีย โดยนับจำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย ซึ่งจะวัดเป็น % Reduction เพื่อดูค่าการลดลงของแบคทีเรีย

2.7.2 กลไกการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย

แบคทีเรีย (Bacteria) เป็นสิ่งมีชีวิตที่มีขนาดเล็กมากจนมองไม่เห็นด้วยตาเปล่า (Microorganism) มีอยู่ทั่วไปในสิ่งแวดล้อม แบคทีเรียบางชนิดสามารถทำให้เกิดโรคในมนุษย์ได้ เช่น เชื้อสแตฟีโลคอคคัส (*Staphylococcus*) โดยเชื้อชนิดนี้จะสร้างสารโคแอกกูเลส (Coagulase) ที่สามารถขัดขวางการแข็งตัวของเลือด หรือ เชื้ออีโคไล (*E. Coli* หรือ *Escherichia coli*) ที่สามารถสร้างสารพิษเอ็นโดท็อกซิน (Endotoxin) ทำให้เกิดการช็อค ในขณะเดียวกันก็มีแบคทีเรียบางชนิดที่มีประโยชน์ต่อมนุษย์

แบคทีเรียส่วนใหญ่สามารถอยู่เป็นอิสระภายนอกร่างกายมนุษย์ มีเพียงบางชนิดเท่านั้นที่จำเป็นต้องอาศัยภายในร่างกายของมนุษย์เพื่อการดำรงชีวิต การจะมองเห็นตัวแบคทีเรียได้นั้น ต้องใช้กล้องจุลทรรศน์ที่มีกำลังขยายอย่างน้อย 400 ถึง 1000 เท่า รูปร่างของแบคทีเรียมีหลายรูปแบบ เช่น รูปร่างกลม (Coccus) และ รูปร่างแท่ง (Bacillus) ทั้งแท่งสั้นๆ หรือแท่งยาว อยู่เดี่ยวๆ อยู่รวมกันเป็นกลุ่ม หรือเรียงตัวต่อกันเป็นสายคล้ายสร้อย เป็นต้น รูปร่างของแบคทีเรียเหล่านี้เป็นสิ่งที่ใช้บอกชนิดของแบคทีเรียเบื้องต้นได้ นอกจากนี้การใช้กล้องจุลทรรศน์ส่องดูแบคทีเรียจำเป็นต้องทำการย้อมสีแบคทีเรียเสียก่อน เรียกว่าการย้อมสีแกรม (Gram stain) ซึ่งเชื้อแบคทีเรียแต่ละชนิดจะติดสีแกรมแตกต่างกันไป ถ้าย้อมติดสีน้ำเงิน เรียกว่าแบคทีเรียแกรมบวก (Gram positive) ถ้าย้อมแล้วติดสีแดง เรียกว่าแบคทีเรียแกรมลบ (Gram negative) การติดสีที่แตกต่างกันนี้ สามารถนำมาใช้บอกชนิดของแบคทีเรียเบื้องต้นได้เช่นกัน [21, 22]

2.8 บทความวิจัยที่เกี่ยวข้อง

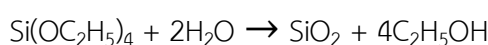
งานวิจัยที่ผ่านมาพบว่ามีการศึกษาการเตรียมชั้นไทเทเนีย และการเตรียมชั้นแกนกลางบนตัวรองรับแบบต่างๆ ดังนี้

Lin และคณะ [23] ศึกษาการนำสมบัติด้านแบคทีเรียของไทเทเนียมาประยุกต์ในยางธรรมชาติโดยการบดผสมผงไทเทเนีย 2 ชนิด ได้แก่ผงที่เตรียมเองขนาด 20-40 นาโนเมตร (99 % อะนาเทส) และ Degussa P25 ปริมาณ 1-5 phr ในยางธรรมชาติและยางไนไตรล์-บิวทาไดอีน พบว่าสารตัวอย่างที่มีไทเทเนียทั้ง 2 ชนิดมีสมบัติด้านแบคทีเรียและมีความทนต่อการบ่มด้วยความร้อนเชิงออกซิเดชัน

Eshaghi และคณะ [24] ศึกษาผลการแตกสลายเมทิลีนบลูด้วยไทเทเนีย โดยเปรียบเทียบผลของแก้วโซดาไลม์กับแก้วโซดาไลม์ที่เคลือบชั้นไทเทเนียด้วยวิธีโซล-เจล (Sol-gel) ทั้งที่มีซิลิกาและไม่มีซิลิกาเป็นชั้นระหว่างกลาง พบว่าแก้วโซดาไลม์ที่เคลือบด้วยไทเทเนียบนชั้นซิลิกาให้การแตกสลายของเมทิลีนบลูดีที่สุด เนื่องจากของซิลิกาจะยับยั้งไม่ให้อัลคาไลน์ไอออน จากวัสดุที่ใช้เป็นแกนมายังไทเทเนีย เป็นผลทำให้อิเล็กตรอนย้ายจากตำแหน่งจากแถบวาเลนซ์ (Valence band) ไปยังแถบการนำไฟฟ้า (Conduction band) จนเกิดโฮล (hole)

Mahajan และคณะ [25] ได้พัฒนาการพอกพูนฟิล์มซิลิกาด้วยเทคนิค Plasma enhanced chemical vapor deposition บนซับสเตรตซิลิกอน โดยใช้เททระเอทอกซีไซเลน (Tetraethoxysilane; TEOS) เป็นสารตั้งต้น พบว่าตัวแปรดำเนินการที่สำคัญคือกำลังความถี่วิทยุ

(RF power) ซึ่งมีผลต่ออัตราการปลูกฟิล์ม (Film growth rate) ดัชนีหักเห (Refractive index) และความเค้นของฟิล์มซิลิกา แต่อุณหภูมิที่ใช้มีค่าสูงถึง 300 องศาเซลเซียส ประกอบกับเทคนิคดังกล่าวใช้เครื่องมือที่มีราคาสูงจึงไม่เหมาะสมกับการประยุกต์ในทางธรรมชาติ ต่อมา Ikeda และคณะ [12] ได้เตรียมนาโนคอมพอสิตของยางธรรมชาติ/ซิลิกาที่มีปริมาณซิลิกาสูงถึง 80 phr โดยเทคนิคโซล-เจล ด้วยการแช่แผ่นยางธรรมชาติหนาประมาณ 1 มิลลิเมตรใน TEOS ที่อุณหภูมิห้องและ 40 องศาเซลเซียสรวม 17 ชั่วโมง ตามด้วยการแช่ในตัวเร่งปฏิกิริยากลุ่มเอมีนเป็นเวลา 72 ชั่วโมง และเกิดการเคลือบซิลิกาบนผิวของแผ่นยางธรรมชาติตามสมการ



Shimizu และคณะ [26] ศึกษาการเคลือบไทเทเนียที่มีโครงสร้างแบบอะนาเทสด้วยการแยกสลายด้วยน้ำของไทเทเนียมเทตระฟลูออไรด์ (TiF_4) ดังสมการ



บนซับสเตรตอินทรีย์หลายชนิดทั้งที่ชอบน้ำและไม่ชอบน้ำ โดยล้างซับสเตรตด้วยกรดไนตริกเจือจาง เอทานอล และน้ำขจัดไอออน แล้วแช่ในสารละลาย TiF_4 0.05 M ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และค่า pH เท่ากับ 1.9 หลังจากนั้นล้างด้วยน้ำในเครื่องอัลตราโซนิกที่อุณหภูมิห้อง 10 นาที แล้วอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที พบว่าฟิล์มไทเทเนียบนผิวของซับสเตรตที่ค่อนข้างไม่ชอบน้ำเช่น พอลิเมทิลเมทาคริเลต เรซินเอปียีเอส และพอลิคาร์บอนเนต มีรอยร้าวและฟิล์มลอกออกได้ง่าย แต่ติดบนผิวที่ชอบน้ำรวมทั้งเส้นใยเซลลูโลสได้ดี แสดงว่าอนุภาคอานาเทสยึดติดได้ด้วยพันธะไฮโดรเจนหรือออกซิเจนโยงยึดที่เกิดขึ้นโดยปฏิกิริยาการขจัดน้ำ

Li และคณะ [18] ทำการศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงโดยใช้อุณหภูมิซิลิกาเป็นแกนกลางและเคลือบด้วยไทเทเนียโดยใช้วิธีการพอกพูนเฟสของเหลว (Liquid phase deposition) LPD ที่ภาวะใกล้เคียงกัน และได้ทำการควบคุมความหนาของชั้นไทเทเนียโดยเปลี่ยนความเข้มข้นของแอมโมเนียมเฮกซะฟลูออโรไทเทเนต โดยตัวอย่างที่เตรียมได้ใช้ตัวย่อเป็น TS-X-Y โดย X คือ ระยะเส้นผ่านศูนย์กลางของซิลิกาในหน่วยนาโนเมตร Y คือ ความหนาของชั้นไทเทเนียในหน่วยนาโนเมตร พบว่าสามารถควบคุมความหนาของชั้นไทเทเนียได้โดยการควบคุมความเข้มข้นของสารละลายในขั้นตอน LPD

Jin [27] และคณะ ศึกษาการปรับผิวของแผ่นยางธรรมชาติโดยการเคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย การเคลือบไทเทเนียด้วยเทคนิค LPD โดยเตรียมสารละลายแอมโมเนียมเฮกซะฟลูออโรไทเทเนต (Ammonium hexafluorotitanate; $(\text{NH}_4)_2\text{TiF}_6$) 0.1 M ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ผสมกับ

สารละลายกรดบอริก (H_3BO_3) 0.3 M ที่อุณหภูมิ 50 °C แล้วใช้กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ปรับ pH ให้เท่ากับ 2.8 แล้วนำแผ่นยางธรรมชาติที่เคลือบฟิล์มซิลิกาแล้วมาคว่ำด้านที่มีฟิล์มซิลิกาลงในสารละลายที่เตรียมไว้เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ได้ไทเทเนียขนาด 70-80 นาโนเมตรที่เชื่อมโยงกันเคลือบอยู่บนชั้นซิลิกา ทำให้ชิ้นงานมีสมบัติในการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงและยังสะท้อนแสงที่มีความยาวคลื่นมากกว่า 350 นาโนเมตรได้ดีขึ้น ส่งผลให้มีอายุการใช้งานที่นานขึ้นเมื่อเทียบกับแผ่นยางธรรมชาติที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบ จะเห็นได้ว่าทั้งสองวิธีดังกล่าวให้ชั้นไทเทเนียบนชั้นซิลิกา แต่จะต้องควบคุมการฉายรังสีอัลตราไวโอเล็ตหรือการใช้รังสีอัลตราไวโอเล็ต/ไอโซนให้เหมาะสมเพื่อป้องกันการแตกสลายเชิงแสงของยางธรรมชาติในขั้นตอนการเตรียม

Kumton และคณะ [28] ศึกษาลักษณะของไทเทเนียที่ขึ้นรูปเป็นฟิล์มบางหลายชั้นด้วยวิธีโซล-เจล พบว่าอุณหภูมิในการปรับสภาพด้วยความร้อนเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพและสภาพความเป็นผลึกของไทเทเนีย โดยเคลือบให้ได้ 1 – 4 ชั้น และปรับสภาพด้วยความร้อนที่อุณหภูมิเดียวกันคือ 550 °C แล้วศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มไทเทเนียด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic force microscopy, AFM) และเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน ผลการศึกษาพบว่าลักษณะของพื้นผิวในระดับนาโนเมตรมีความแตกต่างกันไปเมื่อจำนวนชั้นมากขึ้น แม้ว่าจะปรับสภาพด้วยความร้อนที่อุณหภูมิเดียวกัน โดยพบโครงสร้างผลึกแบบอะนาเทสเมื่อฟิล์มหนา 3 ชั้นขึ้นไป

Disuke และคณะ [29] ได้เตรียมยางแห้งจากน้ำยางธรรมชาติโดยใช้เครื่องพ่นแห้งชนิดเผาไหม้แบบพัลส์ (Pulse combustion) โดยภาวะที่ใช้คือ ความถี่ของเครื่องพ่นแห้ง 250-1200 Hz อุณหภูมิ 40 – 100 °C ร้อยละเนื้อยางแห้ง 20 – 50 ในน้ำยางเนื่องจากที่ร้อยละ 60 พบว่าเกิดปัญหาในการพ่นแห้งคือมีการติดของยางในเครื่องพ่นแห้งเนื่องจากยางมีความหนืดสูงเกินไป และได้ทำการเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลได้แก่ ความต้านแรงดึง ระยะยืด ณ จุดขาด และมอดูลัสของยางแห้งที่เตรียมได้กับยางแผ่นรมควัน พบว่ายางทั้งสองชนิดให้สมบัติเชิงกลที่ใกล้เคียงกัน

Zhou และคณะ [30] เตรียมคอมพอสิตของยางสไตรีนบิวทาไดอีนและคาร์บอนนาโนทิวบ์ (Carbon nanotubes, CNT) โดยผ่านการพ่นแห้งพบว่าได้ยางที่มีขนาดอนุภาค 10 นาโนเมตร และการเตรียมยางสไตรีนบิวทาไดอีนคอมพอสิตที่เตรียมโดยใช้เครื่องพ่นแห้งมีสมบัติเชิงกลดีกว่ายางคอมพอสิตที่เตรียมโดยใช้วิธีดั้งเดิม โดยความต้านแรงดึง ความแข็งและทนการฉีกขาดของยางคอมพอสิตเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ CNT และเมื่อเปรียบเทียบค่าทั้งสามระหว่างยาง SBR กับยางคอมพอสิตที่มี CNT 60 phr พบว่ายางสไตรีนบิวทาไดอีน-CNT คอมพอสิตมีค่าความแข็งแรงและทนการฉีกขาดเพิ่มขึ้นมากกว่ายางบิวทาไดอีน

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 วิธีการดำเนินการทดลอง

3.1.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- 3.1.1.1 ปีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 50, 100, 250, และ 500 มิลลิลิตร
- 3.1.1.2 ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 50 และ 100 มิลลิลิตร
- 3.1.1.3 ขวดน้ำกลั่น
- 3.1.1.4 ช้อนตักสาร (Spatula)
- 3.1.1.5 แท่งแก้ว (Stirring rod)
- 3.1.1.6 เครื่องชั่งน้ำหนักแบบละเอียด (Mettler Toledo, AB204-S, United States)
- 3.1.1.7 เครื่องกวนแม่เหล็ก (SCHOTT-GERÄTE GmbH, SLR, Germany)
- 3.1.1.8 แท่งกวนแม่เหล็ก (Magnetic bar)
- 3.1.1.9 แผ่นกระดาษทดสอบค่าความเป็นกรด-เบส (Universal indicator paper pH1-14, Merck)
- 3.1.1.10 หลอดหยด (Dropper)
- 3.1.1.11 อะลูมิเนียมฟอยล์ (Aluminium foil)
- 3.1.1.12 ตู้อบสูญญากาศ (Vacuum oven, MMM, Vacucell55, United States)
- 3.1.1.13 อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ (Water bath, Memmert, WNB22, Germany)
- 3.1.1.14 โถดูดความชื้น (Desiccator)
- 3.1.1.15 ตะแกรงร่อนแบบลวดสานขนาด 300 mesh (Woven wire sieves)

3.1.2 เครื่องมือสำหรับการพ่นแห้ง และทดสอบสมบัติของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้

- 3.1.2.1 เครื่องพ่นแห้ง (Spray dryer, Buchi B191, Switzerland) สำหรับเตรียมอนุภาคยางคอมปาวด์
- 3.1.2.2 เทคนิค Thermal gravimetric analysis (TG/DTA: Perkin Elmer, pyris diamond, United States) สำหรับวิเคราะห์การสลายตัวของผลิตภัณฑ์ยาง, เปอร์เซนต์ซิลิกา และไทเทเนียม

- 3.1.2.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM, JEOL-6400, Japan) สำหรับวัดขนาดอนุภาค, ศึกษาสมบัติทางสัณฐานวิทยา และวิเคราะห์ธาตุด้วย Energy dispersive x-ray spectrometer (EDX)
- 3.1.2.4 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction: XRD, Bruker AXS model D8 Advance, United States) สำหรับวิเคราะห์โครงสร้างผลึก
- 3.1.2.5 เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy: FTIR, Perkin Elmer, Spectrum One, United States) สำหรับการทดสอบวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน
- 3.1.2.6 เครื่องทดสอบสมบัติความแข็ง (Durometer (Shore A), REX2000 & OS-2 Stand, United States)
- 3.1.2.7 เครื่องวัดความเร็วลม (Anemometer, DIGICON, DA-43A, Japan)
- 3.1.2.8 อ่างควบคุมอุณหภูมิ (Cooling water bath, Hetolah, CB 8-30E, Thailand)
- 3.1.3 เครื่องมือผสมและขึ้นรูปยาง
- 3.1.3.1 เครื่องบดยางสองลูกกลิ้ง (Two-roll mill, Labtech, LP20, Thailand)
- 3.1.3.2 เครื่องขึ้นรูปแบบกด (Compression molding, Lab Tech Engineering Co.Ltd. LP 20 machine, Thailand)

3.2 สารเคมี

1. น้ำยางคอมปาวด์สูตรถูมือแม่บ้าน (Natural rubber latex, สถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการ เกษตร, ประเทศไทย) โดยมีส่วนประกอบตามตารางที่ 3.1
2. โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (Sodium dodecyl sulfate, Ajax Finechem LTD., Thailand)
3. เทตระเอทอกซีไซเลน 99 % (Tetraethoxysilane: TEOS, Sigma-Aldrich LTD., Thailand)
4. แอมโมเนียมเฮกซะฟลูออโรไททาเนต (Ammonium hexafluorotitanate, Sigma-Aldrich LTD., Thailand)
5. กรดบอริก (Boric acid, Carlo Eeba LTD., Thailand)
6. กรดไฮโดรคลอริก 37 % (Hydrochloric acid, Carlo Eeba LTD., Thailand)
7. โทลูอีน (Toluene, Sigma-Aldrich LTD., Thailand)
8. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)

ตารางที่ 3.1 แสดงส่วนประกอบสูตรน้ำยาล้างคอมปาวด์ สูตรถุงมือแม่บ้าน

ส่วนประกอบของสูตรน้ำยาล้างคอมปาวด์ สูตรถุงมือแม่บ้าน	น้ำหนัก (g)	%total solid	pH ¹
60% น้ำยาล้างธรรมชาติ	167.0	77.5	100
10% สารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์	2.5	0.19	0.25
20% สารละลายโปแตสเซียมลอเรต	1.0	0.15	0.20
50% ดิสเพิซชันกำมะถัน	2.5	0.97	1.25
50% ดิสเพิซชัน zinc diethyldithiocarbamate (ZDEC)	0.8	0.31	0.40
50% ดิสเพิซชัน zinc mercaptobenzothiazole (ZMBT)	2.0	0.77	1.00
50% วิงสเตย์แอล (Wingstay L)	2.0	0.77	1.00
33% ดีพีจี (DPG)	4.5	0.15	1.48
50% แคลเซียมคาร์บอเนต	44.0	17.40	22.46
50% ดิสเพิซชันซิงก์ออกไซด์	2.0	0.77	1.00
น้ำ	70		

¹pH (ส่วนในยาร้อยส่วน)

3.3 การเตรียมอนุภาคยาล้างคอมปาวด์

ศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการอนุภาคยาล้างคอมปาวด์โดยใช้เครื่องพ่นแห้ง

3.3.1 ออกแบบการทดลองหาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตอนุภาคยาล้างที่ไม่ยึดติดกันเป็นก้อนโดยเครื่องพ่นแห้ง เพื่อตรวจสอบหาปัจจัยที่มีผลต่อการทดลองที่ให้ร้อยละผลได้ของยาล้างที่สูงและความชื้นที่ต่ำ โดยวิธีออกแบบการทดลองแบบแฟกทอเรียลแบบ 2^k โดยตัวแปรที่ศึกษามี 4 ปัจจัย ประกอบด้วย 1) อัตราการไหลของน้ำยาล้างในช่อง 1.24-1.74 กรัม/นาที 2) ปริมาณสารลดแรงตึงผิว ได้แก่ โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (Sodium dodecyl sulfate, SDS) ในช่อง 35-55 pHr 3) อุณหภูมิลมร้อนขาเข้าในช่อง 110-150 องศาเซลเซียส 4) อัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีดในช่อง 500-700 ลิตร/ชั่วโมง

3.3.2 เปิดเครื่องพ่นแห้ง ปรับตัวแปรต่างๆ ตามที่ได้ออกแบบการทดลองและรอให้แสดงผลคั่งที่ก่อน ผสมน้ำยาล้างคอมปาวด์กับน้ำปราศจากไอออนและสารลดแรงตึงผิว (SDS) ตามอัตราส่วนที่ต้องการ ใช้แท่งแม่เหล็กกวนสารผสมเป็นเวลา 10 นาทีจนได้สารละลาย จากนั้นป้อนสารผสมเข้าเครื่องพ่นแห้ง และกวนสารผสมตลอดการทดลอง ในการป้อนสารใช้ปั๊มแบบบีบรัด (Peristaltic

pump) ที่มีอัตราการไหลเท่ากับ 5 มิลลิเมตรต่อนาที เพื่อคำนวณให้ได้อัตราการไหลของเนื้อยางแห้ง ในช่วง 1.24-1.74 กรัม/นาที่

