บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

- น้ำยางธรรมชาติข้นชนิดแอมโมเนียสูง ได้รับความอนุเคราะห์จาก บริษัท ไทยรับเบอร์ลาเท็กซ์ จำกัด โดยมีสมบัติดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สมบัติของน้ำยางธรรมชาติข้นชนิดแอมโมเนียสูง

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

- เอทิลีนไวนิลอะซีเตตโคพอลิเมอร์ (อีวีเอ) อิมัลชัน จาก บริษัท อีเทอร์นอล เรซิน จำกัด เกรด DA-101 โดยมีสมบัติดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สมบัติของเอทิลีนไวนิลอะซีเตตโคพอลิเมอร์อิมัลชัน

สมบัติ	ผลทดสอบ
Solid content (wt%)	55
Viscosity (cp) (25°C, 60 rpm)	1,500-2,500
pH	4.5-6.5
Free monomer (wt%)	0.5

- โซเดียมมอนต์มอริลโลไนต์ (Na^+-MMT) ชื่อทางการค้า คือ BLH มีค่า CEC เท่ากับ 0.71 meq/g จากสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งมีองค์ประกอบทางเคมีดังแสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 องค์ประกอบทางเคมีของโซเดียมมอนต์มอริลโลไนต์

องค์ประกอบทางเคมี	**MMT** %LOI =10.5 factor = 0.895
Na	1.23
Mg	3.02
Al	11.44
Si	68.56
P	0.02
S	0.09
K	0.80
Ca	2.42
Ti	0.27
Mn	0.08
Fe	1.43
Zn	< 0.01
Sr	0.04
Zr	0.03
Mo	< 0.01
Ba	0.03

- บิวทิลไฮดรอกซีโทลูอีน ใช้เป็นสารแอนติออกซิแดนท์ จากบริษัท Chemmin corporation จำกัด
- ซิงค์ออกไซด์ ใช้เป็นสารกระตุ้นวัลคาไนซ์ จากบริษัท Chemmin corporation จำกัด
- ซิงค์ไดเอทิลไดไธโอคาร์บาเมตใช้เป็นสารเร่งปฏิกิริยาวัลคาไนซ์ จากบริษัท ท็อปไฟลท์ จำกัด ซึ่งมีสมบัติดังแสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 สมบัติของซิงก์ไดเอทิลไดไธโอคาร์บาเมต

สมบัติ	ผลทดสอบ
Appearance	White powder dust-suppressed powder pellets
Initial M.P (°C)	174.0 (min)
Loss on drying (%)	0.30 (max)
Zn Content (%)	17.0-19.0 (max)

- ซัลเฟอร์ ใช้เป็นสารวัลคาไนซ์ จากบริษัท ท็อปไฟลท์ จำกัด
- สารละลายแอมโมเนีย (28 wt%) จากบริษัท J.T. baker
- สารละลาย Polyarylethersulfonate (35 wt%) ชื่อทางการค้า คือ Lyocol RDN liq ใช้เป็น dispersing agent ในการเตรียมสารละลายเติมแต่ง จากบริษัท Clariant
- น้ำกลั่น

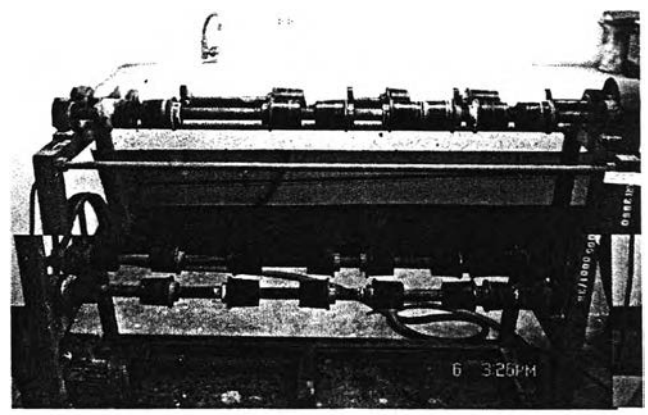
3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

- เครื่องกวนสารแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดควบคุมอุณหภูมิได้
- เครื่องปั่นกวนเชิงกล (Mechanical Stirrer)
- เครื่องวัดความเป็นกรด–ด่าง
- เครื่องแก้ว
- ตู้อบสาร
- เครื่องบดสารแบบ ball mill
- อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ
- ปั๊มสุญญากาศ
- เครื่อง X-ray Diffraction (XRD) รุ่น APD PW3710 X'pert, Philip
- เครื่องทดสอบความต้านแรงดึง รุ่น LLOYD LR 10K PLUS
- เครื่อง Transmission Electron Microscope (TEM) รุ่น JEOL JEM-2010
- เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) รุ่น JEOL JSM-5900LV
- เครื่อง Thermal Gravimetric Analysis (TGA) รุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851^{e}

