

บทที่ 3

วัสดุและการทดลอง

3.1 วัสดุ

วัสดุที่ใช้ในการทดลองประกอบด้วยยางธรรมชาติเกรด STR 5L จากบริษัทไทยฮั้วยางพารา จำกัด เส้นใยป่านสรนารายณ์จากกลุ่มหนึ่งตำบลหนึ่งผลิตภัณฑ์ของอำเภอคำชะโนด จังหวัด นครราชสีมา มาเลอิกแอนไฮไดรด์ (maleic anhydride, sigma-aldrich) ไดคิวมิวเปอร์ออกไซด์ (dicumyl peroxide, aldrich chemicals) เส้นใยปอแก้วจากบริษัทเอ็นอีพี อสังหาริมทรัพย์ และ อุตสาหกรรม และสารที่ใช้ในการคงรูปร่างธรรมชาติประกอบไปด้วยกรดสเตียริก (stearic acid) ซิงค์ออกไซด์ (zinc oxide) เอ็น-ไซโคลเฮกเซน 1-2-เบนโซไทอะโซล-2-ซัลเฟนามิด (N-cyclohexyl-2-benzothiazole-2-sulphenamide, CBS) และกำมะถัน (sulfur)

3.2 การทดลอง

3.2.1 การเตรียมเส้นใยป่านสรนารายณ์

เส้นใยป่านสรนารายณ์ถูกนำมาตัดให้ได้ความยาวประมาณ 2 มิลลิเมตร หลังจากนั้นนำไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ 1 คืน โดยเรียกเส้นใยที่ผ่านการอบในขั้นตอนนี้ว่าเส้นใยที่ไม่ได้ดัดแปร (untreated fiber, UT) ในการกำจัดเฮมิเซลลูโลส และพวกลิกนินที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำออกจากเส้นใยทำได้โดยการนำเส้นใยที่ไม่ได้ปรับปรุงไปแช่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำเส้นใยไปล้างด้วยน้ำกลั่นและอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ 1 คืน เส้นใยที่ได้จากขั้นตอนนี้เรียกว่าเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์เซชัน (alkali treated fiber, AT)

3.2.2 การเตรียมสารช่วยให้เข้ากัน

ยางธรรมชาติกราฟท์มาเลอิกแอนไฮไดรด์ (natural rubber grafted with maleic anhydride) ถูกเตรียมโดยใช้เครื่องบดผสมภายใน (internal mixer, Hakke Rheomix 3000P ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที และความเร็รรอบ 60 รอบต่อนาที ปริมาณมาเลอิกแอนไฮไดรด์ที่ใช้คือ 6 ส่วนในหนึ่งร้อยส่วนของยางธรรมชาติ ส่วนปริมาณไดคิวมิวเปอร์ออกไซด์คือ 1 ส่วนในหนึ่งร้อยส่วนของยางธรรมชาติ

3.2.3 การเตรียมและการขึ้นรูปคอมโพสิต

สูตรของยางคอมพาวด์ที่ใช้ในการศึกษานี้แสดงในตารางที่ 3.1 โดยคอมพาวด์ถูกเตรียมโดยใช้เครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง (two roll mill, Chaichareon) ที่อุณหภูมิห้อง และใช้ปริมาณของเส้นใยต่างกันคือ 10 20 และ 30 ส่วนในหนึ่งร้อยส่วนของยางธรรมชาติ ขั้นตอนของการผสมจะ

นำยางธรรมชาติมาบดให้หยาบเป็นเวลา 5 นาที หลังจากนั้นทำการเติมซิงค์ออกไซด์ และเส้นใยลงไป ตามลำดับ หลังจากใส่เส้นใยเข้าไปแล้วทำการใส่สารที่ช่วยในการทำให้ยางคงรูปและเกิดโครงสร้างร่างแห คือ กรดสเตียริก CBS และกำมะถัน เวลาการผสมทั้งหมดคือ 25 นาที ชิ้นงานสำหรับทดสอบ ถูกเตรียมโดยเครื่องกดอัด (compression molding machine, Gotech, GT-7014-A30) ภายใต้แรงดัน 130 เมกะปาสกาล และอุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ในการศึกษาผลของการใส่สารช่วยให้เข้ากัน ยางธรรมชาติกราฟท์มาเลอิกแอนไฮไดรด์ถูกใช้ในปริมาณ 5 ส่วนในหนึ่งร้อยส่วนของยางธรรมชาติ