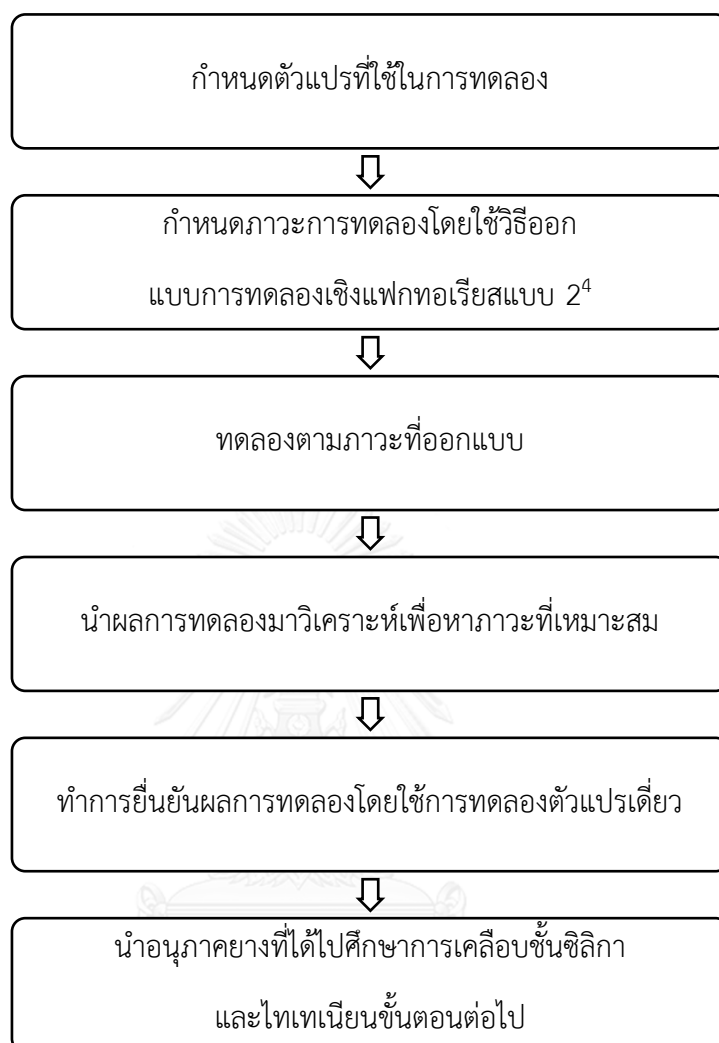
3.3.3 หลังจากที่ได้อนุภาคยางที่ได้จากการพ่นแห้ง ผลิตภัณฑ์อนุภาคยางจะติดอยู่ในเครื่องพ่นแห้ง 3 ส่วนคือ ห้องทำแห้ง (Drying chamber) ไชโคลน (Cyclone) และถ้วยเก็บสาร (Product Collector) ทำการคำนวณร้อยละผลได้และค่าความชื้น โดยใช้ผลิตภัณฑ์ที่เก็บได้จากไชโคลน และถ้วยเก็บสาร เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้จาก 2 ส่วนดังกล่าวมีลักษณะเป็นผงไม่ติดกัน นำอนุภาคยางที่ได้ไปชั่งน้ำหนักก่อนนำเข้าตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 วัน

3.3.4 ทำการประมวลผลการทดลองทางสถิติหา Analysis of variance (ANOVA) เพื่อหาตัวแปรที่ส่งผลกระทบต่อตัวแปรตอบสนอง สร้างสมการผิวการตอบสนอง (response surface equation) และหาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตอนุภาคยางโดยใช้เครื่องพ่นแห้ง

3.3.5 นำภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองแบบแฟกทอเรียล มาขยายขอบเพื่อหาภาวะที่เหมาะสมแบบวงกว้าง (Global optimum) ในกระบวนการผลิตอนุภาคยางโดยการพ่นแห้ง โดยเลือกศึกษาเฉพาะปัจจัยเดียวที่มีผลต่อกระบวนการพ่นแห้ง

ตารางที่ 3.2 ภาวะการทดลองที่ได้จากการออกแบบการทดลองแบบ 2^4 แฟกทอเรียล

รหัสตัวแปร	ตัวแปร	ค่าตัวแปรที่ทำการศึกษา	
		ค่าต่ำ	ค่าสูง
A	อัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด [ลิตร/ชั่วโมง]	500	700
B	อุณหภูมิลมร้อนขาเข้า [องศาเซลเซียส]	110	150
B	ปริมาณสารลดแรงตึงผิว SDS [phr]	35	55
B	อัตราการไหลน้ำยาง [กรัมเนื้อยางแห้ง/นาที่]	1.24	1.74



รูปที่ 3.1 แผนภาพการหาภาวะที่เหมาะสมในการพ่นแห้ง

3.4 การหาภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบซิลิกา

หลังจากเตรียมอนุภาคยางคอมปาวด์ ขั้นตอนต่อไปคือ การหาภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบซิลิกาซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

3.4.1 นำอนุภาคยางที่เตรียมได้จากขั้นตอนที่ 3.3 มาศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบซิลิกา เพื่อให้ได้อนุภาคยางเคลือบซิลิกาโดยอนุภาคยางไม่จับตัวกันเป็นก้อน โดยนำอนุภาคยางคอมปาวด์ที่ผ่านการอบแห้งแล้วประมาณ 1 กรัม นำไปเกลี่ยลงบนตะแกรงลวดขนาด 300 mesh ที่ตัดให้ได้ขนาดพอเหมาะ ใส่ในบีกเกอร์ที่มีไอระเหยของสารละลาย TEOS 20 cm³ และน้ำ 1 cm³ ปิด

ด้วยอะลูมิเนียมฟอยล์ จากนั้นนำไปควบคุมอุณหภูมิในอ่างควบคุมอุณหภูมิ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยจะมีการควบคุมเวลา 2, 4, 8, 24 และ 48 ชั่วโมงตามลำดับ

3.4.2 หลังจากนั้นนำอนุภาคยางที่ได้ไปชั่งน้ำหนักก่อนนำเข้าตู้อบสุญญากาศใช้อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 วัน แล้วทำการเปรียบเทียบความแตกต่างของอนุภาคยางคอมปาวด์ที่ผ่านการเคลือบซิลิกาด้วยวิธี CVD ที่เวลา 4, 6.5 และ 9 ชั่วโมงตามลำดับ โดยต้องการอนุภาคยางที่เคลือบด้วยซิลิกาปริมาณสูงที่สุดโดยที่อนุภาคยังไม่ติดกันเป็นก้อน

3.5 การหาภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบไทเทเนีย

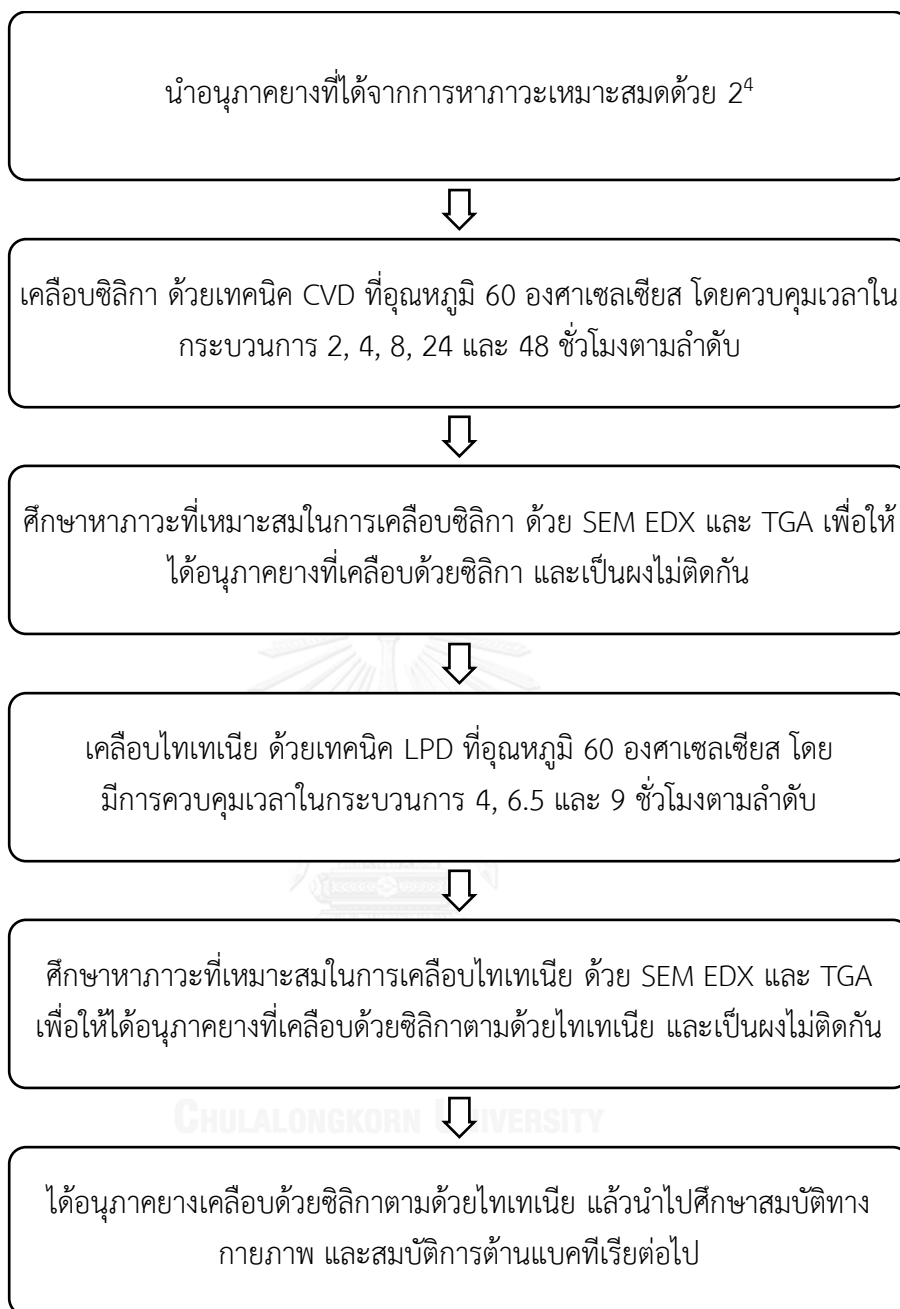
ขั้นตอนการหาภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบไทเทเนีย มีดังต่อไปนี้

3.5.1 เตรียม Ammonium hexafluorotitanate ((NH₄)₂TiF₆) เข้มข้น 0.10 โมลต่อลิตร และกรดบอริกเข้มข้น 0.30 โมลต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตรเท่ากัน

3.5.2 นำสารทั้งสองชนิดที่เตรียมไว้มาผสมกัน แล้วใช้กรดไฮโดรคลอริกปรับ pH ของสารผสมให้ได้เท่ากับ 3

3.5.3 นำอนุภาคผงยางคอมปาวด์ที่ผ่านการเคลือบซิลิกาในขั้นตอน 3.4 แล้ว ใส่ลงในถุงตะแกรงลวดขนาด 300 mesh แล้วนำไปจุ่มลงในสารละลายผสมที่เตรียมไว้แล้วปิดด้วยอะลูมิเนียมฟอยล์ และนำไปไว้ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ตั้งอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยศึกษาเวลาในกระบวนการ 4, 6.5 และ 9 ชั่วโมงตามลำดับ

3.5.4 นำผงยางในตะแกรงลวดมาล้างด้วยน้ำกลั่นจนน้ำล้างเป็นกลาง และกำจัดสิ่งแปลกปลอมออก หลังจากนั้นนำอนุภาคยางที่ได้ไปชั่งน้ำหนักก่อนนำเข้าตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 วัน แล้วทำการเปรียบเทียบความแตกต่างของอนุภาคยางคอมปาวด์เคลือบซิลิกาที่ผ่านการเคลือบไทเทเนียโดยต้องการอนุภาคยางที่เคลือบด้วยไทเทเนียที่สูงที่สุดโดยที่อนุภาคยางมีลักษณะเป็นผงไม่ติดกันเป็นก้อน



รูปที่ 3.2 แผนภาพการเคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนียมลงบนอนุภาคยาง

3.6 การทดสอบสมบัติทางกายภาพของวัสดุผสมที่เตรียมได้

3.6.1 การศึกษาสัณฐานวิทยา

เป็นการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่เกิดบนผิวของอนุภาคยาง อนุภาคยางที่เคลือบซิลิกา และอนุภาคยางที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย โดยนำตัวอย่างโรยบนแผงวาง (Stub) แล้วเป่าตัวอย่างส่วนเกินออกด้วยลูกยาง จากนั้นทำการเคลือบทองบนชิ้นงานทดสอบด้วยไอออนสปัตเตอร์ (Ion sputter) นาน 3 นาที แล้วนำไปวิเคราะห์ลักษณะผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM รุ่น JSM-6400 บริษัท JEOL, ประเทศญี่ปุ่น) ภายใต้ภาวะสุญญากาศ ด้วยกระแสไฟฟ้า 15 กิโลแอมแปร์ที่กำลังขยาย 2,000 และ 4,500 เท่า แล้วทำการเลือกภาพที่ต้องการ และวิเคราะห์ปริมาณธาตุที่อยู่บริเวณผิวของอนุภาคและที่ความลึกประมาณ 1 ไมโครเมตรจากผิวอนุภาค โดยใช้เทคนิค Energy dispersive x-ray spectrometer หรือ EDX

3.6.2 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน

เป็นเทคนิควิเคราะห์ทดสอบวัสดุโดยการวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุเมื่อได้รับความร้อนภายใต้ภาวะที่กำหนด ด้วยเครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA) วัดน้ำหนักของสารตัวอย่างในทุกช่วงอุณหภูมิ การทดลองจะทำในระบบปิด โดยใช้เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักโดยใช้ความร้อน เครื่องจะประกอบด้วยเตาเผา (Furnace) ที่มีโปรแกรมควบคุมอุณหภูมิ (Temperature programmer) ควบคุมบรรยากาศ ความดัน และมีระบบการชั่งน้ำหนักเข้ามาประกอบ ซึ่งโดยทั่วไปการทดสอบด้วยวิธีนี้จะสามารถทดสอบได้ที่อุณหภูมิสูงถึง 1,000 องศาเซลเซียส และข้อมูลที่ได้จากการทดสอบสามารถนำไปวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของตัวอย่างที่ทดสอบ เช่น การสูญเสียองค์ประกอบ (Decomposition) การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเป็นสารใหม่ (Formation) วิเคราะห์เบื้องต้นในการสูญเสียน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อน ซึ่งจะวัดน้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทุกช่วงอุณหภูมิ ทดสอบโดยนำตัวอย่างอนุภาคยาง อนุภาคยางที่เคลือบด้วยซิลิกา และอนุภาคยางที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย โดยใช้ตัวอย่าง 10 มิลลิกรัม บรรจุลงในถาดแพลทินัม ทำการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิ 40-1,000 องศาเซลเซียส ที่อัตราการเพิ่มขึ้นของความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศของอากาศในการทดสอบซึ่งมีอัตราการไหล 50 มิลลิเมตรต่อนาที และนำผลที่ได้มาคำนวณหาร้อยละของซิลิกาและไทเทเนียในอนุภาคยางที่เตรียมได้

หลังจากหาค่าการสลายตัวเชิงความร้อนแล้วนำไปคำนวณหาปริมาณซิลิกาและไทเทเนียที่เกิดขึ้นโดย ใช้สมการดังต่อไปนี้

$$\text{ร้อยละการเกิดซิลิกาและ ไทเทเนีย} = W_1/W_2 \times 100 \quad (3.1)$$

โดย W_1 = น้ำหนักของเถ้าหลังจากการทดสอบการสลายตัวเชิงความร้อน
 W_2 = น้ำหนักของผงยางก่อนทำการทดสอบการสลายตัวเชิงความร้อน

และสามารถหาการร้อยละการเกิดขึ้นของซิลิกา และไทเทเนียได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$\text{ร้อยละการเปลี่ยนของ TEOS (\% TEOS conversion)} = W_3/W_4 \times 100 \quad (3.2)$$

โดย W_3 = น้ำหนักของซิลิกาที่เกิดขึ้น
 W_4 = น้ำหนักของซิลิกาที่เกิดขึ้นตามทฤษฎี

3.6.3 การทดสอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier-transform infrared FTIR spectroscopy)

เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีเป็นเทคนิคอย่างหนึ่งที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์โมเลกุลของสาร ซึ่งอาจอยู่ในสถานะของแข็ง ของเหลว หรือแก๊ส ข้อมูลที่ได้จากวิธีนี้เป็นข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับการสั่น (Vibration) และการหมุน (Rotation) ของพันธะในโมเลกุล โมเลกุลของสารเคมีจะดูดกลืนแสงในช่วงของอินฟราเรด โมเลกุลจะถูกกระตุ้นจนเป็นโมเลกุลที่มีพลังงานสูงกว่าที่สถานะพื้น ซึ่งเป็นพลังงานที่มากเพียงพอที่จะทำให้โมเลกุลเกิดการสั่นและการหมุนได้ ทำให้ทราบหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญภายในโครงสร้างโมเลกุลได้

3.6.4 การทดสอบการบวมตัว (Swelling test)

ทำโดยนำอนุภาคยางธรรมชาติและยางคอมปาวด์มาชั่งน้ำหนัก 1 กรัม แล้วแช่ในสารละลายโทลูอีน 10 มิลลิลิตรในระบบปิด ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 72 ชั่วโมง แล้วนำขึ้นมาชั่งด้วยกระดาษชั่งแล้วนำไปชั่งอย่างรวดเร็ว เพื่อคำนวณระดับขั้นการบวมตัว (swelling degree) จากสมการ

$$\% \text{swelling} = \frac{m_1 - m_0}{m_0} \times 100 \quad (3.3)$$

โดย m_0 = น้ำหนักสารตัวอย่างก่อนแช่ (กรัม)

m_1 = น้ำหนักสารตัวอย่างหลังแช่ในสารละลายโทลูอีน (กรัม)

3.6.5 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD

นำอนุภาคยางที่ผ่านการเคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนียมที่ได้ไปตรวจสอบด้วยเครื่อง x-ray diffractometer ของ Bruker โดยใช้รังสี $\text{CuK}\alpha$ ซึ่งมีความยาวคลื่น 1.5406 อังสตรอม ค่า 2θ ตั้งแต่ 20 ถึง 80 องศา มีอัตราเร็วในการสแกนเท่ากับ 1 วินาที/step ด้วยกระแสไฟฟ้า 30 มิลลิแอมแปร์ และความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 กิโลวัตต์ เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกของตัวอย่างที่เตรียมได้

3.6.6 การสร้างโมเดลเม็ดยางเพื่อพิสูจน์ความเป็นแกนเปลือกของอนุภาคยางที่เคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนียมด้วยเทคนิคเดียวกัน

เตรียมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2% โดยปริมาตร ปริมาตร 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในบีกเกอร์ขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร กวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) ด้วยอัตรา 100 รอบต่อนาที ใช้หลอดหยดสารดูดน้ำยางคอมพาวด์ แล้วหยดลงในบีกเกอร์ หลังจากนั้นใช้ข้อตักสารตักอนุภาคเม็ดยางออก ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนเพื่อล้างกรดไฮโดรคลอริกที่ผิวออก แล้วนำอนุภาคยางไปอบให้แห้งด้วยตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้เม็ดยางขนาด 1-2 มิลลิเมตร แล้วนำไปเคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนียม ตามภาวะที่เหมาะสมที่ได้ทำการทดลองในขั้นตอน 3.4 และ 3.5 แล้วนำตัวอย่างทดสอบหาสมบัติแบบแกนเปลือก โดยนำเม็ดยางไปแช่ในไนโตรเจนเหลว 2 นาที แล้วใช้มีดตัดตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง และนำไปเคลือบทอง แล้ววิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รวมทั้งใช้เทคนิค EDX เพื่อหาแผนที่ธาตุ โดยธาตุที่สนใจในการทดสอบคือ คาร์บอน ซิลิกอน และไทเทเนียม

3.6.7 ความแข็ง (Hardness)

นำอนุภาคยางคอมพาวด์ที่ผ่านกระบวนการพ่นแห้งมาบดด้วยเครื่องบดแบบสองลูกกลิ้งเป็นเวลา 5 นาที หลังจากนั้นทำให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องขึ้นรูปโดยใช้แม่พิมพ์แบบกดอัด ที่ความดัน 1.5 เมกะปาสกาล อุณหภูมิ 155 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที แม่พิมพ์ที่ใช้มีความหนา 2 มิลลิเมตร หลังจากนั้นนำไปเคลือบซิลิกาและไทเทเนียมตามภาวะที่เหมาะสมที่ได้ทำการทดลองในขั้นตอนที่ 3.4 และ 3.5 หลังจากนั้นนำตัวอย่างไปทดสอบด้วยเครื่องวัดความแข็งยาง Durometer shore A ตามมาตรฐาน ASTM D2240 โดยขึ้นงานทดสอบรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด 2 x 2 เซนติเมตร ซ้อนกันหนา 6 มิลลิเมตร ทำการวัดความแข็งของยางที่ตำแหน่งต่างๆ กันจำนวน 5 จุด จุดละ 5 วินาที แล้วทำการบันทึกค่าเพื่อนำมาหาค่าเฉลี่ย