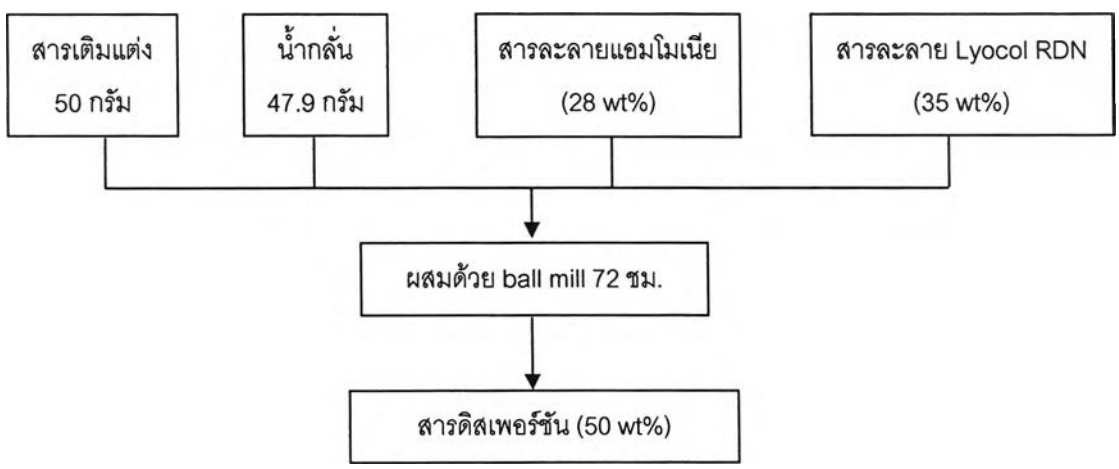
3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมสารกระจายในน้ำ (ดิสเพอร์ชัน) สำหรับวัลคาไนซ์ยางธรรมชาติ

นำสารเติมแต่งแต่ละชนิด ซึ่งได้แก่ ซัลเฟอร์ ซิงค์ออกไซด์ ซิงค์ไดเอทิลไดไธโอคาร์บาเมต และบิวทิลไฮดรอกซีโทลูอีน มาทำให้อยู่ในรูปที่เป็นสารดิสเพอร์สชันเพื่อให้สามารถผสมเข้ากับน้ำยางได้ โดยเตรียมที่ 50% โดยน้ำหนัก นำสารเติมแต่งแต่ละชนิดมาผสมกับน้ำกลั่น สารละลายแอมโมเนีย (28 wt%) และ สารละลาย Lyocol RDN (35 wt%) ซึ่งใช้เป็นสารช่วยการกระจายตัว (dispersing agent) ปั่นผสมด้วยเครื่องบดสารแบบ ball mill (รูปที่ 3.2) เป็นเวลา 72 ชั่วโมง ดังขั้นตอนที่แสดงในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.1 เครื่องบดชนิดราง (ball mill)



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการเตรียมสารดิสเพอร์สชันสำหรับวัลคาไนซ์ยางธรรมชาติ

3.3.2 การเตรียมสารดิสเพอร์สชันมอนต์มอริลโลไนต์

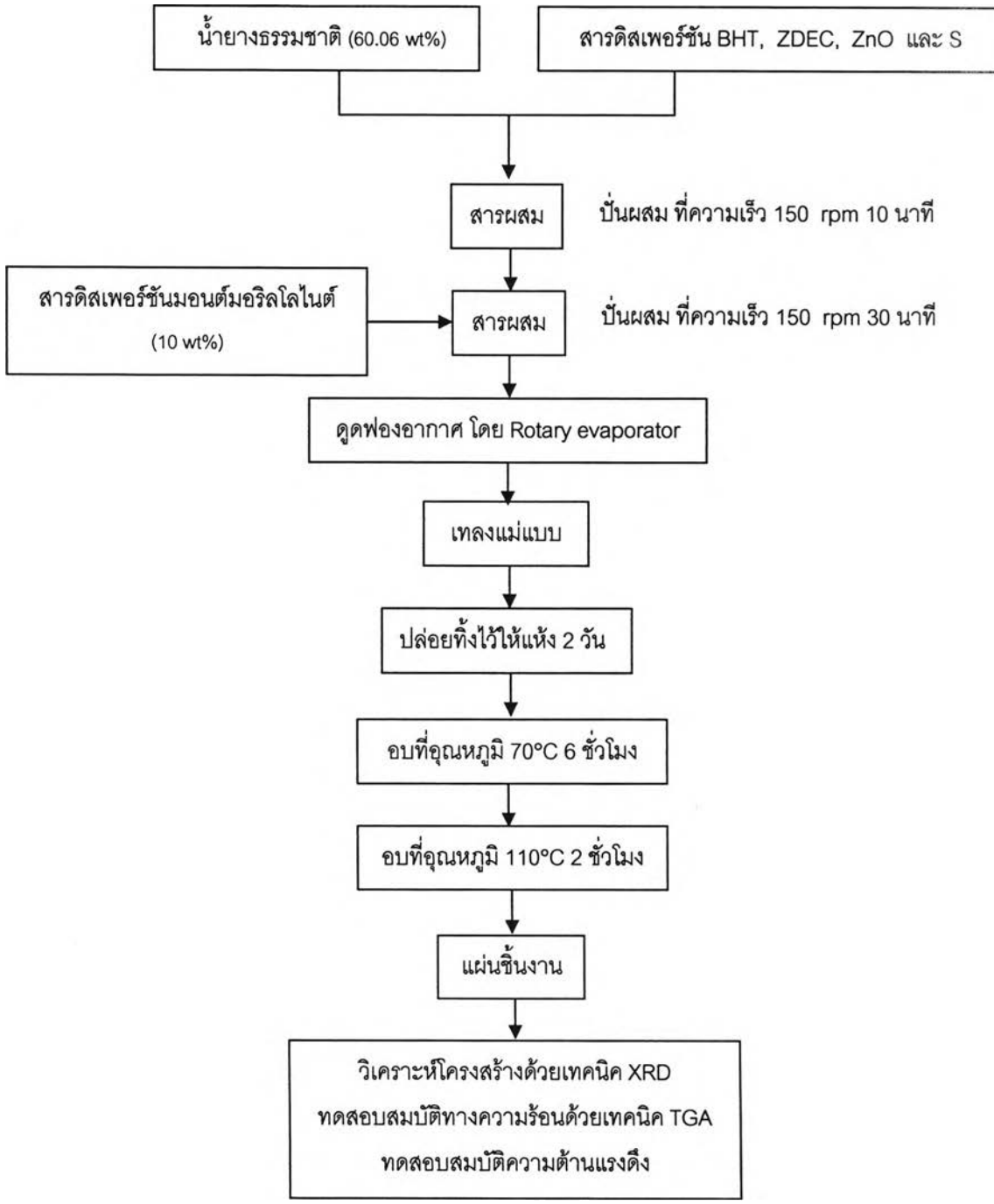
นำมอนต์มอริลโลไนต์ (MMT) มาผสมกับน้ำกลั่น โดยเตรียมที่ 10 wt% ทำการปั่นผสมด้วย magnetic bar ที่ความเร็วรอบเท่ากับ 1,250 rpm เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.3.3 การเตรียมยางธรรมชาติ/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต

ผสมน้ำยางธรรมชาติข้น (60.06 wt%) กับสารดิสเพอร์สชันสำหรับวัลคาไนซ์ยางธรรมชาติ ซึ่งได้แก่ ซิงค์ไดเอทิลไดไธโอคาร์บาเมต (ZDEC) บิวทิลไฮดรอกซีโทลูอีน (BHT) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) และซัลเฟอร์ (S) ตามลำดับ โดยใช้เครื่องปั่นกวนเชิงกล (mechanical sterrer) ปั่นผสม เป็นเวลา 10 นาที ที่ความเร็วรอบ 150 rpm จากนั้นจึงค่อยๆ หยดสารดิสเพอร์สชันมอนต์มอริลโล-ไนต์ (10 wt%) ลงในน้ำยางธรรมชาติข้นที่ได้ผสมสารเติมแต่งแล้ว ปั่นสารผสมทั้งหมดเป็นเวลา 30 นาที ที่ความเร็วรอบเท่ากัน โดยระหว่างที่ปั่นสารผสมให้ค่อยๆ หยดสารละลายแอมโมเนีย (28 wt%) เพื่อปรับ pH ของสารผสมให้มีความเป็นด่างตลอดเวลา เพื่อป้องกันการจับตัวเป็นก้อน โดยปรับให้เท่ากับ pH ของน้ำยางข้นก่อนผสม จากนั้นนำสารผสมมาดูดฟองอากาศออกโดยใช้เครื่อง rotary evaporator จนหมดฟอง กรองแล้วเทลงแม่แบบ ตั้งทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 วัน นำมาอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชม. และบ่ม (cure) ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชม. เก็บชิ้นงานใน desiccator แล้ววิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD ทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA และทดสอบสมบัติความต้านแรงดึงตามขั้นตอนในรูปที่ 3.3 และอัตราส่วนของสารต่างๆ แสดงไว้ในตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 อัตราส่วนของสารที่ใช้เตรียมยางธรรมชาติ/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต

NR (g)	MMT (g)	S (g)	ZnO (g)	ZDEC (g)	BHT (g)
100	2	1.5	1	1	1
100	4	1.5	1	1	1
100	6	1.5	1	1	1
100	8	1.5	1	1	1