3.7 การทดสอบการต้านแบคทีเรีย

นำอนุภาคผงยาง ผงยางที่เคลือบซิลิกา และผงยางที่เคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนียปริมาณ 0.10 กรัม ใส่ลงในสารแขวนลอยของแบคทีเรีย 10^5 cfu ของ *Escherichia coli* ซึ่งเป็นแบคทีเรียแกรมลบ และ *Staphylococcus aureus* ซึ่งเป็นแบคทีเรียแกรมบวก ปริมาณ 1 มิลลิลิตร แล้วเขย่าให้ตัวอย่างสัมผัสกับแบคทีเรียภายในตู้บ่มเชื้อเป็นเวลา 20, 40 และ 60 นาที ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์ (Philip 14W CDL E27) และแบคทีเรียที่ไม่ได้สัมผัสกับสารตัวอย่าง (blank) ที่เวลา 20, 40 และ 60 นาที ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์ หลังจากนั้นนำไปเพาะในจานที่มีอาหารเลี้ยงเชื้อเป็นเวลา 24 ชั่วโมง สังเกตการเปลี่ยนแปลงโดยการนับจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่ยังมีชีวิตอยู่ เพื่อคำนวณร้อยละการลดลงจากสูตรดังนี้

$$\% \text{ Bacteria reduction} = \frac{C-A}{C} \times 100 \quad (3.4)$$

โดย C = จำนวนของแบคทีเรียที่เกิดขึ้นบนจานเลี้ยงเชื้อ โดยไม่มีการสัมผัสของตัวอย่างและแบคทีเรีย

A = จำนวนของแบคทีเรียที่เกิดขึ้นบนจานเลี้ยงเชื้อ หลังจากการสัมผัสของตัวอย่างและแบคทีเรีย

หลังจากนั้นนำอนุภาคผงยางที่เคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนียที่ผ่านการฆ่าเชื้อแบคทีเรียแล้วมาล้างน้ำ อบให้แห้ง แล้วทดสอบการต้านแบคทีเรียซ้ำ 5 ครั้งเพื่อทดสอบความคงทนของฤทธิ์ต้านแบคทีเรียต่อไป

บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ข้อมูล

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการนำยางคอมปาวด์มาใช้ในการผลิตอนุภาควัสดุผสมเพื่อเพิ่มมูลค่าให้แก่ยางด้วยสมบัติด้านการต้านแบคทีเรีย โดยศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมอนุภาคยางเพื่อให้ได้ลักษณะที่ไม่ติดกันเป็นก้อน และมีร้อยละผลได้ (%Yield) ที่สูง โดยใช้วิธีการทดลองเชิงแฟกทอเรียลแบบ 2^k หลังจากนั้นผู้วิจัยได้ศึกษาการเคลือบอนุภาคยางด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย พร้อมทั้งศึกษาสมบัติทางกายภาพและเชิงกลได้แก่ ลักษณะทางสัณฐานวิทยา สมบัติเชิงความร้อน โครงสร้างทางเคมี ความแข็ง และการต้านแบคทีเรียของวัสดุผสมที่เตรียมได้

4.1 ผลการหาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการพ่นแห้งน้ำยางคอมปาวด์สูตรนมแม่บ้าน

เตรียมอนุภาคยางคอมปาวด์จากการนำน้ำยางคอมปาวด์สูตรนมแม่บ้านดังแสดงในตารางที่ 3.1 มาผ่านกระบวนการพ่นแห้ง โดยศึกษาตัวแปรต่างๆ 4 ปัจจัย ได้แก่ ปัจจัย A อัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด [ลิตร/ชั่วโมง], ปัจจัย B อุณหภูมิลมร้อนขาเข้า [องศาเซลเซียส], ปัจจัย C ปริมาณสารลดแรงตึงผิว SDS [phr] และปัจจัย D อัตราการไหลของเนือยางแห้ง [กรัม/นาที่] โดยใช้การออกแบบการทดลองเชิงแฟกทอเรียลแบบ 2^4 ต่อย่อยผลได้อนุภาคยาง โดยกำหนดสัญลักษณ์ของตัวแปรและค่าช่วงของค่าตัวแปร ดังแสดงในตารางที่ 3.2 และนำผลการทดลองมาวิเคราะห์ความแปรปรวน (Analysis of variance; ANOVA) ซึ่งเป็นวิธีการทดสอบเพื่อหาข้อสรุปทางสถิติเกี่ยวกับค่าเฉลี่ยของระบบในกรณีศึกษาเปรียบเทียบบกลุ่มตัวอย่างตั้งแต่สองกลุ่มขึ้นไปโดยมีพื้นฐานมาจากการวิเคราะห์ที่มาของสาเหตุ หรือแหล่งที่ก่อให้เกิดความแตกต่างของค่าตอบสนอง (Responses) หรือค่าผลลัพธ์ลักษณะทางคุณภาพควบคุม (Desired quality characteristics) ดังแสดงในตารางที่ 4.1 จากผลการทดลอง กำหนดให้ตัวแปรใดที่ให้ค่า P-value น้อยกว่า 0.05 ถือว่าเป็นตัวแปรที่มีผลต่อค่าตอบสนอง โดยพบตัวแปรดังกล่าวดังนี้ A, AC, AD, BD, ABD, ACD และ BCD โดยตัวแปรต้นเชิงเดียวที่มีอิทธิพลมากที่สุดและมีค่า P-value น้อยกว่า 0.05 มีเพียงตัวเดียว คืออัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด (A)

รูปที่ 4.1 แสดงอันตรกิริยาของตัวแปรแต่ละคู่ พบว่าอันตรกิริยาที่มีผลต่อร้อยละผลได้ มีดังนี้ อันตรกิริยาระหว่างอัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีดกับปริมาณสารลดแรงตึงผิว SDS (AC) อันตรกิริยาระหว่างอัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีดกับอัตราการไหลของเนือยางแห้ง (AD) และ

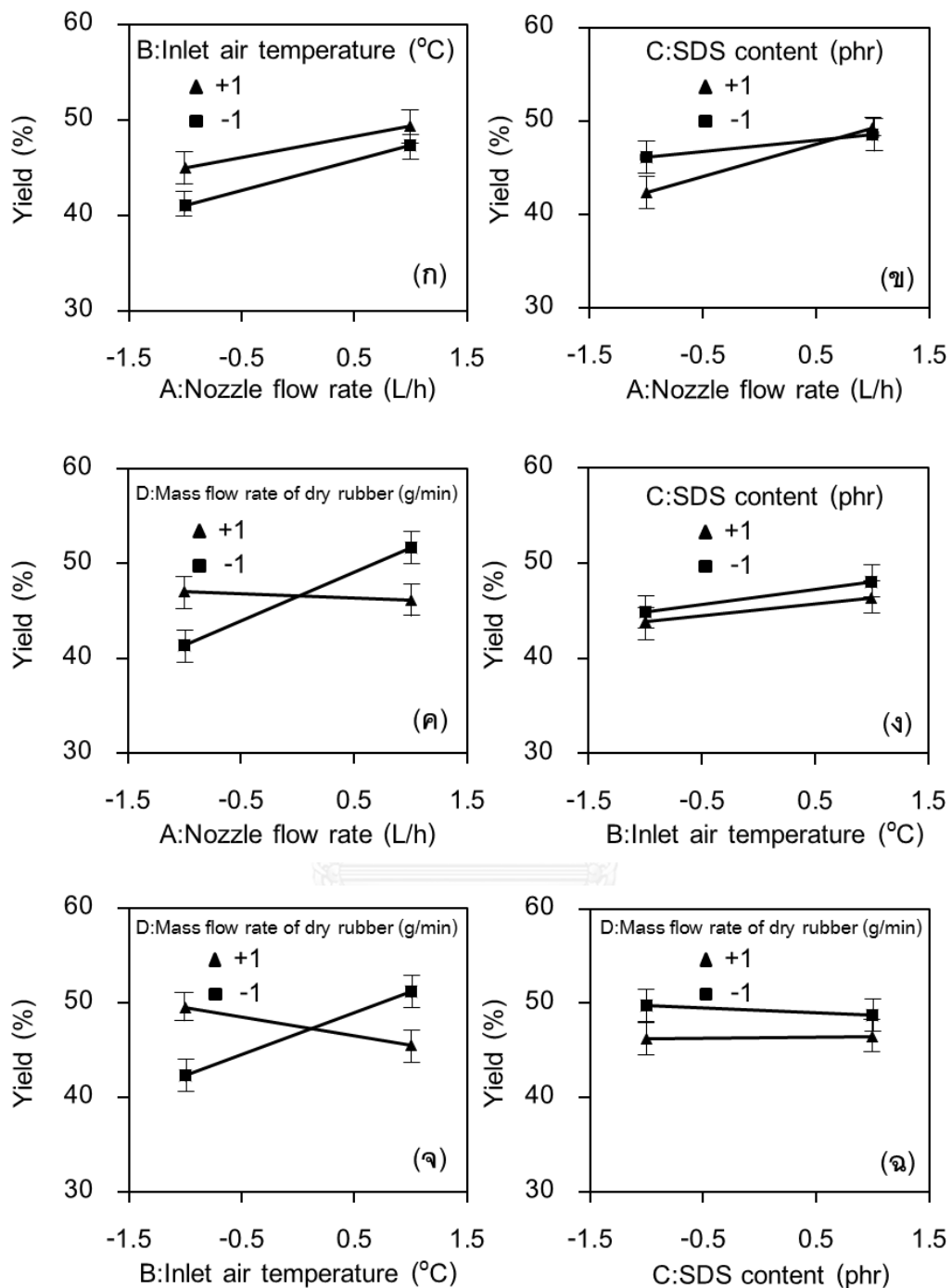
อันตรกิริยาระหว่างอุณหภูมิร้อนขาเข้ากับอัตราการไหลของเนื้อยางแห้ง (BD) ดังแสดงในเส้นกราฟที่ตัดกัน และสอดคล้องกับผลของ P-value จากตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ภาวะที่ได้จากการทดลองความแปรปรวนแบบ 2^4 แฟกทอเรียล ต่อร้อยละผลได้ของผงยางแห้ง

Effect	Sum of Squares	DF ¹	Mean Square	F – Value ²	Prob > F ³ (P – Value)
Model	1434.86	15	95.66	5.86	0.0004
A	209.66	1	209.66	12.84	0.0023
B	63.20	1	63.20	3.87	0.0657
C	15.55	1	15.55	0.95	0.3427
D	54.26	1	54.26	3.32	0.0859
AB	4.81	1	4.81	0.29	0.5942
AC	108.74	1	108.74	6.66	0.0194
AD	96.85	1	96.85	5.93	0.0262
BC	0.95	1	0.95	0.06	0.8124
BD	157.04	1	157.04	9.62	0.0065
CD	3.31	1	3.31	0.20	0.6583
ABC	52.86	1	52.86	3.24	0.0897
ABD	108.45	1	108.45	6.64	0.0196
ACD	423.19	1	423.19	25.92	< 0.0001
BCD	86.10	1	86.10	5.27	0.0346
ABCD	49.88	1	49.88	3.05	0.0985
Curvature	37.97	1	37.97	2.33	0.1456
Pure Error	277.55	17	16.33		
Cor Total	1750.38	33			

¹ Degree of freedom, ²Test for comparing model variance with (error) variance,

³probability value

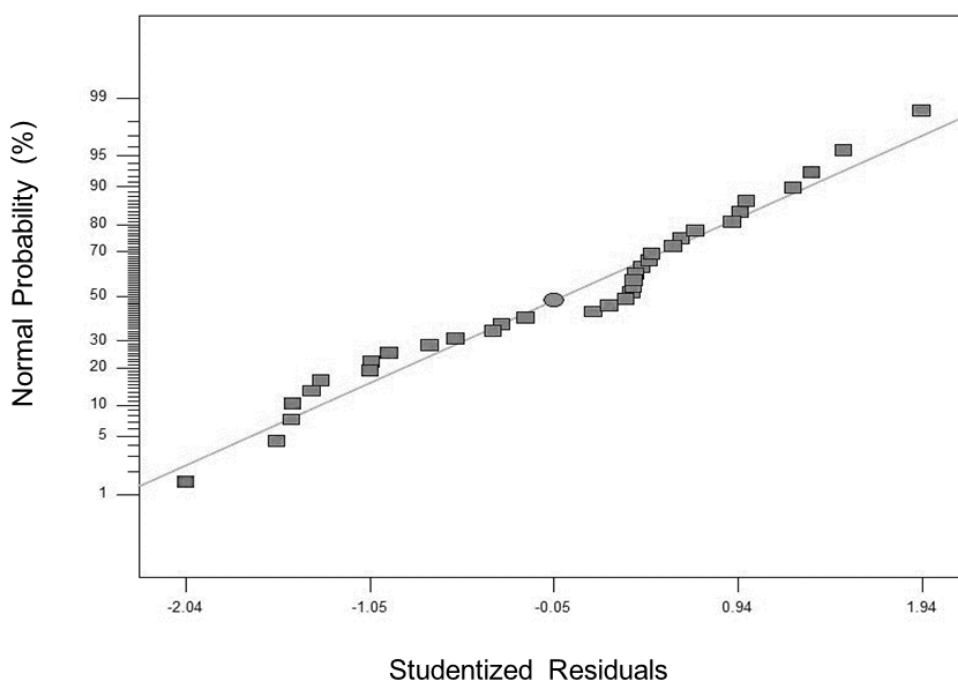


รูปที่ 4.1 แสดงผลของอันตรกิริยาระหว่างตัวแปรต่างๆต่อร้อยละผลได้ของปัจจัย A อัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด [ลิตร/ชั่วโมง], ปัจจัย B อุณหภูมิลมร้อนขาเข้า [องศาเซลเซียส], ปัจจัย C ปริมาณสารลดแรงตึงผิว SDS [phr] และปัจจัย D อัตราการไหลของเนื้อยางแห้ง [กรัม/นาที] โดยค่าของตัวแปรจะอยู่ในช่วง -1 (ค่าต่ำสุด) ถึง +1 (ค่าสูงสุด)

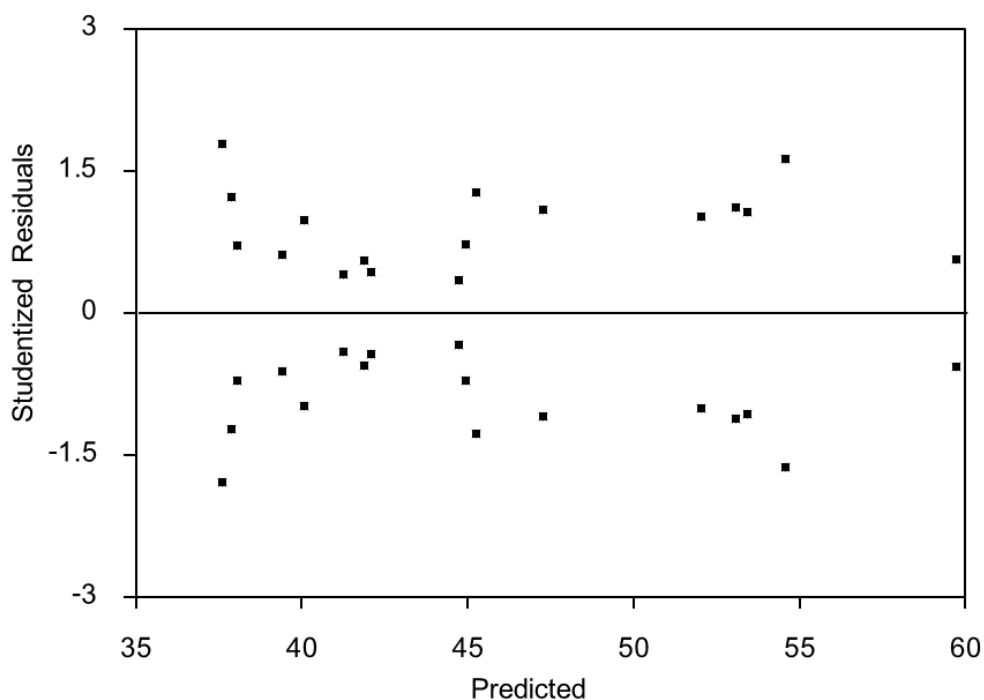
หลังจากนั้นนำข้อมูลที่ได้จากตารางที่ 4.1 มาคำนวณใหม่ โดยทำการตัดตัวแปรที่มีค่า P-value มากกว่า 0.05 เนื่องจากไม่มีผลกระทบต่อร้อยละผลได้ แล้วนำมาคำนวณเป็นสมการถดถอยของร้อยละผลได้ ดังแสดงในสมการดังต่อไปนี้

$$\%Yield = 45.76 + 2.56A + 1.84 AC - 1.74AD - 2.22BD - 1.84ABD + 3.64 ACD - 1.64BCD \quad (4.1)$$

เมื่อพิจารณาการแจกแจงส่วนตกค้างที่ได้จากการเปรียบเทียบค่าร้อยละผลได้ ดังรูปที่ 4.2 พบว่าส่วนตกค้างมีการแจกแจงใกล้เคียงกับเส้นทแยงในกราฟซึ่งเป็นการแจกแจงแบบปกติ และเมื่อพิจารณาจากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างส่วนตกค้างกับค่าที่คำนวณได้จากสมการ ดังแสดงในรูปที่ 4.3 พบว่าส่วนตกค้างมีการกระจายตัวอย่างไม่มีรูปแบบที่แน่นอน ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าสมการดังกล่าวเป็นสมการที่สามารถอธิบายพฤติกรรมของข้อมูลการทดลองได้ดี



รูปที่ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างความน่าจะเป็นของการแจกแจงแบบปกติกับส่วนตกค้าง



รูปที่ 4.3 ความสัมพันธ์ระหว่างส่วนตกค้างกับร้อยละผลได้ที่คำนวณได้จากสมการ (4.1)

จากสมการร้อยละผลได้ที่ข้างต้นพบความสำคัญของตัวแปรดังนี้ ค่าของตัวแปรจะอยู่ในช่วงเงื่อนไข -1 (ค่าต่ำสุด) ถึง $+1$ (ค่าสูงสุด) กล่าวคือ ตัวแปร A ถ้ามีค่าเป็นบวกหมายความว่าร้อยละผลได้มีค่ามากขึ้น และยังมีสัมประสิทธิ์มากเป็นลำดับที่สอง โดยเป็นรองเพียง ACD ซึ่งเป็นตัวแปรสหสัมพันธ์ที่มีความซับซ้อนและควบคุมได้ยากกว่ามาก จากข้อมูลสมการดังกล่าวสามารถนำไปหาภาวะที่เหมาะสมได้โดยใช้ Solver ในโปรแกรม MS Excel พบค่าที่ให้ร้อยละผลได้สูงสุดดังแสดงในตารางที่ 4.2

จากข้อมูลดังกล่าวพบว่าภาวะที่ให้ร้อยละผลได้อยู่ที่มุมหนึ่งของปริภูมิในการทดลอง (ดังแสดงด้วยกราฟแสดงผิวการตอบสนองต่อร้อยละผลได้ดังแสดงในภาคผนวก ข) จึงอาจเป็นเพียงค่าสูงสุดเฉพาะที่ (Local maximum) ดังนั้นผู้วิจัยจึงได้ทำการศึกษาหาค่าสูงสุดครอบคลุม (Global maximum) โดยนำภาวะในตารางที่ 4.2 มาขยายขอบเพื่อศึกษาผลของการเพิ่มเฉพาะค่าตัวแปร A โดยทำการเพิ่มเป็น 750 และ 800 ลิตรต่อชั่วโมง (อัตราการไหลของอากาศสูงสุดที่เครื่องพ่นแห่งนี้ใช้งานได้คือ 800 ลิตรต่อชั่วโมง ผลการทดลองพ่นแห้งจริงด้วยการแปรผันตัวแปรเดียว (Univariate) แสดงในตารางที่ 4.3 พบว่าอัตราการไหลของอากาศ 700 ลิตรต่อชั่วโมง ยังให้ร้อยละผลได้มากที่สุดดั้งเดิม แสดงว่าภาวะดังกล่าวเป็นภาวะที่เหมาะสมแบบครอบคลุมด้วย ซึ่งสามารถใช้เหตุผลทางกายภาพอธิบายได้ว่า การปรับอัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีดมากขึ้น จะมีผลทำให้ขนาดของ

อนุภาคละอองน้ำภายในขั้นตอนการอบแห้งมีขนาดเล็กลง เมื่ออนุภาคยางคอมปาวด์มีขนาดเล็กเกินไป อาจส่งผลให้ไซโคลนไม่สามารถแยกอนุภาคขนาดเล็กๆ เหล่านั้นออกจากอากาศได้ จึงสูญเสียไปจากระบบ อย่างไรก็ตามอนุภาคยางคอมปาวด์ที่ได้จากทุกการทดลองมีร้อยละความชื้นเพียง 0.02-1.72 ดังแสดงในภาคผนวก ข โดยสรุปการศึกษานี้พบภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการพ่นแห้งดังแสดงในตารางที่ 4.4 ซึ่งให้ร้อยละผลได้สูงสุดเท่ากับ 59.72 และร้อยละความชื้นเท่ากับ 0.73

ตารางที่ 4.2 ภาวะที่เหมาะสมที่ให้ร้อยละผลได้ของผงยางคอมปาวด์สูงสุด คำนวณจากสมการถดถอยของร้อยละผลได้

ตัวแปร A	ตัวแปร B	ตัวแปร C	ตัวแปร D	
อัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด (L/h)	อุณหภูมิลมร้อนขาเข้า (°C)	ปริมาณสารลดแรงตึงผิว SDS (phr)	อัตราการไหลของเนื้อยางแห้ง (g/min)	ร้อยละผลได้ ¹ (%)
1.00	-1.00	1.00	1.00	57.76

ร้อยละผลได้¹ คำนวณจากสัดส่วนน้ำหนักของผงยางที่เก็บได้จากไซโคลนและถ้วยเก็บสาร เทียบกับน้ำหนักของแข็งทั้งหมดในน้ำยางคอมปาวด์ ดังแสดงในภาคผนวก ก

ตารางที่ 4.3 แสดงผลการทดลองขยายขอบของภาวะการทดลองโดย เปลี่ยนค่าของตัวแปร A ให้มีค่าเพิ่มมากขึ้น ส่วนตัวแปรอื่นคงที่ดังนี้ ตัวแปร B มีค่า (-1) 110 °C , ตัวแปร C มีค่า (+1) 35 phr, ตัวแปร D มีค่า (+1) 1.74 กรัม/นาที

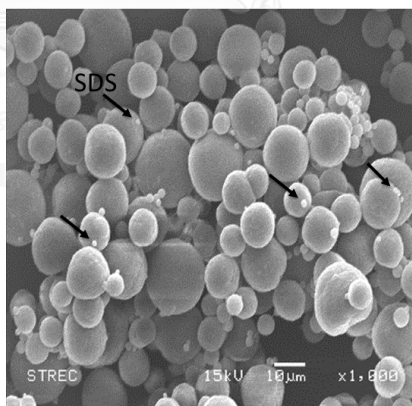
อัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด (A)		
700 ลิตร/ชั่วโมง	750 ลิตร/ชั่วโมง	800 ลิตร/ชั่วโมง
ร้อยละผลได้	ร้อยละผลได้	ร้อยละผลได้
59.72 ± 0.06	47.18 ± 0.06	44.73 ± 0.06

ตารางที่ 4.4 สรุปภาวะที่เหมาะสมในการพ่นแห้ง

อัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด (L/h)	อุณหภูมิลมร้อนขาเข้า (°C)	ปริมาณสารลดแรงตึงผิว SDS (phr)	อัตราการไหลของเนื้อยางแห้ง (g/min)	ร้อยละผลได้ (%)	ร้อยละความชื้น (%)
700	110	55	1.74	59.72	0.73

4.2 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานของผงยาง

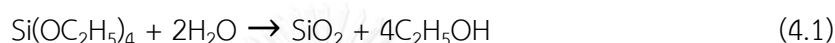
เมื่อศึกษาขงคอมปาวด์ที่ผ่านการพ่นแห้ง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.4 พบว่าขนาดของยางคอมปาวด์ที่ผ่านการพ่นแห้ง มีขนาดอนุภาค 8 – 20 ไมโครเมตร และมีอนุภาคของโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) เกาะอยู่บริเวณของผิวยางบางส่วน เนื่องมาจากมีการใช้ SDS ในปริมาณที่สูง เพื่อป้องกันการอุดตันของหัวฉีดระหว่างกระบวนการพ่นแห้ง โดยใช้ปริมาณของ SDS 55.93 phr ในกระบวนการพ่นแห้ง ปัจจัยที่มีผลต่อขนาดอนุภาคคือ อัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด เมื่ออัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีดมีค่ามากส่งผลให้ละอองที่ออกจากหัวฉีดมีละอองขนาดเล็ก ทำให้ละอองของน้ำยางคอมปาวด์แห้งได้ง่ายและอนุภาคของผงยางที่ได้มีขนาดเล็ก ในทางตรงกันข้ามเมื่ออัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีดมีค่าน้อยจะทำให้อนุภาคของผงยางมีขนาดใหญ่ขึ้น และถ้าอัตราการไหลผ่านหัวฉีดมีค่าน้อยเกินไปจะทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นผงที่ติดกันและมีความชื้นสูง ในกระบวนการพ่นแห้งเมื่อใช้ระยะเวลาในการพ่นแห้งนานขึ้น มีผลทำให้อัตราการไหลผ่านหัวฉีดมีค่าลดลง เนื่องจากเกิดการอุดตันของน้ำยางคอมปาวด์บริเวณหัวฉีด ดังนั้นในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยจึงได้ทำการทำความสะอาดหัวฉีดในระหว่างกระบวนการพ่นแห้งเพื่อป้องกันการอุดตัน โดยใช้เวลา 10 นาทีในการทำความสะอาด



รูปที่ 4.4 การกระจายตัวของขนาดผงยางที่ได้จากการพ่นแห้ง ที่ภาวะอัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด 700 L/h, อุณหภูมิลมร้อนเข้า 110 °C, ปริมาณสารลดแรงตึงผิว SDS 55 phr, อัตราการไหลของเนื้อยางแห้ง 1.74 g/min

4.3 ผลของเวลาที่ใช้ในการเคลือบซิลิกาด้วยการพอกพูนไอเคมี

หลังจากได้ภาวะที่เหมาะสมในการพ่นแห้ง ผู้วิจัยได้ทำการศึกษาการเคลือบซิลิกาด้วยวิธี CVD โดยใช้สารละลาย TEOS และศึกษาผลของการใช้ระยะเวลาในการเคลือบ ตั้งแต่เวลา 2, 4, 8, 24 และ 48 ชั่วโมง ควบคุมอุณหภูมิที่ 60 องศาเซลเซียส ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ แล้วทดสอบหา % ซิลิกา ด้วย TGA พบว่าเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นอนุภาคจะมีปริมาณซิลิกาเพิ่มมากขึ้น โดยคำนวณจากน้ำหนักสารที่ไม่สลายตัว ณ อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เทียบกับอนุภาคยางคอมปาวด์ที่ผ่านการพ่นแห้งตามสมการที่ (3.1) อันเนื่องมาจากระยะเวลาที่เพิ่มมากขึ้นทำให้ปฏิกิริยาในการเกิดซิลิกาเพิ่มมากขึ้นด้วย โดยมีสมการแสดงปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นดังนี้ [11]

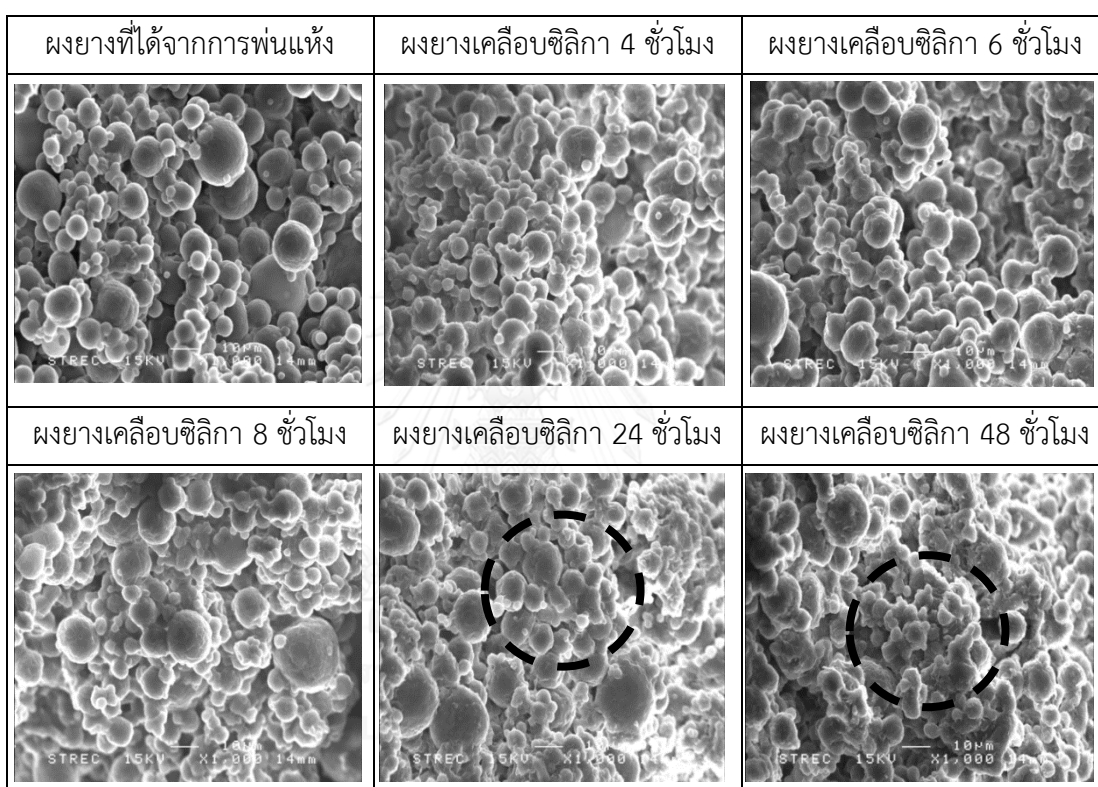


จากการศึกษาโครงสร้างทางสัณฐานวิทยาของผงยางที่ใช้เวลาในการเคลือบด้วยซิลิกาเป็นเวลา 2 – 48 ชั่วโมง ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 1,000 เท่า ดังรูปที่ 4.5 พบว่าเมื่อระยะเวลาในการเคลือบซิลิกาเพิ่มมากขึ้น จะทำให้อนุภาคที่ถูกเคลือบมีการติดกันเป็นก้อนเพิ่มมากขึ้น อันเนื่องมาจากมีการเชื่อมกันของโครงข่ายซิลิกามากขึ้น โดยสังเกตได้จากร้อยละการเปลี่ยนของ TEOS (% TEOS conversion) ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเกิดซิลิกา โดยผลการทดสอบหาค่าการสลายตัวเชิงความร้อนนำมาคำนวณหาปริมาณของซิลิกาที่เกิดขึ้นตามสมการที่ 4.1 พบว่าเมื่อระยะเวลาที่ใช้การเคลือบซิลิกาเพิ่มมากขึ้นส่งผลทำให้เกิดปริมาณซิลิกาที่เพิ่มขึ้นดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 แสดงผลเปรียบเทียบปริมาณซิลิกาที่เกิดขึ้น และร้อยละการเปลี่ยนของ TEOS

ตัวอย่าง	ปริมาณของซิลิกา (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ร้อยละการเปลี่ยน ของ TEOS
ยางเคลือบซิลิกา 2 ชั่วโมง	3.10	58.64
ยางเคลือบซิลิกา 4 ชั่วโมง	3.20	58.14
ยางเคลือบซิลิกา 6 ชั่วโมง	3.40	62.17
ยางเคลือบซิลิกา 8 ชั่วโมง	8.20	63.34
ยางเคลือบซิลิกา 24 ชั่วโมง	17.05	65.78
ยางเคลือบซิลิกา 48 ชั่วโมง	28.95	65.87

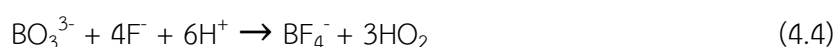
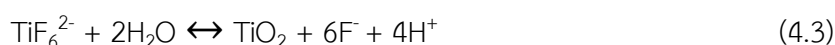
ในกรณีที่ใช้ระยะเวลาเคลือบซิลิกานานเกินไป จะทำให้อนุภาคของยางเชื่อมติดกันมากจนทำให้อนุภาคติดกันเป็นก้อน ดังนั้นเวลาที่เหมาะสมที่สุดในการเคลือบซิลิกาด้วย CVD ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส คือ 8 ชั่วโมง โดยให้ปริมาณซิลิการ้อยละ 8.20 โดยน้ำหนัก รายละเอียดดังตารางที่ 4.5 และมีร้อยละการเปลี่ยน (% TEOS conversion) 63.34 % เนื่องจากให้อนุภาคที่ไม่ติดกันตามที่ต้องการ



รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายอิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของยางที่ผ่านการพ่นแห้ง, ยางที่ผ่านการพ่นแห้งที่เคลือบด้วยซิลิกาด้วยวิธีการพอกพูนทางเคมีที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลา 4, 6, 8, 24 และ 48 ชั่วโมง

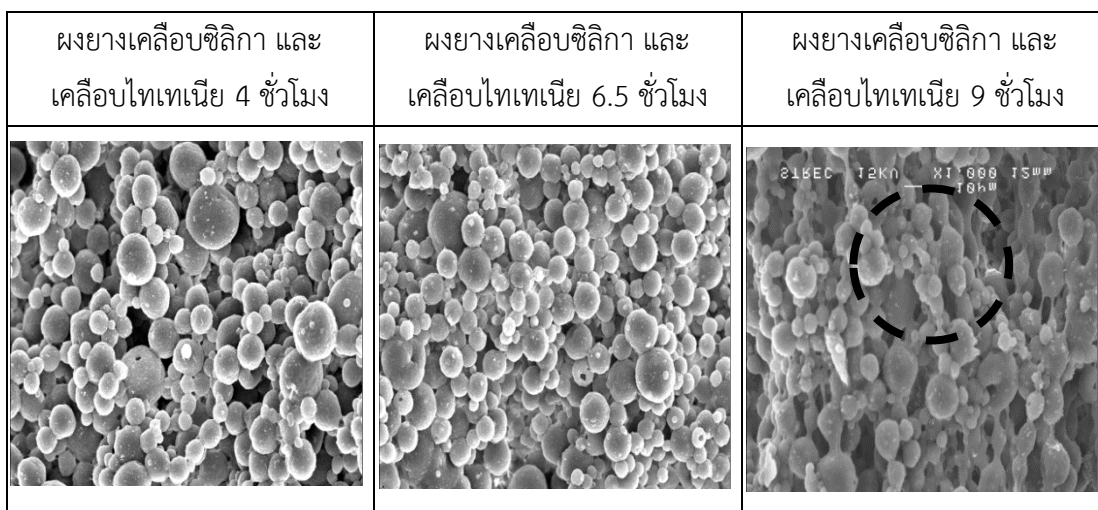
4.4 ผลของเวลาที่ใช้ในการเคลือบไทเทเนียมด้วยการพอกพูนเฟสของเหลว

หลังจากที่หาภาวะที่เหมาะสมในการพ่นแห้ง และภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบซิลิกาแล้ว ขั้นตอนต่อมาคือศึกษาการเคลือบไทเทเนียมลงบนอนุภาคยวที่ผ่านการเคลือบด้วยซิลิกาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง โดยศึกษาระยะเวลาในการเคลือบไทเทเนียมด้วยเทคนิควิธีพอกพูนเฟสของเหลว (LPD) โดยศึกษาผลของเวลาในการเคลือบ 4, 6.5 และ 9 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ โดยปฏิกิริยาการเกิดไทเทเนียมเป็นดังนี้ [18]



ไทเทเนียม (TiO_2) เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างสารละลายแอมโมเนียมเฮกซะฟลูออโรไทเทเนต (TIF_6^{2-}) กับน้ำ ดังสมการที่ (4.3) ซึ่งเป็นปฏิกิริยาที่ผันกลับได้ ดังนั้นจึงต้องใส่กรดบอริก (H_3BO_3) เพื่อช่วยจับกับฟลูออรีน (F^-) และไฮโดรเจนไอออน (H^+) ดังสมการที่ (4.4) ซึ่งเป็นปฏิกิริยาผันกลับไม่ได้ และในปฏิกิริยานี้มีการใช้ไฮโดรเจนไอออนมากกว่าที่ได้จากสมการ (4.3) จึงต้องผสมกรดไฮโดรคลอริกเพื่อเพิ่มปริมาณไฮโดรเจนไอออนในสารละลาย และเนื่องจากสารละลายไทเทเนียม (TIF_6^{2-}) มีความดันไอสูงเมื่อเทียบกับ TEOS ในการเคลือบไทเทเนียมจึงใช้วิธีพอกพูนเฟสของเหลว ซึ่งเป็นวิธีแช่ตัวอย่างในสารละลาย แทนการใช้วิธีวิธีการพอกพูนไอเคมี

จากการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของอนุภาคยวที่เคลือบไทเทเนียมด้วยเทคนิควิธีพอกพูนเฟสของเหลว ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า พบว่าอนุภาคจะยึดติดกันมากที่สุดเมื่อเวลาผ่านไป 4, 6.5 และ 9 ชั่วโมง ตามลำดับ ดังรูปที่ 4.6 แต่เนื่องจากจุดประสงค์ของผู้วิจัยคือ ต้องการผลิตภัณฑ์ที่มีความยืดหยุ่นและไม่ยึดติดกันเป็นก้อน เนื่องมาจากการเชื่อมกันของโครงข่ายซิลิกาและไทเทเนียม ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกเวลาที่ 6.5 ชั่วโมง เป็นภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบไทเทเนียม เนื่องจากเป็นเวลาที่ทำให้เกิดไทเทเนียมสูงสุดโดยอนุภาคไม่ยึดติดกันเป็นก้อน และจากผลการทดสอบการสลายตัวเชิงความร้อน พบว่าระยะเวลาที่ใช้ในการเคลือบไทเทเนียมเป็นเวลา 6.5 ชั่วโมง มีไทเทเนียมเกิดขึ้นร้อยละ 0.75 โดยน้ำหนัก



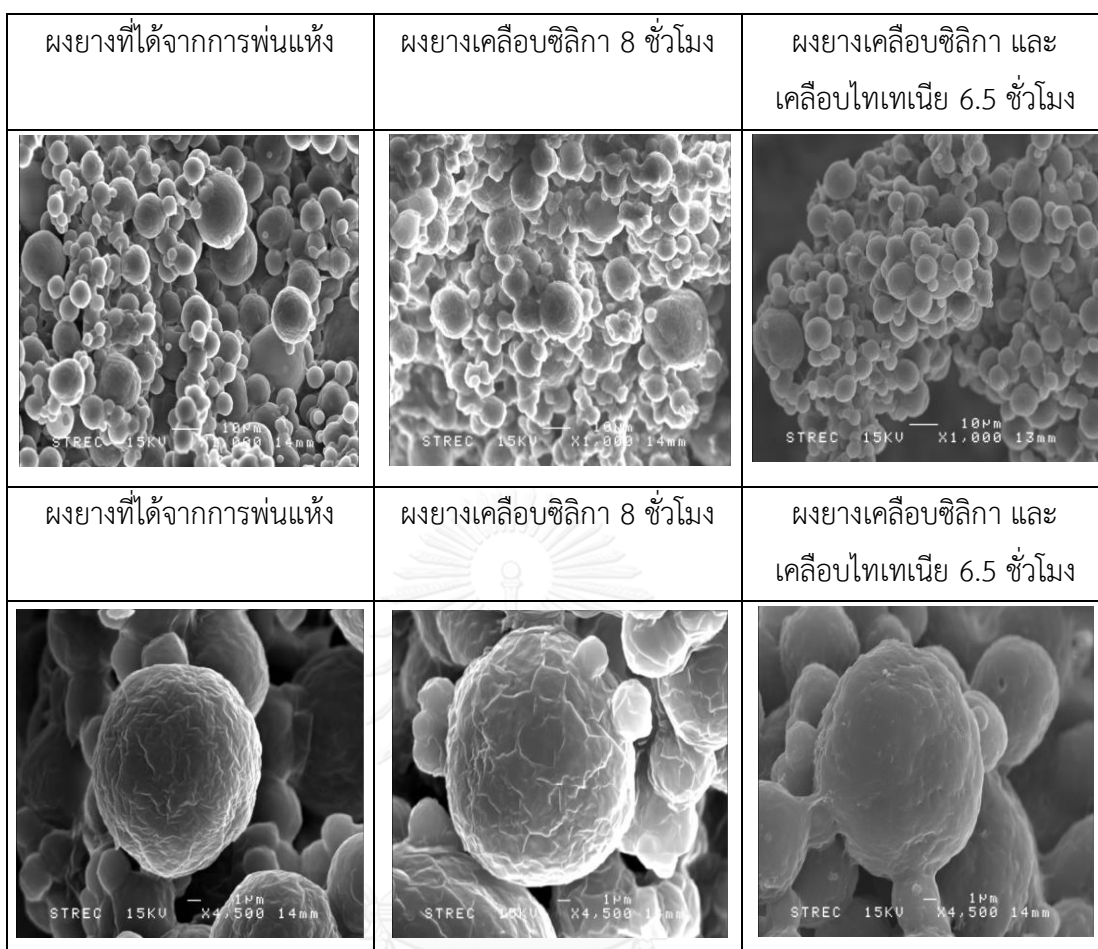
รูปที่ 4.6 ภาพถ่ายอิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของยางที่ผ่านการพ่นแห้งที่เคลือบด้วยซิลิกาด้วยวิธีการพอกพูนทางเคมี ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลา 8 ชั่วโมง ตามด้วยการเคลือบไทเทเนียมโดยวิธีพอกพูนเฟสของเหลว ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลา 4, 6.5 และ 9 ชั่วโมง

4.5 สมบัติทางสัณฐานวิทยาทางเคมีของผงบ่างคอมปาวด์ที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนียม

การศึกษาสมบัติทางสัณฐานวิทยาทางเคมีของผงบ่างคอมปาวด์ที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนียม ผู้วิจัยทำโดยการเปรียบเทียบผลิตภัณฑ์ที่ได้แต่ละขั้นตอน โดยวิเคราะห์สมบัติทางสัณฐานวิทยาและทางเคมีของผงบ่างคอมปาวด์ สมบัติการสลายตัวเชิงความร้อน สมบัติการเชื่อมขวางของผงบ่างคอมปาวด์ หมู่ฟังก์ชันและโครงสร้าง และสมบัติเชิงกล รายละเอียดดังต่อไปนี้