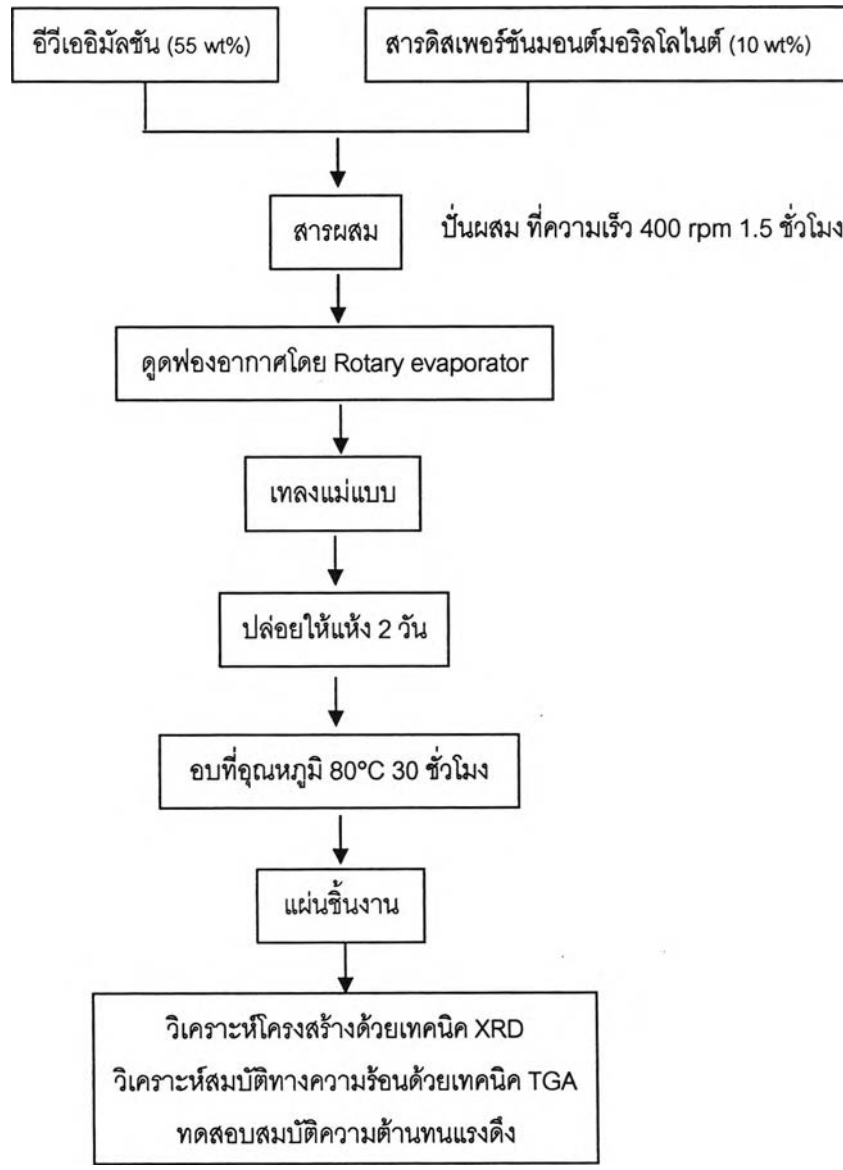
รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการเตรียมยางธรรมชาติ/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต

3.3.4 การเตรียมอีวีเอ/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต

การเตรียมอีวีเอ/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต ทำโดยนำอีวีเออิมัลชัน (55 wt%) ผสมกับสารดิสเพอร์สชันมอนต์มอริลโลไนต์ (10 wt%) โดยใช้เครื่องปั่นกวนเชิงกลปั่นผสมที่ความเร็ว 400 rpm เป็นเวลา 1.5 ชม. จากนั้นนำสารผสมมาดูดฟองอากาศออกโดยใช้เครื่อง rotary evaporator จนหมดฟอง กรองแล้วเทลงแม่แบบ นำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 ชม. เก็บชิ้นงานไว้ใน desiccator แล้ววิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD ทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA และทดสอบความสามารถในการต้านทางแรงดึง ดังขั้นตอนการทดลองแสดงไว้ในรูปที่ 3.4 และอัตราส่วนของสารต่างๆ แสดงในตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 อัตราส่วนของสารที่ใช้เตรียมอีวีเอ/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต

EVA (g)	MMT (g)
100	2
100	4
100	6
100	8



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการเตรียมอีวีเอ/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต

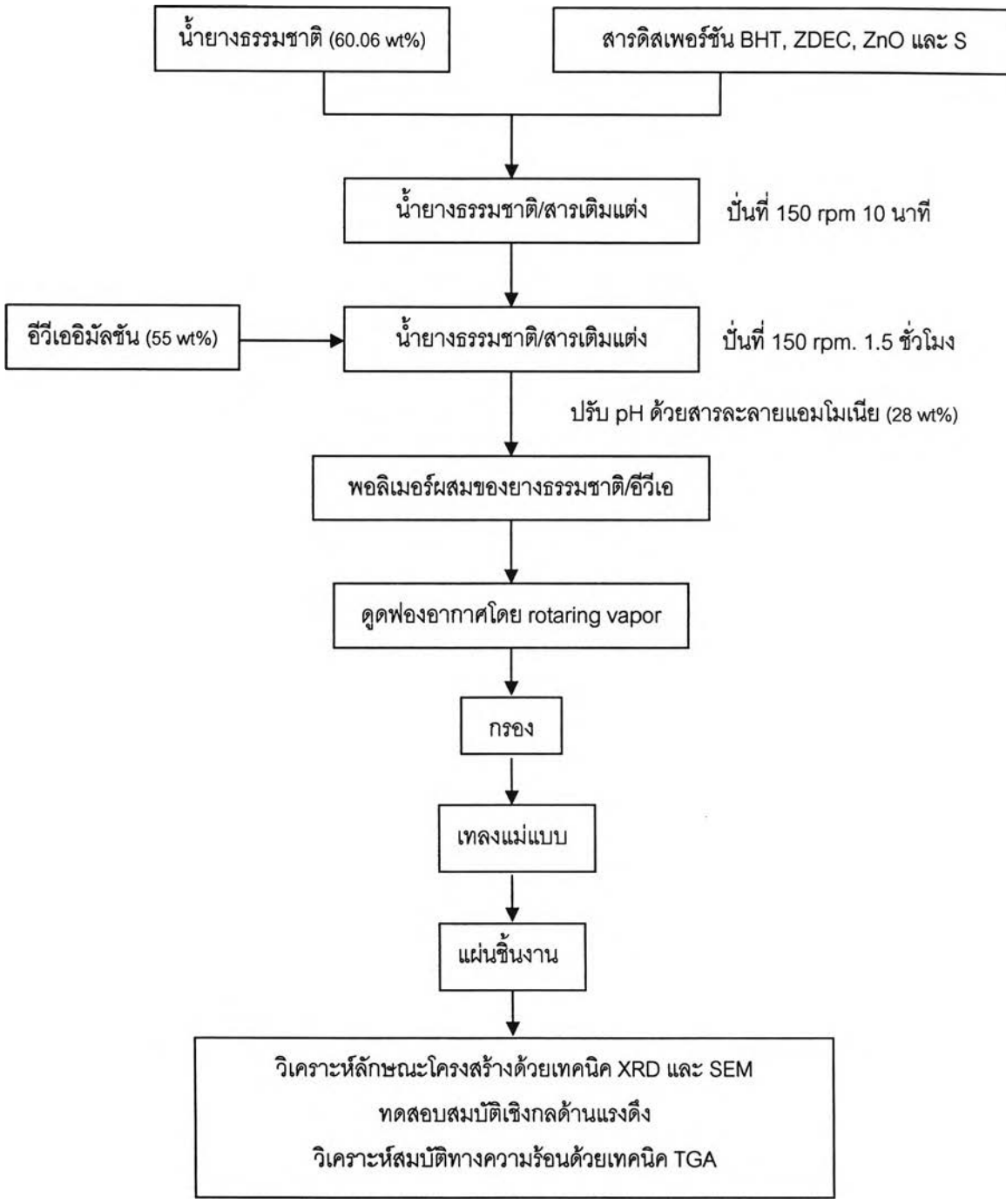
3.3.5 การเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างยางธรรมชาติ/อีวีเอ

การเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างยางธรรมชาติ/อีวีเอ ทำโดยนำอีวีเออิมัลชัน (55 wt%) ผสมกับน้ำยางธรรมชาติข้น (60.06 wt%) ที่ได้ผสมสารดิสเพอร์สชันสำหรับวัลคาไนซ์ยางธรรมชาติแล้ว (ใช้ภาวะการผสมเหมือน ข้อ 3.3.3) และในระหว่างการผสมต้องมีการปรับค่า pH ให้ใกล้เคียงกับค่า pH ของน้ำยางธรรมชาติ ด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนีย (28 wt%) เพื่อให้คงความเป็นด่างตลอดเวลา ปั่นผสมให้เข้ากันที่ความเร็วรอบ 150 rpm เป็นเวลา 1.5 ชม. จากนั้นนำสารผสมมาดูดฟองอากาศออกโดยใช้เครื่อง rotary evaporator จนหมดฟอง จากนั้นกรองแล้วเทลงแม่แบบ ปล่อยให้ชิ้นงานให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 วัน นำชิ้นงานมาอบที่อุณหภูมิ 70

องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชม. และทำการบ่ม (cure) ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชม. เก็บชิ้นงานใน desiccator จากนั้นวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD และ SEM ทดสอบสมบัติความต้านแรงดึง และทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA ดังขั้นตอนการทดลองในรูป 3.5 ซึ่งในการทดลองใช้อัตราส่วนของยางธรรมชาติและอีวีเอดังแสดงในตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 ปริมาณสารที่ใช้เตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างยางธรรมชาติ/อีวีเอ

NR (g)	EVA (g)	S (g)	ZnO (g)	BHT (g)	ZDEC (g)
90	10	1.35	0.9	0.9	0.9
80	20	1.2	0.8	0.8	0.8
70	30	1.05	0.7	0.7	0.7
60	40	0.9	0.6	0.6	0.6
50	50	0.75	0.5	0.5	0.5



รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างยางธรรมชาติ/อีวีเอ

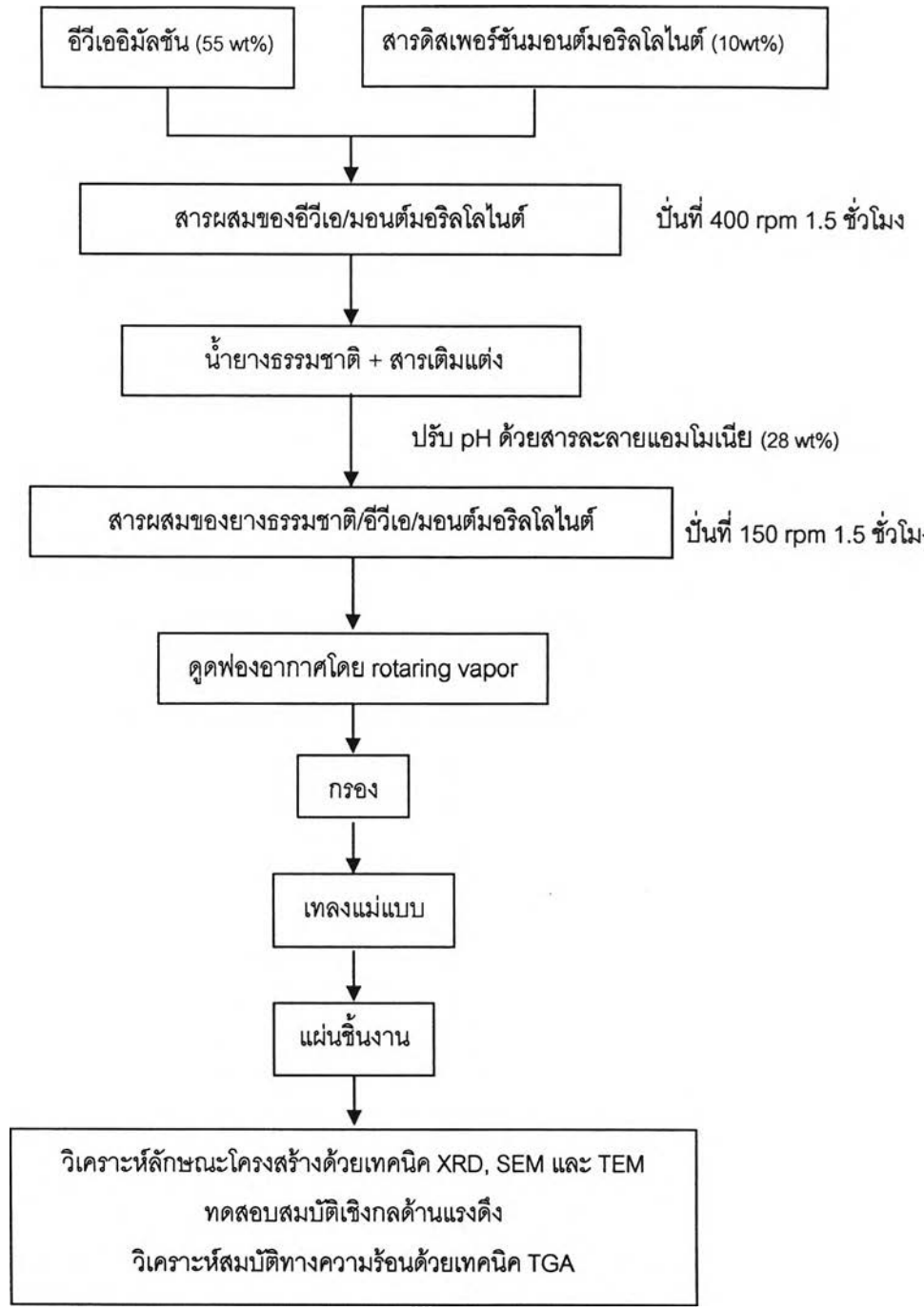
3.3.6 การเตรียมยางธรรมชาติ/อีวีเอ/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต

การเตรียมยางธรรมชาติ/อีวีเอ/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต ทำโดยนำอีวีเออิมัลชัน (55 wt%) มาผสมกับสารดิสเพอร์สชันมอนต์มอริลโลไนต์ (10 wt%) โดยใช้เครื่องปั่นกวนเชิงกล ปั่นที่ความเร็ว 400 rpm เป็นเวลา 1.5 ชม. จากนั้นนำสารผสมที่เตรียมได้ค่อยๆ เติมลงในน้ำยางข้นที่ได้ผสมสารดิสเพอร์สชันสำหรับวัลคาไนซ์ยางธรรมชาติแล้ว (ใช้ภาวะการผสมเหมือนข้อ 3.3.3) และในระหว่างการผสมต้องมีการปรับค่า pH ให้ใกล้เคียงกับค่า pH ของน้ำยางธรรมชาติด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนีย (28 wt%) เพื่อให้คงความเป็นด่างตลอดเวลา ปั่นผสมให้เข้ากันที่ความเร็ว 150 rpm เป็นเวลา 1.5 ชม. จากนั้นนำสารผสมมาดูดฟองอากาศออกโดยใช้เครื่อง rotary evaporator เป็นเวลา 1 ชม. ทำการกรองแล้วเทลงในแม่แบบ ปล่อยให้ชิ้นงานแห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 วัน นำชิ้นงานมาอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชม. และทำการบ่มที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชม. เก็บชิ้นงานใน desiccator จากนั้นวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD, SEM และ TEM ทดสอบสมบัติเชิงกลด้านแรงดึง และทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA ดังขั้นตอนการทดลองในรูปที่ 3.6 และอัตราส่วนของสารต่างๆ แสดงในตารางที่ 3.8

ตารางที่ 3.8 อัตราส่วนของสารที่ใช้เตรียมยางธรรมชาติ/อีวีเอ/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต

NR (g)	EVA (g)	MMT (g)	S (g)	ZnO (g)	BHT (g)	ZDEC (g)
100	0	4	1.5	1	1	1
90	10	4	1.35	0.9	0.9	0.9
80	20	4	1.2	0.8	0.8	0.8
70	30	4	1.05	0.7	0.7	0.7
60	40	4	0.9	0.6	0.6	0.6
50	50	4	0.75	0.5	0.5	0.5

T25196807



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการเตรียมยางธรรมชาติ/อีวีเอ/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต

3.4 การวิเคราะห์และตรวจสอบสมบัติ

3.4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค XRD

วิเคราะห์โครงสร้างของมอนต์มอริลโลไนต์ในวัสดุนาโนคอมพอสิตโดยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD) ด้วยเครื่อง Philip PW3710 PC-APD ดังแสดงในรูปที่ 3.7

ภาวะที่ใช้ในการทดลอง

หลอดรังสีเอ็กซ์ : Cu

แหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ : CuK_{α}

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

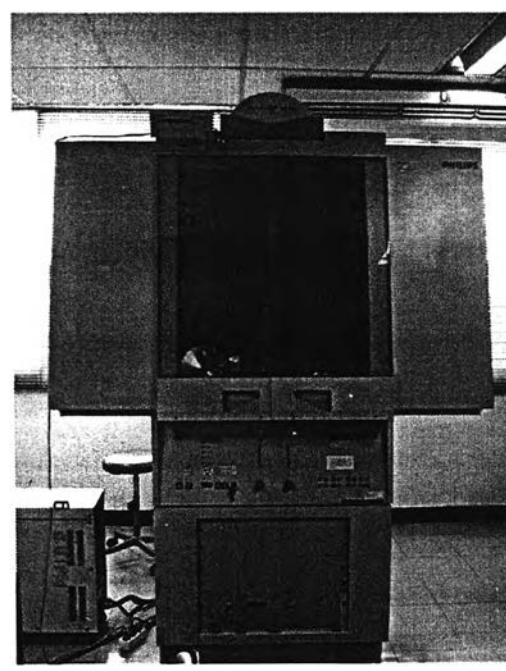
$$n\lambda = 2d\sin\theta \qquad (1)$$

โดย d คือ ระยะห่างของชั้นระหว่างผลึก

n คือ ตัวเลขจำนวนเต็ม (n = 1)

λ คือ ความยาวคลื่น (wave length) ของแสง (λ = 1.54060 Å)

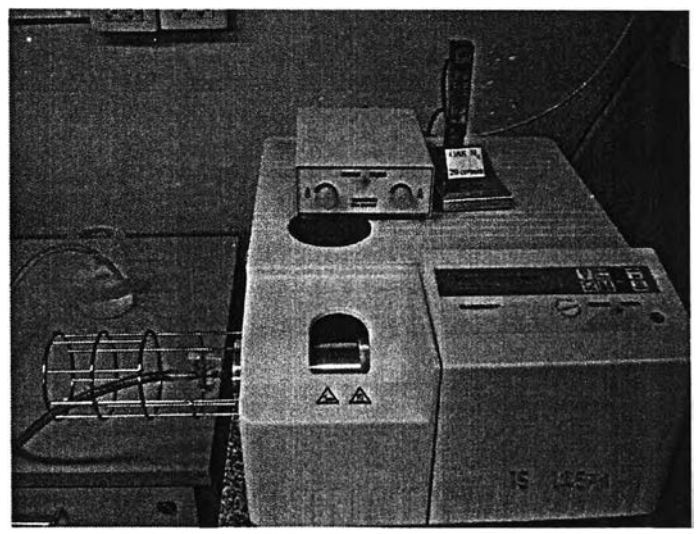
θ คือ มุมที่รังสีเอกซ์ตกกระทบผิวของผลึก



รูปที่ 3.7 เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) รุ่น Philip PW3710 PC-APD

3.4.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค TGA

วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค TGA โดยใช้เครื่องรุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851^{e} ดังแสดงในรูปที่ 3.8 โดยนำชิ้นทดสอบซึ่งมีน้ำหนักประมาณ 3-10 มิลลิกรัม ใส่ในถาดอะลูมินา โดยใช้ภาวะในการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ 50 ถึง 1000 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มความร้อน 20 องศาเซลเซียส/นาที ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.8 เครื่อง TGA รุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851^{e}

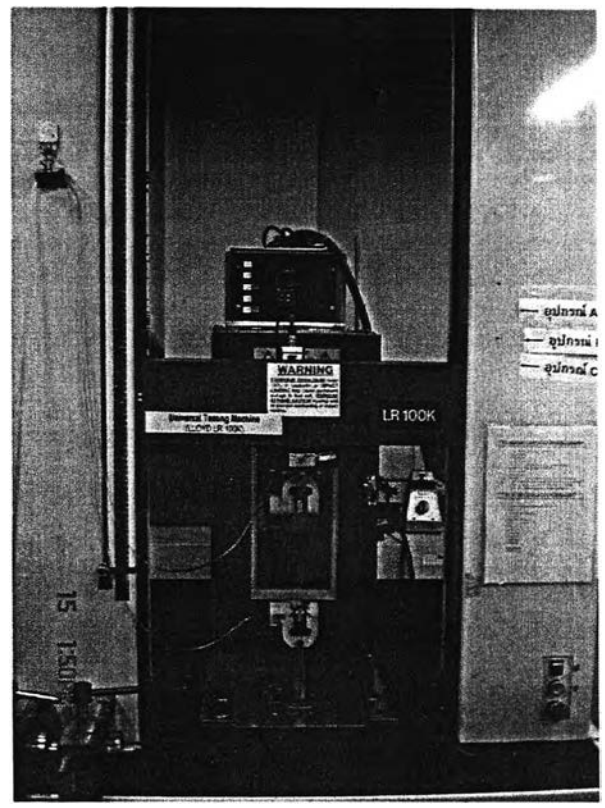
3.4.3 การทดสอบสมบัติความต้านแรงดึงของวัสดุนาโนคอมพอสิต