4.5.1 การหาสมบัติทางสัณฐานวิทยาและทางเคมีของยางคอมปาวด์จากเครื่อง SEM-EDX

ทำการศึกษาลักษณะสมบัติของอนุภาคยางหลังจากที่ผ่านแต่ละขั้นตอนทั้ง 3 ขั้นตอน ได้แก่ กระบวนการพ่นแห้ง, การเคลือบซิลิกา และการเคลือบไทเทเนียม พบว่าอนุภาคที่ได้จากแต่ละขั้นตอนมีลักษณะกลม มีขนาดระหว่าง 5 -20 ไมโครเมตร เมื่อพิจารณาลักษณะผิว พบว่าอนุภาคยางที่ผ่านกระบวนการพ่นแห้งมีความขรุขระเล็กน้อย และมีความขรุขระใกล้เคียงเดิมหลังจากผ่านการเคลือบซิลิกาด้วยวิธีพอกพูนไอเคมี เนื่องจากไอของ TEOS อาจแพร่เข้าไปในเนื้ออนุภาค และเปลี่ยนเป็นซิลิกา จึงไม่เปลี่ยนสัณฐานของผบ่างอนุภาคมากนัก แต่หลังจากการเคลือบไทเทเนียมแล้ว พบว่าที่พื้นผิวมีความเรียบอันเนื่องมาจาก ในขั้นตอนการเคลือบไทเทเนียมใช้น้ำเป็นตัวทำละลายมีผลทำให้สาร SDS ที่ใช้ในกระบวนการพ่นแห้งบางส่วนหลุดออกจากผิว ดังแสดงในรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงบดคอมปาวด์, ผงบดที่เคลือบด้วยซิลิกาด้วยวิธีการพอกพูนไอเคมี ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และ ผงบดที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย โดยวิธีพอกพูนเฟสของเหลว ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยายขนาด 1,000 และ 4,500 เท่า

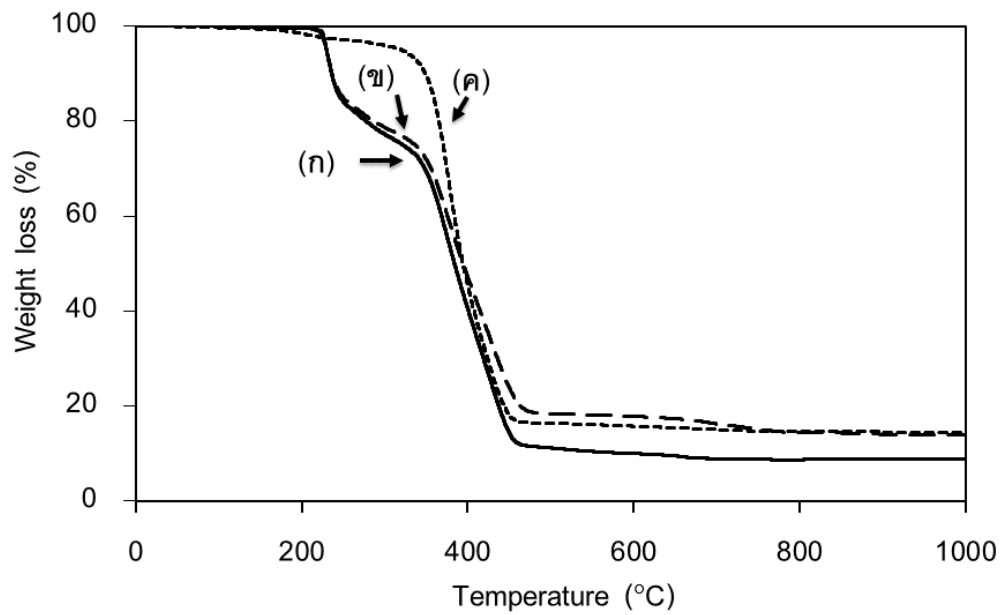
4.5.2 การหาสมบัติการสลายตัวเชิงความร้อน

จากการศึกษาสมบัติการสลายตัวเชิงความร้อนเพื่อหาปริมาณของซิลิกาและไทเทเนียที่เกิดขึ้นเปรียบเทียบระหว่างผงบดคอมปาวด์ ผงบดที่เคลือบด้วยซิลิกา และผงบดที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย ด้วย TGA โดยใช้อุณหภูมิทดสอบในช่วง 80 - 1000 องศาเซลเซียส ได้ผลดังรูปที่ 4.8 เมื่อพิจารณากราฟของ DTG ดังรูปที่ 4.9 พบว่ามีการสลายตัวเชิงความร้อน 4 ช่วง ช่วงแรกผงบดคอมปาวด์เริ่มมีการสลายตัวที่อุณหภูมิ 80 - 100 องศาเซลเซียส อันเนื่องมาจากการระเหยของน้ำในผงบด โดยมีปริมาณน้อยกว่าร้อยละ 1 ช่วงที่สองที่ 200 - 260 องศาเซลเซียส เนื่องจากมี

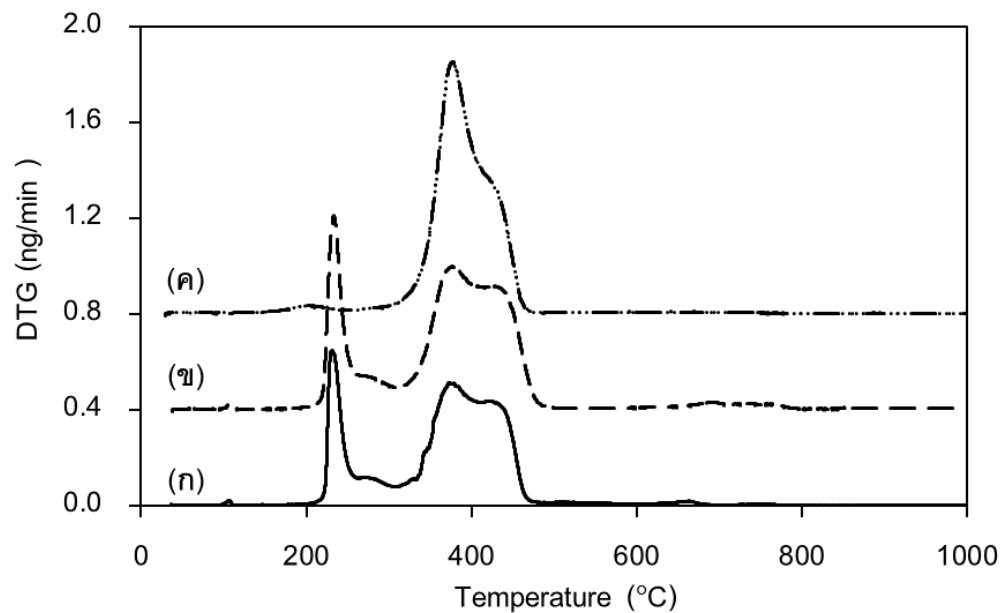
การสลายของยางและสารลดแรงตึงผิว SDS โดยเปรียบเทียบกับผลการสลายตัวเชิงความร้อนกับ SDS เพียงอย่างเดียว ดังรูปที่ 4.10 พบว่ามีการสลายตัวในช่วงอุณหภูมิ 190 -260 องศาเซลเซียสอันเป็นผลสอดคล้องแสดงให้เห็นถึงการสลายตัวของ SDS ส่วนช่วงที่สาม 260 – 440 องศาเซลเซียส เป็นผลมาจากการสลายตัวของเนือยาง และช่วงที่สี่คือ 640 – 780 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงถึงการสลายตัวของสารที่ใช้เป็นส่วนประกอบของน้ำยางคอมปาวด์ เช่น โพลแทสเซียมคลอไรด์ ดิสเพิซชันกำมะถัน wingstay L และ DPG โดยสารเหล่านี้ผสมกับน้ำยางคอมปาวด์เพื่อใช้เป็นสารลดแรงตึงผิว สารช่วยทำให้เกิดการเชื่อมขวาง สารช่วยป้องกันยางเสื่อมสภาพ และสารเร่งให้ยางสุกตามลำดับ นอกจากนี้พบว่ามีเถ้าเหลือที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เท่ากับ 10.2% เนื่องจากสารประกอบในน้ำยางคอมปาวด์บางชนิดมีอุณหภูมิในการสลายตัวมากกว่า 1000 องศาเซลเซียส เช่น โพลแทสเซียมไฮดรอกไซด์ แคลเซียมคาร์บอเนต และดิสเพิซชันซิงก์ออกไซด์ โดยสารเหล่านี้ผสมกับน้ำยางคอมปาวด์เพื่อใช้เป็นสารลดแรงตึงผิวในน้ำยาง สารให้ความแข็งแรงแก่ยาง และสารเร่งให้ยางสุกตามลำดับ

หลังจากการทดสอบกับผงยางคอมปาวด์ที่ผ่านการเคลือบซิลิกา พบว่ามีการสลายตัวเชิงความร้อนที่เหมือนกันยางคอมปาวด์โดยดูจากกราฟ DTG พบการสลายตัว 4 ช่วงเหมือนผงยางที่ยังไม่ได้ผ่านกระบวนการเคลือบซิลิกา นอกจากนี้ยังพบว่าให้เถ้าเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 14.04 โดยปริมาณเถ้าที่เพิ่มขึ้นเป็นผลมาจากกระบวนการเคลือบซิลิกา

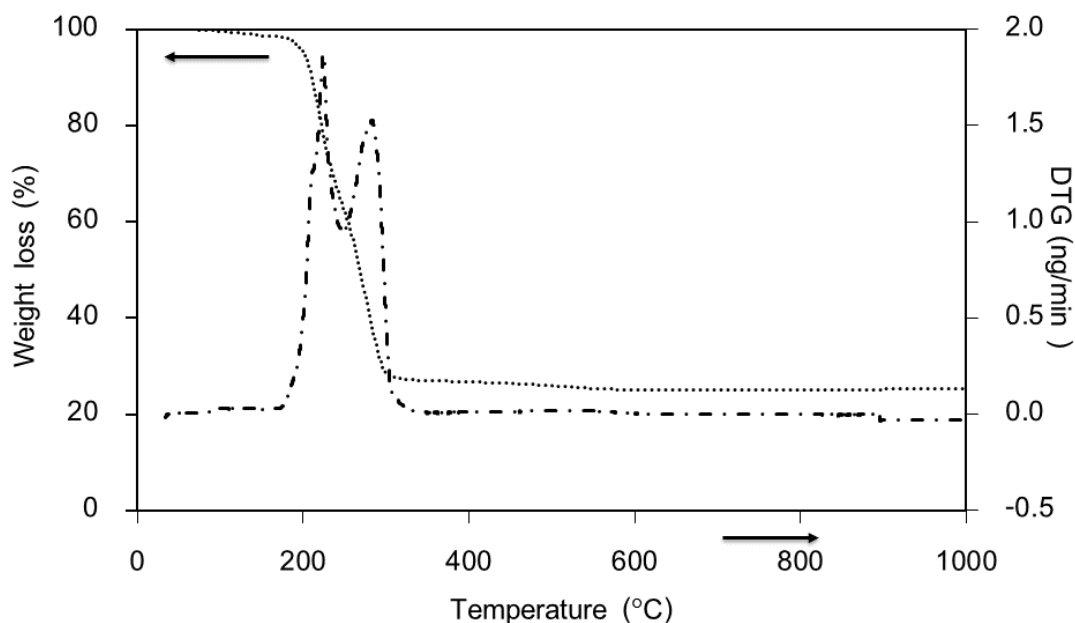
หลังจากผงยางผ่านการเคลือบซิลิกาเป็นเวลา 8 ชั่วโมงและไทเทเนีย 6.5 ชั่วโมง พบว่าค่าการสลายตัวเชิงความร้อนเปลี่ยนไป โดยดูจากกราฟ DTG ที่แสดงให้เห็นว่าช่วงการสลายตัวที่ 210 – 230 องศาเซลเซียสมีปริมาณน้อยลง อันเนื่องมาจากในกระบวนการเคลือบไทเทเนียด้วยเทคนิค LPD ซึ่งเป็นการใช้ น้ำเป็นตัวทำละลาย ทำให้ SDS ที่เกาะอยู่บางส่วนละลายออกไป ส่งผลให้ปริมาณการสลายตัวลดลง อีกทั้งไม่พบการสลายตัวเชิงความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 640 -780 องศาเซลเซียส เนื่องจากสารประกอบในน้ำยางที่ตกค้างได้แก่ โพลแทสเซียมคลอไรด์ ดิสเพิซชันกำมะถัน wingstay L และ DPG ได้ละลายในน้ำเช่นกันและพบว่าให้เถ้าเพิ่มขึ้นร้อยละ 14.53 ซึ่งแสดงถึงการมีปริมาณของไทเทเนียที่เกิดขึ้น และเมื่อเทียบปริมาณเถ้าพบว่าในการเคลือบซิลิกามีปริมาณของซิลิกาเกิดขึ้นร้อยละ 3.6 และหลังจากการเคลือบไทเทเนียมีปริมาณของไทเทเนียเกิดขึ้นร้อยละ 0.49



รูปที่ 4.8 ผลการสลายตัวเชิงความร้อน (TGA) เปรียบเทียบของ (ก) พงยางคอมปาวด์ (ข) พงยางเคลือบด้วยซิลิกาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง และ (ค) พงยางเคลือบด้วยซิลิกาและเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนเป็นเวลา 6.5 ชั่วโมง



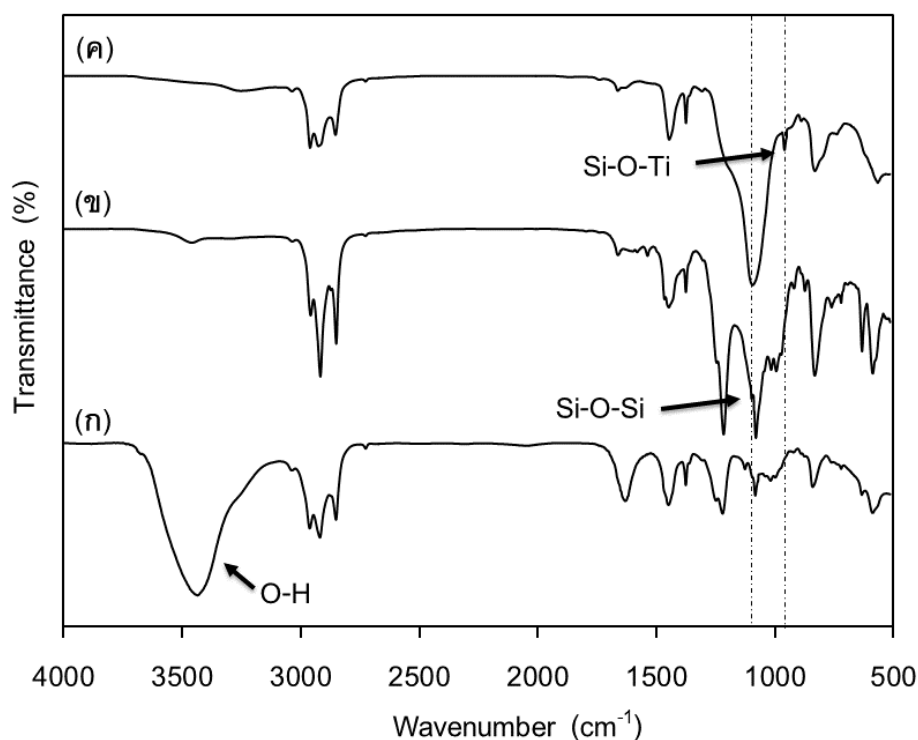
รูปที่ 4.9 อัตราการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก (DTG) เปรียบเทียบของ (ก) พงยางคอมปาวด์ (ข) พงยางเคลือบด้วยซิลิกาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง และ (ค) พงยางเคลือบด้วยซิลิกาและเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนเป็นเวลา 6.5 ชั่วโมง



รูปที่ 4.10 ผลการสลายตัวเชิงความร้อน (TGA) และอัตราการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก (DTG) ของสารลดแรงตึงผิว SDS

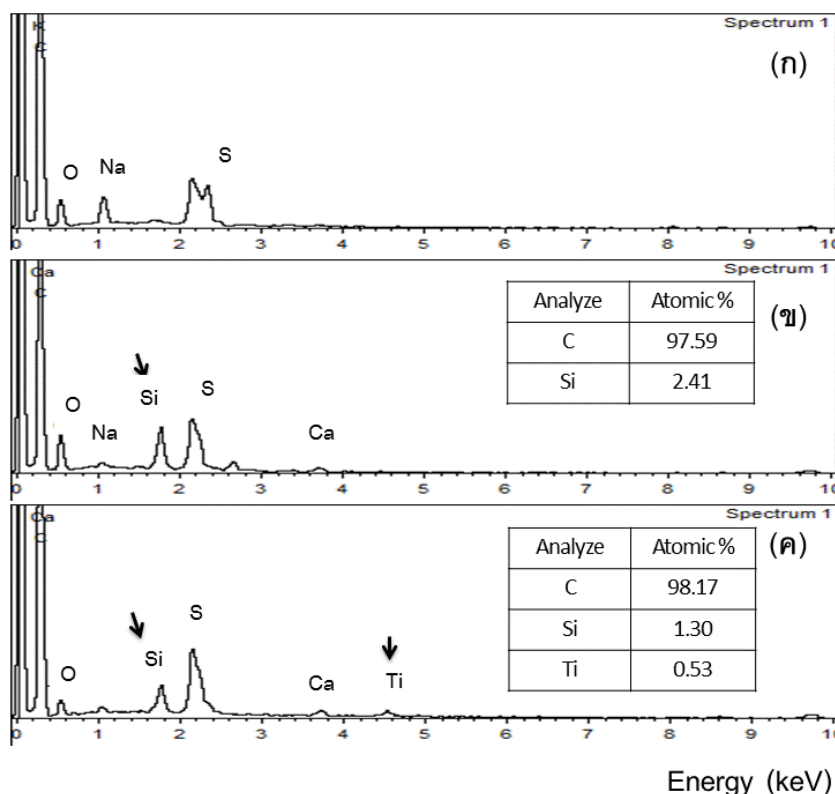
4.5.3 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างของผงยางคอมปาวด์ ผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกา และผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย

ได้ทำการทดสอบเพื่อยืนยันโครงสร้างของซิลิกา และไทเทเนียที่เกิดขึ้น โดยการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy (FTIR) ของผงยางคอมปาวด์ ผงยางที่เคลือบด้วยซิลิกา และผงยางที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย เมื่อพิจารณารูปพบว่า พิกที่มีจำนวนคลื่นช่วง $3000 - 3800 \text{ cm}^{-1}$ แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน O-H bending อันเนื่องมาจากการดูดซับโมเลกุลของน้ำ หลังจากการนำผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกาและไทเทเนียพบพิกที่ 1100 และ 960 cm^{-1} อันแสดงถึง Si-O-Si และ Si-O-Ti ตามลำดับ [30] แสดงถึงการเชื่อมกันระหว่าง SiO_2 - TiO_2 เมื่อพิจารณาหมู่ O-H พบว่ามีปริมาณน้อยลงเมื่อผ่านการเคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย เนื่องจากหมู่ O-H ถูกเปลี่ยนเป็น O-Si หลังจากการเคลือบซิลิกา และเปลี่ยนเป็น O-Ti หลังจากการเคลือบไทเทเนีย ดังแสดงในรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.11 ผลจากเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) ของ (ก) ผงยาง (ข) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง และ (ค) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนียเป็นเวลา 6.5 ชั่วโมง

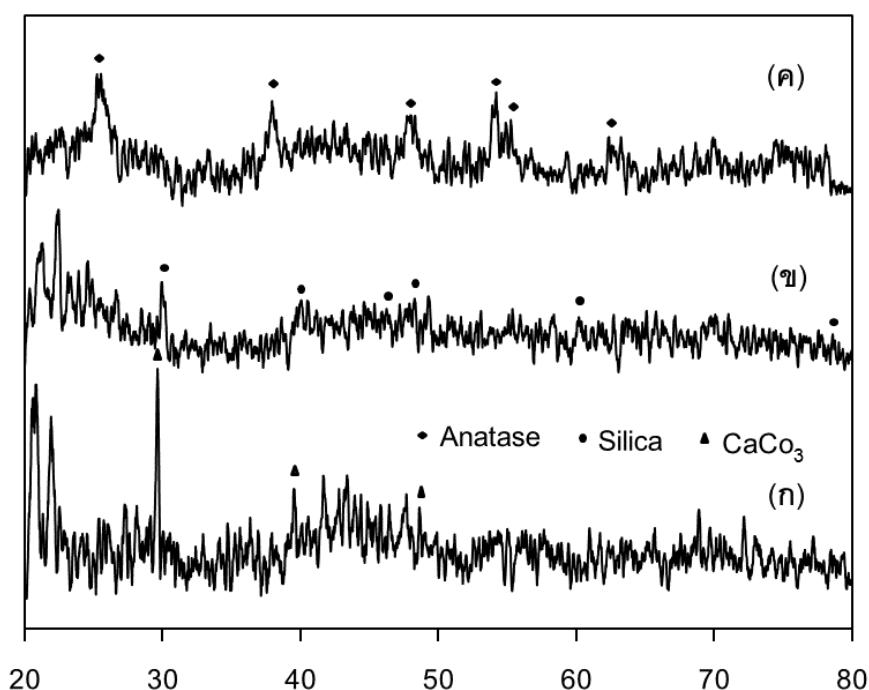
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค SEM-EDX เพื่อวิเคราะห์ธาตุ ดังแสดงในรูปที่ 4.12 พบว่าหลังจากนำผงยางเคลือบด้วยซิลิกาแล้วจะพบพีคของ Si เกิดขึ้น แสดงถึงว่ามีซิลิกาเกิดขึ้น มีร้อยละซิลิกาโดยอะตอมเท่ากับ 2.41 และหลังจากการนำผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนียพบพีคของ Si และ Ti แสดงว่ามีซิลิกาและไทเทเนียเกิดขึ้นเพิ่มเติม โดยความสูงของพีค Ti ยังน้อยกว่า Si เนื่องจากปริมาณของไทเทเนียที่เกิดขึ้นบนผิวยางมีปริมาณน้อยเมื่อเทียบกับปริมาณของซิลิกาที่เกิดขึ้น โดยมีร้อยละซิลิกา เท่ากับ 1.30 ซึ่งมีค่าลดลงเนื่องจากผงยางมีไทเทเนียเพิ่มขึ้น และมีร้อยละไทเทเนียเท่ากับ 0.53 โดย EDX สามารถตรวจสอบธาตุได้ที่ความลึก 1 – 3 ไมโครเมตร ซึ่งเป็นการหาปริมาณธาตุที่เกิดขึ้นบนผิวของผงยางเท่านั้น



รูปที่ 4.12 ผลจากเทคนิค Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) ของ (ก) ผงยาง (ข) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง และ (ค) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาและเคลือบด้วยไทเทเนียเป็นเวลา 6.5 ชั่วโมง

การพิสูจน์หาโครงสร้างผลึกของซิลิกาและไทเทเนียทดสอบโดยใช้เทคนิค XRD ดังแสดงในรูปที่ 4.13 ทดสอบที่มุม 2θ ในช่วง 20 – 80 องศา โดยผงยางที่ผ่านการพ่นแห้งพบโครงสร้างผลึกของแคลเซียมคาร์บอเนต เกิดขึ้นที่มุม 29.45, 39.42 และ 48.58 องศา แสดงถึงระนาบผลึก 104, 11-3 และ 116 ตามลำดับ (PDF No. 00-047-1743) ดังแสดงในภาคผนวก ง เนื่องจากแคลเซียมคาร์บอเนตเป็นสารตัวเติมหลักของน้ำยางคอมปาวด์ และหลังจากผงยางคอมปาวด์ผ่านการเคลือบด้วยซิลิกา พบโครงสร้างผลึกของซิลิกาที่เกิดขึ้นที่มุม 30.18, 40.06, 45.77, 48.64, 60.83 และ 77.19 องศา แสดงถึงระนาบผลึก 110, 011, 111, 120, 121 และ 031 ตามลำดับ (PDF No. 00-045-1374) และหลังจากนำผงยางที่ผ่านการเคลือบซิลิกามาเคลือบด้วยไทเทเนีย พบโครงสร้างผลึกแสดงถึงไทเทเนียในเฟสอนาเทสที่มุม 25.32, 37.8, 48.04, 53.89, 55.06 และ 62.75 องศา แสดงถึงระนาบผลึก 101, 004, 200, 105, 211 และ 204 ตามลำดับ (PDF No. 00-021-1272) โดยไม่มีฟีดของรูไทล์ (PDF No. 00-021-1276) ปรากฏจึงเป็นการยืนยันว่าในกระบวนการเคลือบไทเทเนียแบบ

วิธี LPD นี้ทำให้เกิดไทเทเนียเฟสอานาเทสจริง ไม่มีไทเทเนียในเฟสรูโพล์ผสมอยู่ โดยวิธีการเตรียมอานาเทสวิธีนี้มีข้อดี คือสามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิต่ำ (น้อยกว่า 70°C) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Gang และคณะ [18] จึงเหมาะสมกับยางธรรมชาติซึ่งมีเสถียรภาพทางความร้อนต่ำ ต่างจากวิธีการเตรียมไทเทเนียโดยทั่วไปเพื่อให้ได้อานาเทส จะต้องผ่านการแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิที่สูงกว่า 300 องศาเซลเซียส [31-33]



รูปที่ 4.13 ผลวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ (ก) ผงยาง (ข) ผงยางที่ผ่านการเคลือบซิลิกา และ (ค) ผงยางที่ผ่านการเคลือบซิลิกาและไทเทเนีย

4.5.4 การเชื่อมขวางของผงยางคอมปาวด์

จากการทดสอบการเชื่อมขวางของผงยางคอมปาวด์โดยการวัดอัตราการบวมตัว (Swelling ratio) แล้วเปรียบเทียบค่าการบวมตัวระหว่าง ผงยางคอมปาวด์ ผงยางคอมปาวด์ที่ผ่านการเคลือบซิลิกา 2 - 48 ชั่วโมง และผงยางที่ผ่านการเคลือบซิลิกาที่เวลา 8 ชั่วโมง และ 6.5 ชั่วโมงตามลำดับ พบว่าอัตราการบวมตัวของผงยางคอมปาวด์มีค่าร้อยละการบวมตัวมากที่สุด (1.69) และลดลงเมื่อใช้ระยะเวลาในการเคลือบซิลิกานานขึ้น ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าผงยางคอมปาวด์ที่ผ่านการเคลือบซิลิกา และไทเทเนียมีเฟสที่เป็นของแข็ง (ซิลิกาและไทเทเนีย) ที่เพิ่มมากขึ้นทำให้การบวมตัวของเนื้อยางลดลง และเป็นผลมาจากการเชื่อมขวาง (Crosslink) ที่เพิ่มมากขึ้นทำให้โพลูอินมีการจับกับพันธะคู่

ของคาร์บอนในเนื้อยางได้น้อยลงอัน เนื่องมาจากซิลิกาไปจับกับพันธะกับยางในขั้นตอนการเคลือบซิลิกา จึงส่งผลให้มีอัตราการบวมตัวลดลง เมื่อพิจารณาอัตราการบวมตัวระหว่างผงยางที่เคลือบซิลิกาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง กับผงยางคอมปาวด์ที่เคลือบด้วยซิลิกา 8 ชั่วโมงตามด้วยไทเทเนีย 6.5 ชั่วโมง พบว่ามีค่าการบวมตัวเท่ากันที่ 1.12 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการเคลือบไทเทเนียไม่ได้เพิ่มการเชื่อมขวาง ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าการเคลือบซิลิกาทำให้ผงยางคอมปาวด์มีความคงตัวเพิ่มมากขึ้น และการเคลือบไทเทเนียไม่ได้ทำให้ผงยางคอมปาวด์มีความคงตัวเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากโครงสร้างของไทเทเนียจับกับโครงสร้างของซิลิกา และเนื่องจากมีปริมาณไทเทเนียหลังจากการเคลือบน้อยส่งผลกระทบต่อปริมาณสารที่เป็นของแข็งไม่ได้เพิ่มสูงขึ้น สอดคล้องกับการทดสอบการสลายตัวเชิงความร้อน (TGA) ดังแสดงในตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 อัตราการบวมตัว (Swelling ratio) ของผงยางคอมปาวด์, ผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกา 2-48 ชั่วโมง และผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย 8 ชั่วโมง

ตัวอย่างที่ทดสอบ	Swelling ratio
ผงยางคอมปาวด์	1.69
ผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกา 2 ชั่วโมง	1.52
ผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกา 4 ชั่วโมง	1.22
ผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกา 6 ชั่วโมง	1.17
ผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกา 8 ชั่วโมง	1.12
ผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกา 24 ชั่วโมง	1.02
ผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกา 48 ชั่วโมง	1.01
ผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกา 8 ชั่วโมง และเคลือบไทเทเนีย 6.5 ชั่วโมง	1.12

4.5.5 ผลการวิเคราะห์สมบัติเชิงกลของผงยางคอมปาวด์ ผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกา และผงยางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย

การทดสอบสมบัติเชิงกลของผงยางที่เคลือบด้วยซิลิกาและไทเทเนียด้วยเครื่องวัดความแข็งยาง Durometer shore A ตามมาตรฐาน ASTM D2240 สามารถหาได้ด้วยการหาค่าความแข็ง (hardness) เพื่ออ้างอิงในการเปรียบเทียบผลิตภัณฑ์ในขั้นตอนต่างๆ พบว่าค่าความแข็งของผงยางมีค่าน้อยที่สุด และเพิ่มขึ้นตามลำดับเมื่อผ่านกระบวนการเคลือบด้วยซิลิกา และการเคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย อันเนื่องมาจากการเพิ่มซิลิกาและไทเทเนียซึ่งเป็นสารที่มีเฟสเป็นของแข็งบน

ผิวของผงยาง ทำให้มีค่าความแข็งมากขึ้น แต่ให้ค่าความแข็งที่เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย จึงสรุปการทดสอบสมบัติเชิงกลว่า ยางแม้จะผ่านการเคลือบซิลิกาและไทเทเนียมซึ่งเป็นของแข็งก็ไม่ทำให้ยางมีความแข็งมากขึ้นอย่างมีนัยสำคัญจนทำให้ยางเสียความยืดหยุ่น ซึ่งตรงตามวัตถุประสงค์ของงานวิจัยที่เลือกใช้เป็นแกนกลางอันเนื่องมาจากสมบัติในด้านความยืดหยุ่นของยาง รายละเอียดดังตารางที่ 4.7

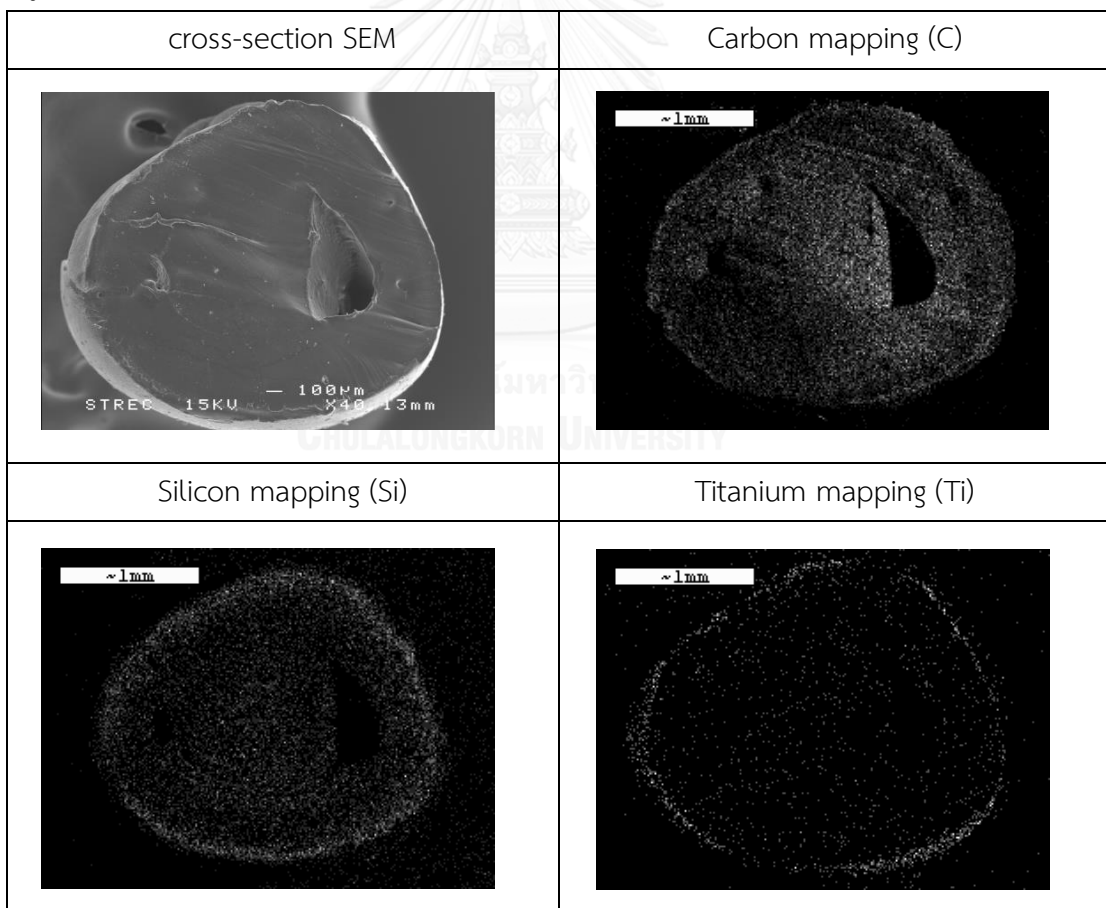
ตารางที่ 4.7 แสดงค่าความแข็ง (hardness) ของผงยาง ผงยางเคลือบซิลิกา และผงยางเคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนียม

ผงยาง	ค่าความแข็ง
ผงยาง	53.0 ± 1.2
ผงยางเคลือบซิลิกา	53.2 ± 1.3
ผงยางเคลือบซิลิกาและไทเทเนียม	53.6 ± 1.3

4.6 การทดสอบหาความเป็นแกนเปลือกของผลิตภัณฑ์ยางที่เตรียมได้โดยการเคลือบซิลิกาและไทเทเนียม

เนื่องจากผลิตภัณฑ์ยางที่เตรียมได้มีขนาดเล็ก 8 – 20 ไมโครเมตร และมีความยืดหยุ่น ทำให้ไม่สามารถตัดเพื่อวิเคราะห์ภาพตัดขวางได้ ดังนั้นจึงมีการเตรียมตัวอย่างเม็ดยางโดยการนำน้ำยางคอมพาวด์หยดด้วยหลอดหยดลงในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 2% นำเม็ดยางไปอบให้แห้งด้วยตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้เม็ดยางขนาด 1-2 มิลลิเมตร แล้วนำไปเคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนียม โดยใช้ภาวะเดียวกันกับการเตรียมผงยางเพื่อทดสอบความเป็นแกนเปลือก หลังจากได้เม็ดยางที่ผ่านการเคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนียมแล้ว นำไปถ่ายภาพตัดขวาง โดยนำเม็ดยางแช่ไนโตรเจนเหลวแล้วตัดด้วยมีด หลังจากนั้นนำไปเคลือบทอง แล้วทดสอบสมบัติทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ใช้โหมดวิเคราะห์ธาตุคาร์บอน (C) ซึ่งเป็นส่วนประกอบของยางซิลิกอน (Si) และไทเทเนียม (Ti) ซึ่งเป็นส่วนประกอบของไทเทเนียม ดังแสดงในรูปที่ 4.14 จากภาพพบว่าเม็ดยางมีช่องว่างในเม็ด ซึ่งเป็นผลมาจากกระบวนการทำให้ยางเป็นเม็ด และมีน้ำอยู่ภายในบางส่วน หลังจากการอบด้วยเครื่องอบแบบสุญญากาศทำให้น้ำระเหยออกไปกลายเป็นโพรงภายในเม็ดยาง

จากแผนที่ธาตุคาร์บอน (C) พบว่ามีคาร์บอนกระจายอยู่อย่างทั่วถึงทั้งเม็ดของวัสดุผสมนี้ จากแผนที่ธาตุซิลิกอน (Si) พบว่ามีซิลิกอนกระจายอยู่ในเนื้อเยื่อ โดยมีความหนาแน่นมากที่บริเวณใกล้ผิวเม็ดยาง แต่ขนาดของอนุภาคจากแผนที่ธาตุซิลิกอนมีขนาดเล็กกว่าขนาดอนุภาคจากแผนที่ธาตุคาร์บอน อันเนื่องมาจากในกระบวนการเคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนียมมีการแช่ในสารละลายส่งผลให้เนื้อเยื่อมีการบวมตัว ส่วนซิลิกาที่อยู่ในเนื้อเยื่อและมีปริมาณมากที่สุดที่ผิวนอกก่อนบวมไม่ได้เกิดการบวมตัวตามยาง ดังนั้นจึงเห็นวงของธาตุซิลิกอนมีขนาดเล็กกว่าธาตุคาร์บอน และจากแผนที่ธาตุไทเทเนียม พบว่ามีไทเทเนียมกระจายอยู่อย่างหนาแน่นตรงขอบของเม็ดยางและมีขนาดใหญ่กว่าแผนที่ธาตุคาร์บอนเล็กน้อย เนื่องมาจากไทเทเนียมเกิดเป็นชั้นฟิล์มเคลือบบางอยู่บนผิวของยางที่เกิดมาจากการบวมตัว จากข้อมูลดังกล่าวมาแสดงถึงความเป็นแกน-เปลือกของอนุภาคยางที่ผ่านการเคลือบซิลิกาด้วย CVD ตามด้วยการเคลือบไทเทเนียมด้วย LPD ดังนี้ แกนเป็นอนุภาคยางที่มีซิลิกากระจายอยู่ในเนื้อเยื่อ โดยมีปริมาณซิลิกามากบริเวณใต้ผิวนอกของยาง และมีเปลือกเป็นชั้นของไทเทเนียมซึ่งอยู่บริเวณผิวนอกของอนุภาค



รูปที่ 4.14 แสดงแผนที่ธาตุภาคตัดขวางของอนุภาคยางเคลือบซิลิกา 8 ชั่วโมง และไทเทเนียม 6.5 ชั่วโมง

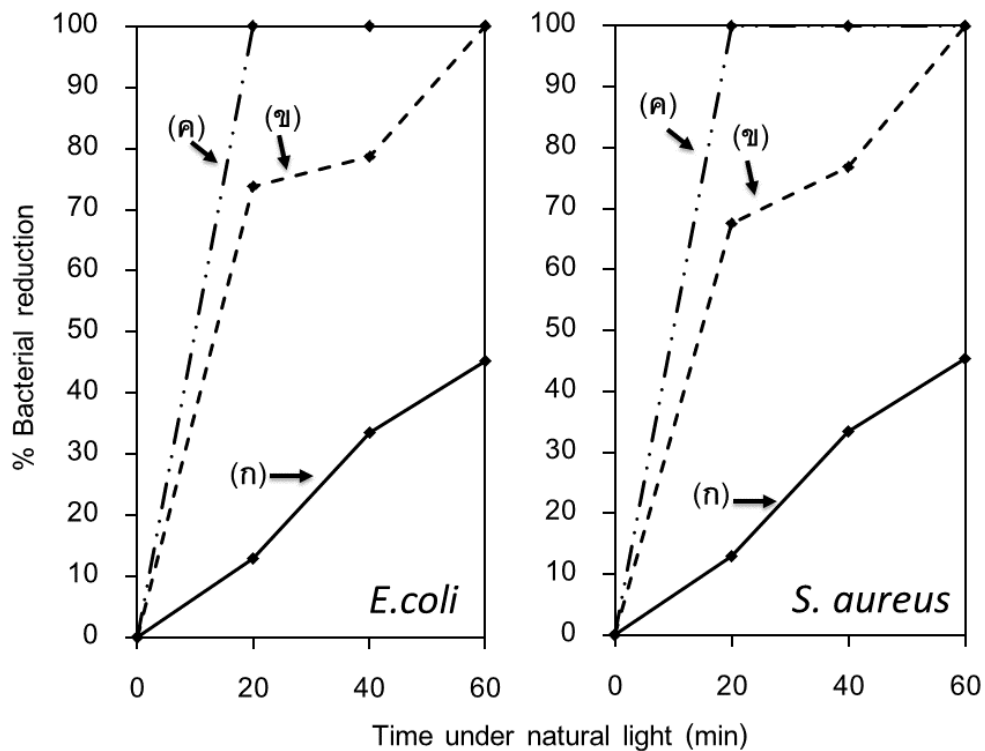
4.7 สมบัติการต้านแบคทีเรีย

4.7.1 การทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียของวัสดุคอมพอสิตที่เตรียมได้