ทดสอบสมบัติด้านความต้านแรงดึงของวัสดุนาโนคอมพอสิตตามมาตรฐาน ASTM D 412-92 (Standard Test Method for Vulcanized Rubber and Thermoplastic Rubbers and Thermoplastic Elastomer-Tension) ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 10K PLUS ดังแสดงในรูปที่ 3.9

ภาวะในการทดสอบ

ระยะดึง (gauge length)	:	33 มิลลิเมตร
ขนาด Load cell	:	1,000 นิวตัน
อัตราเร็วในการดึง	:	500 มิลลิเมตร/นาที

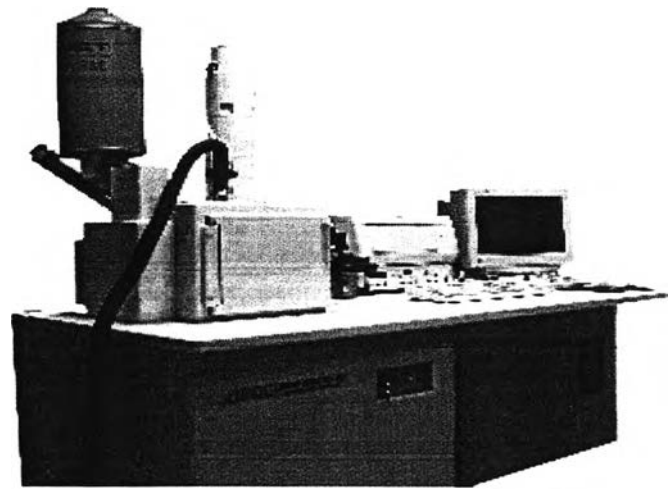
โดยบันทึกค่าความเค้นสูงสุด (stress at maximum load) ความเครียด ณ จุดขาด (% strain at break) และยังส์มอดุลัส (Young's modulus) ทดสอบ 5 ชิ้น ต่อ 1 ตัวอย่างแล้วนำค่าที่ได้มาเฉลี่ย



รูปที่ 3.9 เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 10 K PLUS

3.4.4 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM)

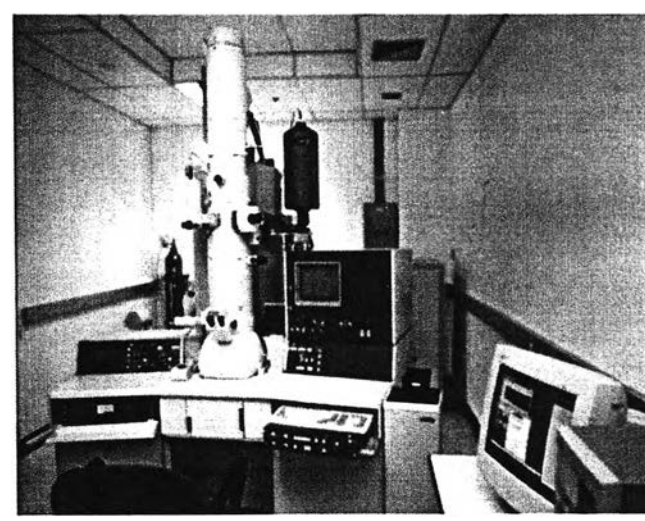
การวิเคราะห์สัณฐานของพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตนั้นสามารถตรวจสอบได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JEOL JSM-5900 ดังแสดงในรูปที่ 3.11 ใช้กระแสไฟฟ้าความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ ที่กำลังขยาย 1500 เท่า



รูปที่ 3.10 เครื่อง SEM รุ่น JEOL JSM-5900

3.4.5 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Trans mission electron microscopy, TEM)

การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาเพื่อดูลักษณะโครงสร้างและการจัดเรียงตัวของมอนต์มอริลโล-ไนต์ในพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตนั้น สามารถตรวจสอบได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน รุ่น JEOL JEM-2010 ดังแสดงในรูปที่ 3.12 โดยกระแสไฟฟ้าที่ความต่างศักย์ 200 กิโลโวลต์ และใช้กำลังขยาย 8,000 และ 50,000 เท่า เตรียมชิ้นงานโดยเครื่อง Leica Ultracut UCT (Cryo-Utramicrotome) ชิ้นงานขนาด 90 nm ด้วยมีดแก้วที่อุณหภูมิ -110 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.11 เครื่อง TEM รุ่น JEOL JEM-2010