ในงานวิจัยนี้ได้ทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรีย ตามมาตรฐาน ASTM-E2149 ซึ่งเป็นวิธีการนับจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่ผ่านการสัมผัสกับผงยางที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย 0.1 กรัม โดยใช้เชื้อแบคทีเรียที่ใช้ทดสอบคือ *Escherichia coli* (*E. coli*) ซึ่งเป็นแบคทีเรียแกรมลบ และ *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) ซึ่งเป็นแบคทีเรียแกรมบวก ที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 10^5 CFU/ml ปริมาตร 1 มิลลิลิตร โดยได้ทำการเปรียบเทียบความสามารถในการต้านแบคทีเรียและความคงทนในการต้านแบคทีเรียของผงยางที่ได้จากการพ่นแห้ง ผงยางที่ผ่านการเคลือบซิลิกา และผงยางที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย โดยให้ผงยางสัมผัสกับเชื้อแบคทีเรียเป็นเวลา 20, 40 และ 60 นาที ภายใต้แสงจากหลอดฟลูออเรสเซนต์ แล้วนำเชื้อไปเพาะเลี้ยงในอาหารเลี้ยงเชื้อเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.15 ผลการทดสอบพบว่า ผงยางที่ได้จากการพ่นแห้งมีความสามารถในการต้านแบคทีเรียได้บางส่วนทั้ง *E. coli* และ *S. aureus* เนื่องจากในสูตรน้ำยาบ่มคอมพาวด์จะมีการผสมซิงก์ออกไซด์ เป็นสารเสริมตัวเร่ง (Activator) เพื่อเร่งอัตราการวัลคาไนซ์อย่างรวดเร็วขึ้น และปรับปรุงสมบัติของผลิตภัณฑ์ให้ดียิ่งขึ้น โดยทำให้ยางมีโมดูลัสสูงขึ้น และเมื่อซิงก์ออกไซด์ได้รับแสงที่มีพลังงานมากกว่าแถบช่องว่างพลังงาน (3.3 eV) สามารถทำให้เกิดอนุมูลอิสระไฮดรอกซิล (OH) และซูเปอร์ออกไซด์แอนไอออน (O_2^-) ที่สามารถเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบอินทรีย์ได้ตีรวมถึงแบคทีเรียด้วย [34, 35] เมื่อพิจารณาที่ผงยางที่ผ่านการเคลือบซิลิกาพบว่ามีการลดลงของแบคทีเรียทั้ง *E. coli* และ *S. aureus* มากกว่าผงยางที่ยังไม่ได้ผ่านการเคลือบซิลิกา เนื่องจากซิลิกาและซิงก์ออกไซด์/ซิลิกาสามารถฆ่าเชื้อแบคทีเรียได้เช่นกัน [36] และพบว่าผงยางที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนียมีความสามารถในการลดจำนวนเชื้อ *E. coli* และ *S. aureus* ได้สูงที่สุด เนื่องจากแสงจากหลอดฟลูออเรสเซนต์ให้ความยาวคลื่นแสงครอบคลุมช่วงรังสีอัลตราไวโอเล็ตที่มีความยาวคลื่น 320-380 นาโนเมตร [37] ซึ่งมีพลังงานมากกว่าแถบช่องว่างพลังงาน (3.2 eV) จึงกระตุ้นอิเล็กตรอนให้หลุดออกจากแถบวาเลนซ์ไปเป็นอิเล็กตรอนอิสระในแถบการนำและเกิดโฮลในแถบวาเลนซ์ ทำให้เกิดอนุมูลอิสระดังที่กล่าวมาข้างต้นจึงมีฤทธิ์ต้านแบคทีเรีย โดยผลของไทเทเนีย มีค่าสูงสุดเนื่องจากการมีซิลิกาช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการเร่งออกซิเดชันเชิงแสง โดยซิลิกาจะทำป้องกันไม่ให้อิเล็กตรอนอิสระในแถบการนำมารวมตัวกับโฮลในแถบวาเลนซ์ จึงเกิดโอกาสเกิดอนุมูลอิสระมากกว่ากรณีที่ไม่มีซิลิกาไปด้วย [38]

เมื่อพิจารณาความสามารถในการต้านแบคทีเรียตามชนิดของแบคทีเรีย พบร้อยละการลดลงของเชื้อ *E. coli* ซึ่งเป็นแบคทีเรียแกรมลบ มากกว่าเชื้อ *S. aureus* ซึ่งเป็นแบคทีเรียแกรมบวก [39] หรืออีกนัยหนึ่งคือแบคทีเรียแกรมบวกมีความสามารถทนทานมากกว่าแกรมลบ อันเนื่องมาจาก

แบคทีเรียแกรมบวกมีความหนาของผนังเซลล์มากกว่าแบคทีเรียแกรมลบ จึงต้องใช้ระยะเวลาที่นานกว่าในการฆ่าเชื้อ



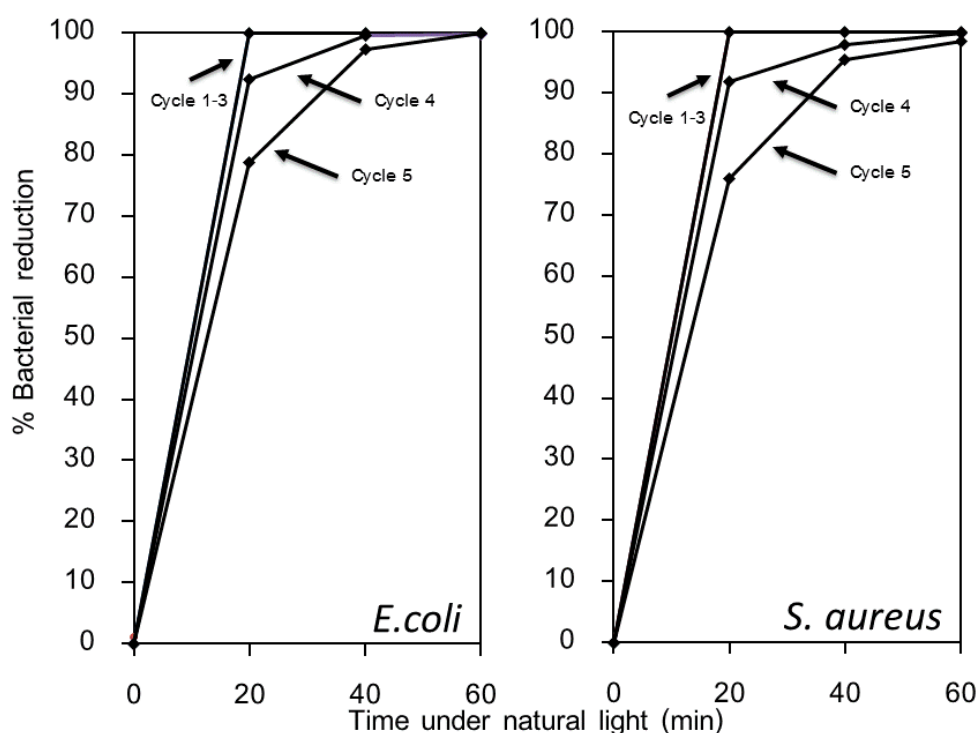
รูปที่ 4.15 เปรียบเทียบร้อยละการลดลงของเชื้อแบคทีเรียของ (ก) ผงยาง (ข) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกา และ (ค) ผงยางเคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนียม โดยสัมผัสกับเชื้อ *E. coli* และ *S. aureus* ภายใต้แสงจากหลอดฟลูออเรสเซนต์ 20 - 60 นาที

4.7.2 การทดสอบรอบการใช้งานของยางเคลือบซิลิกาตามด้วยไทเทเนียม

หลังจากที่พบว่าผงยางที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนียมมีความสามารถในการต้านเชื้อแบคทีเรียได้สูงสุด ผู้วิจัยจึงทำการทดสอบเพิ่มเติมเพื่อทำการเปรียบเทียบความทนทานในการต้านแบคทีเรีย โดยดูจากจำนวนครั้งที่สามารถใช้ตัวอย่างเดิมมาทดสอบซ้ำแล้วความสามารถในการต้านเชื้อแบคทีเรียยังคงเดิม ผู้วิจัยแบ่งระยะเวลาที่แบคทีเรียสัมผัสกับผงยางเป็นเวลา 20, 40 และ 60 นาที โดยเปรียบเทียบกับเชื้อที่ไม่ได้สัมผัสกับผงยางคอมปาวด์ (Blank) การทดสอบทำซ้ำเป็นจำนวน 5 ครั้ง โดยใช้ตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบแล้วมาล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนและนำมาทดสอบการต้านแบคทีเรียซ้ำ แล้วนำผลที่ได้มาคำนวณหาค่าร้อยละการลดลงของจำนวนแบคทีเรีย จากผลการทดสอบสมบัติการต้าน *E. coli* และ *S. aureus* ดังรูปที่ 4.16 พบว่าในการทดสอบ 3 ครั้งแรกภายใต้

ภาวะเดียวกันที่เวลา 20, 40 และ 60 นาที ให้ผลเหมือนกันคือเชื้อทั้งสองชนิดถูกผายางด้านการสร้างโคโลนีของแบคทีเรียทั้งสองชนิดได้ 99.99% แต่ในการทดสอบซ้ำในรอบที่ 4 และรอบที่ 5 พบว่าความสามารถในการต้านแบคทีเรียลดลงมาเล็กน้อยทั้งเชื้อ *E. coli* และ *S. aureus* อันเนื่องมาจากไทเทเนียมที่อยู่บริเวณผิวของผายางบางส่วนอาจหลุดไปบางส่วนในระหว่างการใช้งานหรือการล้าง

ดังนั้นสรุปได้ว่า ผายางคอมปาวด์เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนียมสามารถยับยั้งแบคทีเรียทั้งสองชนิดได้เท่ากันที่ 99.99% โดยใช้ระยะเวลาอย่างน้อย 20 นาทีในการสัมผัสกับแบคทีเรีย และสามารถใช้ซ้ำได้อย่างน้อย 3 ครั้งโดยสมบัติต้านแบคทีเรียเกิดจากไทเทเนียมได้รับแสงจากหลอดไฟฟลูออเรสเซนต์มากระตุ้นทำให้น้ำถูกออกซิไดซ์เป็นไฮดรอกซิลแรดิคัล (OH^{\bullet}) และ ออกซิเจนถูกรีดักชันเป็นซูเปอร์ออกไซด์แอนไอออน ($\text{O}_2^{\bullet -}$) ที่มีสมบัติเป็นตัวออกซิไดซ์ที่แรง สามารถย่อยสลายผนังเซลล์ของเซลล์แบคทีเรีย ทำให้แบคทีเรียไม่สามารถดำรงชีพและสร้างโคโลนีได้ [40]



รูปที่ 4.16 แสดงผลการทดสอบความคงทนในการใช้ซ้ำรอบที่ 1-5 ของผายางเคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนียม ต่อร้อยละการลดลงของเชื้อแบคทีเรียโดยสัมผัสกับเชื้อ *E. coli* และ *S. aureus* ภายใต้หลอดฟลูออเรสเซนต์ 20 - 60 นาที

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และ ข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล

งานวิจัยนี้ศึกษาการห่อหุ้มอนุภาคยางธรรมชาติคอมปาวด์ทรงกลมรีที่ผ่านการพ่นแห้ง (Spray drying) ด้วยชั้นซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย แล้วทดสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติการต้านแบคทีเรียของวัสดุลูกผสมที่เตรียมได้ โดยเบื้องต้นทดสอบหาภาวะในการผลิตผงยางธรรมชาติคอมปาวด์ที่ให้อายุผลได้สูงสุดและมีความชื้นต่ำ โดยมีการควบคุมปัจจัยต่างๆที่มีผลต่อการพ่นแห้งพบว่าภาวะที่เหมาะสมที่สุด คือการใช้อัตราการไหลของอากาศผ่านหัวฉีด 700 ลิตร/ชั่วโมง อุณหภูมิลมร้อนขาเข้า 110 องศาเซลเซียส องค์ประกอบของสารลดแรงตึงผิว Sodum dodecyl sulfate (SDS) ที่เติมในน้ำยางคอมปาวด์ 55 phr และอัตราการไหลของเนื้อยางแห้งที่ป้อนเข้าไปในเครื่องพ่นแห้ง 1.74 กรัม/นาที่ พบว่าได้อายุผลได้สูงสุดที่ 59.72% และมีความชื้น 0.73%

ผลการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการเคลือบซิลิกาโดยการพอกพูนทางเคมี (CVD) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส พบว่าระยะเวลาที่ทำให้เกิดซิลิกาบนผิวของผงยางที่เหมาะสมคือ 8 ชั่วโมง ทำให้ซิลิกาเกิดขึ้นในปริมาณที่ไม่มากจนเกินไปจนทำให้ยางเสียความยืดหยุ่นและอนุภาคไม่จับตัวกันเป็นก้อน ในส่วนการเคลือบไทเทเนียลงบนผงยางที่ผ่านการเคลือบซิลิกา โดยวิธีการพอกพูนเฟสของเหลว (LPD) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส พบว่าระยะเวลาที่เหมาะสมที่ใช้ในการเคลือบไทเทเนีย คือ 6.5 ชั่วโมง ทำให้ได้ปริมาณของไทเทเนียสูงสุด โดยที่อนุภาคไม่จับกันเป็นก้อน โดยผลการศึกษาโครงสร้างของวัสดุลูกผสมที่เตรียมได้พบว่าซิลิกาเกิดขึ้นโดยแทรกอยู่ในเนื้อของผงยาง โดยมีความหนาแน่นมากที่สุดอยู่ด้านนอก และหลังจากการเคลือบไทเทเนียพบว่าไทเทเนียในเฟสอนาเทส เกิดขึ้นบริเวณผิวของผงยาง ซึ่งเป็นข้อดีในการเตรียมไทเทเนียด้วยวิธี LPD ที่สามารถเตรียมอนาเทส ได้ที่อุณหภูมิต่ำ

ผลการศึกษสมบัติทางกายภาพของวัสดุลูกผสมที่เตรียมได้ พบว่าผงยางที่เคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนีย มีอัตราการบวมตัว 1.12 ซึ่งน้อยกว่าของผงยางที่ยังไม่ได้ผ่านการเคลือบที่มีอัตราการบวมตัว 1.69 แสดงว่าผงยางคอมปาวด์ที่ได้จากการพ่นแห้งได้เกิดการเชื่อมขวางบางส่วนอันเนื่องมาจากซิลิกาเชื่อมกับคาร์บอนของผงยาง หรือการมีซิลิกาและไทเทเนียซึ่งเป็นของแข็งและไม่บวมตัวทำให้อัตราการบวมตัวมีค่าน้อยลง ส่วนการเคลือบซิลิกา และศึกษาหาค่าความแข็งแรงของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้พบว่า ค่าความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นหลังจากการเคลือบซิลิกาและไทเทเนีย ไม่ได้เพิ่มขึ้น

อย่างมีนัยสำคัญแสดงให้เห็นว่าวัสดุผสมที่เตรียมโดยเคลือบซิลิกาและไทเทเนียมมีความยืดหยุ่นแม้จะมีซิลิกาและไทเทเนียมที่เป็นเฟสของแข็งก็ตาม

หลังจากนั้นได้ศึกษาสมบัติในการต้านแบคทีเรียของผงยางเคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนียม โดยทดสอบกับแบคทีเรีย *S. Aureus* และ *E. Coil* พบว่ามีความสามารถในการต้านแบคทีเรียภายใต้แสงจากหลอดฟลูออเรสเซนต์ พบว่าผงยางสามารถต้านเชื้อได้บางส่วน และมีสมบัติในการต้านแบคทีเรียที่ดีขึ้นหลังจากการเคลือบซิลิกา และเคลือบไทเทเนียมตามลำดับ โดยผงยางเคลือบด้วยซิลิกาตามด้วยไทเทเนียมสามารถลดจำนวนแบคทีเรียทั้งสองชนิดเท่ากับร้อยละ 99.99 เมื่อทดสอบความคงทนในการต้านเชื้อแบคทีเรียโดยนำเอาผงยางที่ผ่านการใช้งานแล้วมาทดสอบซ้ำ พบว่าสามารถต้านแบคทีเรียทั้งสองชนิด ได้ร้อยละ 99.99 และสามารถใช้งานซ้ำได้อย่างน้อย 3 ครั้ง

5.2 ข้อเสนอแนะ

อาจจะมีการเปลี่ยนวัสดุที่ใช้เป็นแกนกลางในการเคลือบจากน้ำยาคอมปาวด์เป็นวัสดุชนิดอื่น เพื่อประโยชน์ในการใช้งานที่หลากหลาย เช่น ผงยางที่ได้จากการบดยางรถยนต์ใช้แล้วแทนเพื่อให้ได้วัสดุที่มีความยืดหยุ่น และไม่ต้องผ่านกระบวนการพ่นแห้ง เป็นการลดต้นทุนในการผลิต

รายการอ้างอิง

- [1] กรมวิชาการเกษตร กระทรวง เกษตรและสหกรณ์. เอกสารข้อมูลวิชาการยางพารา สถาบันยาง. กรุงเทพฯ, 2553.
- [2] วราภรณ์ ขจรไชยกูล ผลิตภัณฑ์ยาง : กระบวนการผลิตและเทคโนโลยี (Rubber products: manufacturing & technology). กรุงเทพฯ: สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.), 2552.
- [3] วราภรณ์ ขจรไชยกูล เทคโนโลยีน้ำยาง. กรุงเทพฯ: สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.), 2555.
- [4] พงษ์ธร แซ่ฮุย และ ชาคริต สิริสิงห. ยาง : กระบวนการผลิตและการทดสอบ. ปทุมธานี: ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ, 2550.
- [5] พงษ์ธร แซ่ฮุย. สารเคมียาง. ปทุมธานี : ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ, 2548.
- [6] Jaiphuephae P., Poochinda K. and Poompradub S. Yield Optimization of Spray-Dried Natural Rubber and Properties of Its Silica-Filled Composite. Advances in Polymer Technology. 2014. 33(4).
- [7] Patel R.P., Patel M.P. and Suthar A.M. Spray drying technology: an overview. Indian Journal of Science and Technology. 2009. 2(10): 44-47.
- [8] ไพโรจน์ วิริยจारी. การออกแบบการทดลอง เชียงใหม่: ทรีโอ แอดเวอร์ไทซิง แอนด์ 2555.
- [9] ประไพศรี สุทัศน์ ณ อยุธยา และ พงศ์ชนัน เหลืองไพบูลย์. การออกแบบและวิเคราะห์การทดลอง (Design and analysis of experiment). กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์ท็อป จำกัด, 2551.
- [10] Ouyang M., Yuan C., Muisener R.J., Boulares A. and Koberstein J.T. Conversion of some siloxane polymers to silicon oxide by UV/ozone photochemical processes. Chemistry of materials. 2000. 12(6): 1591-1596.
- [11] Poompradub S., Thirakulrati M. and Prasassarakich P. In situ generated silica in natural rubber latex via the sol-gel technique and properties of the silica rubber composites. Materials Chemistry and Physics. 2014. 144(1): 122-131.
- [12] Ikeda Y. and Kohjiya S. In situ formed silica particles in rubber vulcanizate by the sol-gel method. Polymer. 1997. 38(17): 4417-4423.
- [13] Carp O., Huisman C.L. and Reller A. Photoinduced reactivity of titanium dioxide. Progress in solid state chemistry. 2004. 32(1): 33-177.

- [14] Blake D.M., Maness P.C., Huang Z., Wolfrum E.J. and Huang J. Application of the photocatalytic chemistry of titanium dioxide to disinfection and the killing of cancer cells. Separation and Purification Methods. 1999. 28(1): 1-50.
- [15] Guillard C., Bui T.H., Felix C., Moules V., Lina B. and Lejeune P. Microbiological disinfection of water and air by photocatalysis. Comptes Rendus Chimie. 2008. 11(1): 107-113.
- [16] Shahidi S. and Wiener J. Antibacterial Agents in Textile Industry. INTECH Open Access Publisher, 2012.
- [17] Diebold U. Structure and properties of TiO₂ surfaces: a brief review. Applied physics A. 2003. 76(5): 681-687.
- [18] Li G., Bai R. and Zhao X.S. Coating of TiO₂ Thin Films on the Surface of SiO₂ Microspheres: Toward Industrial Photocatalysis. Industrial & Engineering Chemistry Research. 2008. 47(21): 8228-8232.
- [19] อิศยา จันทร์วิทยานุชิต และ วชิรินทร์ รังษีภาณุรัตน์. แบคทีเรียทางการแพทย์. กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2553.
- [20] เรืองสังข์ สมภาพร. พันธุศาสตร์ของแบคทีเรีย. กรุงเทพฯ: โอเดียนสโตร์, 2557.
- [21] Kangwansupamonkon W., Lauruengtana V., Surassmo S. and Ruktanonchai U. Antibacterial effect of apatite-coated titanium dioxide for textiles applications. Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine. 2009. 5(2): 240-249.
- [22] Shieh K.J., Li M., Lee Y.H., Sheu S.D., Liu V.T. and Wang Y.C. Antibacterial performance of photocatalyst thin film fabricated by deflection effect in visible light. Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine. 2006. 2(2): 121-126.
- [23] Lin G., Tian M., Lu Y.L., Zhang X.J. and Zhang L.Q. Morphology, antimicrobial and mechanical properties of nano-TiO₂/rubber composites prepared by direct blending. Polymer journal. 2006. 38(5): 498-502.
- [24] Eshaghi A., Pakshir M. and Mozaffarinia R. Photoinduced properties of nanocrystalline TiO₂ sol-gel derived thin films. Bulletin of Materials Science. 2010. 33(4): 365-369.

- [25] Mahajan A.M., Patil L.S., Bange J.P. and Gautam D.K. Growth of SiO₂ films by TEOS-PECVD system for microelectronics applications. Surface and Coatings Technology. 2004. 183(2): 295-300.
- [26] Shimizu K., Imai H., Hirashima H. and Tsukuma K. Low-temperature synthesis of anatase thin films on glass and organic substrates by direct deposition from aqueous solutions. Thin solid films. 1999. 351(1): 220-224.
- [27] Jin M., Zhang X., Emeline A., Numata T., Murakami T. and Fujishima A. Surface modification of natural rubber by TiO₂ film. Surface and Coatings Technology. 2008. 202(8): 1364-1370.
- [28] Kumton A., Kuanchertchoo N., Suphaphon P., Pavasant P. and Lumbikanonda N. Characterization of sol-gel derived TiO₂ thin films. in *The 12th Graduate Research Conference, Graduate School, Khon Kaen University* 2011. p. 1034-1041.
- [29] Disuke K., Tetsuji K. and Yousuke S. Method for producing rubber from rubber latex. 2006.
- [30] Zhou X., Zhu Y., Gong Q. and Liang J. Preparation and properties of the powder SBR composites filled with CNTs by spray drying process. Materials letters. 2006. 60(29): 3769-3775.
- [31] Zhan C., Chen F., Yang J., Dai D., Cao X. and Zhong M. Visible light responsive sulfated rare earth doped TiO₂@fumed SiO₂ composites with mesoporosity: Enhanced photocatalytic activity for methyl orange degradation. Journal of hazardous materials. 2014. 267: 88-97.
- [32] Lei C.X., Zhou H., Feng Z.D., Zhu Y.F. and Du R.G. Liquid phase deposition (LPD) of TiO₂ thin films as photoanodes for cathodic protection of stainless steel. Journal of Alloys and Compounds. 2012. 513: 552-558.
- [33] Ohno T., Numakura K., Itoh H., Suzuki H. and Matsuda T. Control of the coating layer thickness of TiO₂-SiO₂ core-shell hybrid particles by liquid phase deposition. Advanced Powder Technology. 2011. 22(3): 390-395.
- [34] Adams L.K., Lyon D.Y. and Alvarez P.J. Comparative eco-toxicity of nanoscale TiO₂, SiO₂ and ZnO water suspensions. Water research. 2006. 40(19): 3527-3532.

- [35] Ohira T., Yamamoto O., Iida Y. and Nakagawa Z. Antibacterial activity of ZnO powder with crystallographic orientation. Journal of Materials Science: Materials in Medicine. 2008. 19(3): 1407-1412.
- [36] Barani H. Preparation of antibacterial coating based on in situ synthesis of ZnO/SiO₂ hybrid nanocomposite on cotton fabric. Applied Surface Science. 2014. 320: 429-434.
- [37] Pal A., Pehkonen S., Liya E.Y. and Ray M.B. Photocatalytic inactivation of Gram-positive and Gram-negative bacteria using fluorescent light. Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry. 2007. 186(2): 335-341.
- [38] Guan K. and Lu H. Hydrophilic property of SiO₂-TiO₂ overlayer films and TiO₂/SiO₂ mixing films. Trans Nonferrous Met Soc China. 2004. 14: 251-254.
- [39] Talebian N. and Zare E. Structure and antibacterial property of nano-SiO₂ supported oxide ceramic. Ceramics International. 2014. 40(1): 281-287.
- [40] Kikuchi Y., Sunada K., Iyoda T., Hashimoto K. and Fujishima A. Photocatalytic bactericidal effect of TiO₂ thin films: dynamic view of the active oxygen species responsible for the effect. Journal of photochemistry and photobiology A: Chemistry. 1997. 106(1): 51-56.



ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาคผนวก ก
ตัวอย่างการคำนวณ

การเปลี่ยนความเข้มข้น

ในการทดลองใช้น้ำยาง 33.47% DRC (Dry rubber content) หรือคิดเป็น 43% TSC (Total solid content) เปลี่ยนความเข้มข้นเป็น 12% DRC เพื่อง่ายต่อการพ่นแห้งและไม่เกิดการอุดตันที่หัวพ่น

น้ำยางคอมปาวด์ 33.47% DRC หมายถึง

เนื้อยางแห้ง 33.47 กรัม เป็นส่วนประกอบของน้ำยางคอมปาวด์ 100 กรัม

ถ้า เนื้อยางแห้ง 12 กรัม (12% DRC) เป็นส่วนประกอบของน้ำยางคอมปาวด์

$$= (100 \times 12) / 33.47$$

$$= 35.85 \text{ กรัม}$$

น้ำยางคอมปาวด์ มีความหนาแน่น 0.994 กรัมต่อมิลลิลิตร

ดังนั้น น้ำยางคอมปาวด์ 35.85 กรัม มีปริมาตรเท่ากับ $35.85 / 0.994 = 36.07$ มิลลิลิตร

เติมน้ำยางคอมปาวด์ 36.07 มิลลิลิตร หลังจากนั้นเติมน้ำปราศจากไอออนลงไปให้น้ำยางคอมปาวด์จนปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร

การคำนวณปริมาณ Sodium dodecyl sulfate (SDS)

SDS หรือชื่อทางวิทยาศาสตร์คือ Sodium dodecyl sulfate เป็นสารลดแรงตึงผิวใช้ผสมในน้ำยางคอมปาวด์ในการพ่นเพราะสารลดแรงตึงผิวชนิดนี้จะทำให้ลดการเกิดกลุ่มก้อนของเนื้อยาง

น้ำยางคอมปาวด์ 100 มิลลิลิตร ประกอบด้วยเนื้อยาง 12 กรัม (12% DRC)

ปริมาณ SDS ที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ 45 phr หมายถึง

ปริมาณเนื้อยาง 100 กรัมในการพ่นแห้ง ต้องผสม SDS 45 กรัม

ถ้า ถ้าใช้ปริมาณเนื้อยาง 12 กรัมในการพ่นแห้ง ต้องผสม SDS $= (45 \times 12) / 100$

$$= 5.4 \text{ กรัม}$$

การคำนวณ ร้อยละผลได้

จากสูตร $Y = (W_2/W_1) \times 100$

เมื่อ Y = ร้อยละผลได้ของยางแห้ง

W_1 = น้ำหนักของแข็งทั้งหมดที่อยู่ในยางคอมปาวด์ (กรัม)

W_2 = น้ำหนักของผงยางคอมปาวด์ที่เก็บได้จากเครื่องฟ่นแห้งในส่วนของ

Cyclone และ Container หลังทำให้แห้งแล้ว (กรัม)

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น ร้อยละผลได้ของยางแห้ง} &= (8.6797+0.136)/20.77 \times 100 \\ &= 42.44 \end{aligned}$$

เพราะฉะนั้นจะได้ร้อยละผลได้คือ 42.44

การคำนวณ ร้อยละความชื้น

จากสูตร $M = (W_3 - W_4) / W_4 \times 100$

เมื่อ M = ร้อยละของความชื้น

W_3 = น้ำหนักของผงยางคอมปาวด์ก่อนอบ (กรัม)

W_4 = น้ำหนักของผงยางคอมปาวด์หลังอบ (กรัม)

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น ร้อยละความชื้น} &= (8.8295-8.8157)/8.8157 \times 100 \\ &= 0.1565 \end{aligned}$$

เพราะฉะนั้นจะได้ร้อยละความชื้นเทียบกับเนื้อยางแห้งจากการฟ่นแห้งคือ 0.1565

ภาคผนวก ข

ข้อมูลจากการออกแบบการทดลอง

ตาราง ข.1 ร้อยละผลได้ และร้อยละความชื้น จากการพ่นแห้งที่ภาวะต่างๆ ตามการออกแบบการทดลอง 2⁴ แฟลทอเรียล

อัตราการไหล ของอากาศ ผ่านหัวฉีด (L/h)	อุณหภูมิลม ร้อนขาเข้า (°C)	ปริมาณสาร ลดแรงตึงผิว SDS (phr)	อัตราการไหล ของเนื้อยาง แห้ง (g/min)	ร้อยละผลได้ (%)	ร้อยละ ความชื้น (%)
500	110	35	1.24	40.12	0.51
700	110	35	1.24	44.17	0.65
500	150	35	1.24	37.64	0.64
700	150	35	1.24	59.21	0.96
500	110	55	1.24	41.40	0.71
700	110	55	1.24	37.28	1.22
500	150	55	1.24	48.82	0.52
700	150	55	1.24	56.28	0.02
500	110	35	1.74	54.93	0.84
700	110	35	1.74	40.87	0.87
500	150	35	1.74	56.47	0.04
700	150	35	1.74	45.70	0.03
500	110	55	1.74	42.71	1.00
700	110	55	1.74	58.12	0.73
500	150	55	1.74	43.46	0.18
700	150	55	1.74	47.01	0.04
500	110	35	1.24	36.03	0.54
700	110	35	1.24	50.39	0.96
500	150	35	1.24	41.16	0.89
700	150	35	1.24	49.92	0.37
500	110	55	1.24	34.40	0.85
700	110	55	1.24	42.88	1.72

ตาราง ข.1 (ต่อ)

อัตราการไหล ของอากาศ ผ่านหัวฉีด (L/h)	อุณหภูมิลม ร้อนขาเข้า (°C)	ปริมาณสาร ลดแรงตึงผิว SDS (phr)	อัตราการไหล ของเนื้อยาง แห้ง (g/min)	ร้อยละผลได้ (%)	ร้อยละ ความชื้น (%)
500	150	55	1.24	41.62	0.62
700	150	55	1.24	49.90	1.15
500	110	35	1.74	49.15	0.61
700	110	35	1.74	43.35	0.76
500	150	35	1.74	50.40	0.33
700	150	35	1.74	43.75	0.92
500	110	55	1.74	32.49	0.76
700	110	55	1.74	61.33	0.20
500	150	55	1.74	40.30	0.99
700	150	55	1.74	42.90	0.94
600	130	45	1.49	40.09	0.51
600	130	45	1.49	42.44	0.54

ตาราง ข.2 ร้อยละผลได้ และร้อยละความชื้น ตามการออกแบบการทดลองที่ขยายขอบตามแนวแกน
ของอัตราการไหลอากาศผ่านหัวฉีด

อัตราการไหล ของอากาศ ผ่านหัวฉีด (L/h)	อุณหภูมิลม ร้อนขาเข้า (°C)	ปริมาณสาร ลดแรงตึงผิว SDS (phr)	อัตราการไหล ของเนื้อยาง แห้ง (g/min)	ร้อยละผลได้ (%)	ร้อยละ ความชื้น (%)
750	110	55	1.74	46.70	0.51
800	110	55	1.74	43.70	0.38
750	110	55	1.74	47.66	0.33
800	110	55	1.74	45.76	0.37

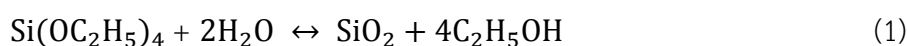
ภาคผนวก ค

การคำนวณหาปริมาณซิลิกาและไทเทเนียม

การหาร้อยละการเปลี่ยนของ TEOS เป็นซิลิกา (SiO₂)

- น้ำหนักของซิลิกา(SiO₂)เพิ่มขึ้นตามทฤษฎี

จากสมการการเกิดซิลิกา



ที่ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง

ปฏิกิริยาในการเกิดซิลิกา TEOS 1 โมล เปลี่ยนมาเป็นซิลิกาได้ 1 โมล

น้ำหนักของสารก่อนบวมตัวด้วยสารละลาย TEOS 1 กรัม พบน้ำหนักเพิ่มขึ้นจากการบวมตัวโดยไอละเหย TEOS 0.3884 กรัม

$$\begin{aligned} \text{น้ำหนักของ TEOS ที่เพิ่มขึ้น 0.3884 กรัม เท่ากับ ปริมาณ TEOS} &= 0.3884/208.33 \\ &= 0.01864 \text{ โมล} \end{aligned}$$

คูณสมการเคมีโมลของ TEOS 0.01864 โมล ทำให้เกิดซิลิกา 0.01864 โมล

ดังนั้น น้ำหนักของซิลิกาที่เกิดขึ้นตามทฤษฎี เท่ากับ $0.01864 \times 60.8 = 0.1133$ กรัม

- **คำนวณหา หาได้จากสูตร**

$$\text{ร้อยละการเปลี่ยนของ TEOS (\% TEOS conversion)} = W_1/W_2 \times 100$$

เมื่อ $W_1 =$ น้ำหนักของซิลิกาที่เกิดขึ้นจริงเคลือบซิลิกา 0.0718 กรัม

$W_2 =$ น้ำหนักของซิลิกาที่เกิดขึ้นตามทฤษฎี 0.1133 กรัม

ดังนั้น % การเกิดซิลิกา เท่ากับ $(0.0718/0.1133) \times 100 = 63.37 \%$

ภาคผนวก ง

ตารางโครงสร้างโครงผลึก : X-ray Diffractometer (XRD)

ตารางที่ ง.1 CaCO₃ (00-047-1743); Quality: Calculated

2zeta	Intensity	h	k	l
23.071	29	0	1	2
29.455	100	1	0	4
31.544	2	0	0	6
35.966	7	1	1	0
39.420	18	1	1	-3
43.167	27	2	0	2
47.147	4	0	2	4
47.646	17	0	1	8
48.580	34	1	1	6
56.558	2	2	1	1
57.402	15	1	2	2
58.272	2	1	0	10
60.691	3	2	1	4
61.521	2	1	1	9
64.653	5	3	0	0
65.870	3	0	0	12
70.414	3	0	2	10

ตารางที่ ง.2 SiO₂ (00-045-1374); Quality: High

2zeta	Intensity	h	k	l
30.187	100	1	1	0
40.066	22	0	1	1
43.246	1	0	2	0
45.776	38	1	1	1
48.645	12	1	2	0
60.424	37	1	2	1
62.834	11	2	2	0
70.603	7	0	0	2
71.303	3	1	3	0
73.152	1	2	2	1
77.192	13	0	3	1
78.682	6	1	1	2
81.152	1	1	3	1
83.301	1	2	3	0
86.522	1	0	2	2
90.440	1	1	2	2
92.890	1	2	3	1

ตารางที่ ง.3 TiO₂ - anatase (00-021-1276); Quality: High

2zeta	Intensity	h	k	l
25.32	100	1	0	1
36.947	10	1	0	3
37.801	20	0	0	4
38.576	10	1	1	2
48.050	35	2	0	0
53.891	20	1	0	5
55.062	20	2	1	1
62.121	4	2	1	3
62.690	14	2	0	4
68.762	6	1	1	6
70.031	6	2	2	0
74.031	2	1	0	7
75.032	10	2	1	5
76.020	4	3	0	1
80.727	2	0	0	8
82.139	2	3	0	3
82.662	6	2	2	4

ตารางที่ ง.4 TiO₂ - Rutile (00-021-1272); Quality: High

2zeta	Intensity	h	k	l
27.447	100	1	1	0
36.086	50	1	0	1
39.188	8	2	0	0
41.226	25	1	1	1
44.052	10	2	1	0
54.323	60	2	1	1
56.642	20	2	2	0
62.742	10	0	0	2
64.040	10	3	1	0
65.480	2	2	2	1
69.010	20	3	0	1
69.790	12	1	1	2
72.410	2	3	0	1
74.411	1	1	1	2
76.510	4	3	1	1
79.822	2	3	2	0
82.335	6	2	0	2

ภาคผนวก จ

ข้อมูลผลการทดสอบการต้านแบคทีเรีย

ตาราง จ.1 ผลการทดสอบการต้านแบคทีเรียกับเชื้อ *Escherichia coli* ของผงยางและผงยางเคลือบซิลิกาที่เวลา 20, 40 และ 60 นาที

Sample	Time (min)	The number of bacteria CFU/ml	% Reduction
Blank	20	3.5×10^5	-
ผงยาง	20	2.3×10^5	32.25
Blank	40	3.4×10^5	-
ผงยาง	40	1.8×10^5	45.60
Blank	60	4.4×10^5	-
ผงยาง	60	2.4×10^5	50.24
Blank	20	3.5×10^5	-
ผงยางเคลือบซิลิกา	20	9.2×10^4	73.71
Blank	40	3.4×10^5	-
ผงยางเคลือบซิลิกา	40	7.2×10^4	78.78
Blank	60	4.4×10^5	-
ผงยางเคลือบซิลิกา	60	$<1.0 \times 10^2$	99.99

ตาราง จ.2 ผลการทดสอบการต้านแบคทีเรียกับเชื้อ *Staphylococcus aureus* ของผงยางและผงยางเคลือบซิลิกาที่เวลา 20, 40 และ 60 นาที

Sample	Time (min)	The number of bacteria CFU/ml	% Reduction
Blank	20	3.1×10^5	-
ผงยาง	20	2.7×10^5	12.90
Blank	40	3.4×10^5	-
ผงยาง	40	2.2×10^5	33.45
Blank	60	4.4×10^5	-
ผงยาง	60	2.1×10^5	45.32
Blank	20	3.1×10^5	-
ผงยางเคลือบซิลิกา	20	1.3×10^5	67.50
Blank	40	2.4×10^5	-
ผงยางเคลือบซิลิกา	40	5.5×10^4	76.87
Blank	60	2.5×10^5	-
ผงยางเคลือบซิลิกา	60	$<1.0 \times 10^2$	99.99

ตารางที่ จ.3 ผลการทดสอบการต้านแบคทีเรียกับเชื้อ *Escherichia coli* ของผงยางเคลือบด้วยซิลิกาและไทเทเนียม (TiO₂/SiO₂/NR) โดยทดสอบการใช้ ซ้ำ 1-5 รอบ ที่เวลา 20, 40 และ 60 นาที

Sample	Time (min)	The number of bacteria CFU/ml	% Reduction
Blank รอบที่ 1	20	4.9 × 10 ⁵	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 1	20	<1.0 × 10 ²	99.99
Blank รอบที่ 1	40	4.6 × 10 ⁵	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 1	40	<1.0 × 10 ²	99.99
Blank รอบที่ 1	60	3.9 × 10 ⁵	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 1	60	<1.0 × 10 ²	99.99
Blank รอบที่ 2	20	6.2 × 10 ⁵	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 2	20	<1.0 × 10 ²	99.99
Blank รอบที่ 2	40	3.9 × 10 ⁵	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 2	40	<1.0 × 10 ²	99.99
Blank รอบที่ 2	60	7.5 × 10 ⁵	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 2	60	<1.0 × 10 ²	99.99
Blank รอบที่ 3	20	3.7 × 10 ⁵	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 3	20	<1.0 × 10 ²	99.99
Blank รอบที่ 3	40	3.7 × 10 ⁵	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 3	40	<1.0 × 10 ²	99.99
Blank รอบที่ 3	60	4.4 × 10 ⁵	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 3	60	<1.0 × 10 ²	99.99
Blank รอบที่ 4	20	3.9 × 10 ⁵	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 4	20	3.0 × 10 ⁴	92.30
Blank รอบที่ 4	40	3.1 × 10 ⁵	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 4	40	1.7 × 10 ³	99.45
Blank รอบที่ 4	60	3.2 × 10 ⁵	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 4	60	1.0 × 10 ³	99.68

ตารางที่ จ.3 (ต่อ)

Sample	Time (min)	The number of bacteria CFU/ml	% Reduction
Blank รอบที่ 5	20	3.3×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 5	20	7.0×10^4	78.78
Blank รอบที่ 5	40	3.8×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 5	40	1.0×10^4	97.36
Blank รอบที่ 5	60	3.7×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 5	60	4.5×10^2	99.87

ตารางที่ จ.4 ผลการทดสอบการต้านแบคทีเรียกับเชื้อ *Staphylococcus aureus* ของผงยางเคลือบด้วยซิลิกาและไทเทเนียม โดยทดสอบการใช้ ซ้ำ 1-5 รอบ ที่เวลา 20, 40 และ 60 นาที

Sample	Time (min)	The number of bacteria CFU/ml	% Reduction
Blank รอบที่ 1	20	4.1×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 1	20	$<1.0 \times 10^2$	99.99
Blank รอบที่ 1	40	3.6×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 1	40	$<1.0 \times 10^2$	99.99
Blank รอบที่ 1	60	3.5×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 1	60	$<1.0 \times 10^2$	99.99
Blank รอบที่ 2	20	5.1×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 2	20	$<1.0 \times 10^2$	99.99
Blank รอบที่ 2	40	3.7×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 2	40	$<1.0 \times 10^2$	99.99
Blank รอบที่ 2	60	3.7×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 2	60	$<1.0 \times 10^2$	99.99

ตารางที่ จ.4 (ต่อ)

Sample	Time (min)	The number of bacteria CFU/ml	% Reduction
Blank รอบที่ 3	20	3.8×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 3	20	$<1.0 \times 10^2$	99.99
Blank รอบที่ 3	40	2.9×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 3	40	$<1.0 \times 10^2$	99.99
Blank รอบที่ 3	60	3.1×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 3	60	$<1.0 \times 10^2$	99.99
Blank รอบที่ 4	20	3.4×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 4	20	$<1.0 \times 10^2$	91.80
Blank รอบที่ 4	40	4.2×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 4	40	$<1.0 \times 10^2$	97.98
Blank รอบที่ 4	60	3.3×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 4	60	$<1.0 \times 10^2$	95.45
Blank รอบที่ 4	20	3.6×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 5	20	8.6×10^4	75.98
Blank รอบที่ 5	40	3.0×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 5	40	1.3×10^4	95.45
Blank รอบที่ 5	60	3.1×10^5	-
TiO ₂ /SiO ₂ /NR รอบที่ 5	60	4.8×10^3	98.45

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายอภิสิทธิ์ วิสุทธิรัตนมณี เกิดเมื่อวันที่ 15 มกราคม 2532 เข้ารับการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาที่โรงเรียนเบญจมราชูทิศ ราชบุรี สำเร็จการศึกษาปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีวิศวกรรม) คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2554 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเคมีเทคนิค ที่จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2554

นำเสนอผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ในหัวข้อ “Optimization of powdery natural rubber compound production by spray drying” ในงาน The 4th Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 19th PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals and Polymers 2013 จัดขึ้นโดย Center of Excellence on Petrochemical and Materials Technology and The Petroleum and Petrochemical College Chulalongkorn University

นำเสนอผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ในหัวข้อ “Preparation of Antibacterial Composite Material of Natural Rubber Particles Coated with Silica and Titania” ในงาน International Conference on Experimental Mechanics 2013 and the 12th Asian Conference on Experimental Mechanics จัดขึ้นโดย Metal and Materials Technology Center และได้ตีพิมพ์ในวารสาร Proceeding of SPIE Vol. 9234