จากการพิจารณาสมบัติทางกล และสมบัติการคงรูปคอมโพสิตที่ปริมาณเส้นใยต่างๆ ปริมาณเส้นใยที่ทำให้คอมโพสิตมีค่าสมบัติทางกล และสมบัติการคงรูปที่เหมาะสมที่สุด จะถูกใช้ในการศึกษาผลของการใส่เส้นใยสองชนิดลงในยางธรรมชาติต่อสมบัติทางกล สมบัติการคงรูป และลักษณะวิทยาของคอมโพสิต โดยปริมาณของเส้นใยปานสรณารายณ์ต่อเส้นใยปอแก้วที่ใช้ศึกษา คือ 8 ต่อ 2 5 ต่อ 5 และ 2 ต่อ 8 ส่วนในหนึ่งร้อยส่วนของยางธรรมชาติ

ตารางที่ 3.1 สูตรคอมพาวด์ที่ใช้ในการศึกษา

วัสดุ	ปริมาณ (ส่วนในหนึ่งร้อยส่วนของยางธรรมชาติ)			
	ยางธรรมชาติ (NR)	100	100	100
ซิงค์ออกไซด์	5	5	5	5
กรดสเตียริก	1.5	1.5	1.5	1.5
CBS	0.5	0.5	0.5	0.5
กำมะถัน	2.5	2.5	2.5	2.5
เส้นใยปานที่ไม่ได้ปรับปรุง (UT)	-	x	-	x
เส้นใยปานที่ผ่านการทำอัลคาไลน์เซชัน (AT)	-	-	x	-
ยางธรรมชาติกราฟท์มาเลอิกแอนไฮไดรด์ (NR-g-MA)	-	-	-	5

หมายเหตุ x คือ 10 20 และ 30 ส่วนในหนึ่งร้อยส่วนของยางธรรมชาติ

3.2.4 การวิเคราะห์และตรวจสอบยางธรรมชาติ และคอมโพสิตของยางธรรมชาติ

3.2.4.1 การวิเคราะห์ยางธรรมชาติกราฟท์มาเลอิกแอนไฮไดรด์

อินฟราเรดสเปกตรัมของยางธรรมชาติ และยางธรรมชาติกราฟท์มาเลอิกแอนไฮไดรด์ ถูกตรวจสอบโดยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR spectrometer, Bruker) โดยทำการทดสอบในช่วงเลขคลื่น 4000 ถึง 600 cm^{-1} ทำการสแกน 32 ครั้ง ที่ความละเอียดเลขคลื่น 4 cm^{-1}

ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีของธรรมชาติ และยางธรรมชาติกราฟท์มาเลอิกแอนไฮไดรด์ที่ผ่านการกำจัดมาเลอิกแอนไฮไดรด์ที่ไม่ทำปฏิกิริยาออกแล้ว ถูกทดสอบโดยการหล่อลงบนแผ่นโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr disc)

ปริมาณมาเลอิกแอนไฮไดรด์ที่กราฟท์บนยางธรรมชาติหาได้จากการไทเทรตหมู่คาร์บอกซิลิก (carboxylic acid groups) ที่มาจากหมู่แอนไฮไดรด์ สารละลายของยางธรรมชาติกราฟท์มาเลอิกแอนไฮไดรด์ที่ใช้ในการไทเทรตเตรียมโดยการละลาย 1 กรัมของยางธรรมชาติกราฟท์มาเลอิกแอนไฮไดรด์ในโทลูอีน 100 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิเท่ากับจุดเดือดของโทลูอีน มาเลอิกแอนไฮไดรด์ที่ไม่เกิดปฏิกิริยาถูกแยกออกโดยการเติมอะซิโตนปริมาณมากเกินพอลงในสารละลายของยางธรรมชาติกราฟท์มาเลอิกแอนไฮไดรด์และทำการกรอง นำยางธรรมชาติกราฟท์มาเลอิกแอนไฮไดรด์ที่ได้จากการตกตะกอนไปทำให้แห้งในตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำตัวอย่างที่ได้ไปละลายในโทลูอีนอีกครั้ง จากนั้นเติมน้ำ 0.2 มิลลิลิตร เพื่อทำการไฮโดรไลต์หมู่แอนไฮไดรด์ไปเป็นหมู่คาร์บอกซิลิก ทำการรีฟลักซ์ (reflux) สารละลายเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้การเกิดไฮโดรไลซิสสมบูรณ์ ทำการไทเทรตปริมาณคาร์บอกซิลิกด้วยสารละลายโปแทสเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.25 N ในการเตรียมสารละลายใช้เมทานอลและเบนซิลแอลกอฮอล์เป็นตัวทำละลายที่อัตราส่วน 1 ต่อ 9 โดยปริมาตร ฟีนอล์ฟทาเลอิน (phenolphthalein) ใช้เป็นตัวชี้วัด (indicator) ความเข้มข้นของคาร์บอกซิลิกถูกเปลี่ยนไปเป็นปริมาณมาเลอิกแอนไฮไดรด์ตามสมการ 3.1 (Nakason et al., 2004)

$$MA \text{ (wt\%)} = \frac{(V_1 - V_0)}{2w} \times N \times 98 \times 100\% \quad (3.1)$$

N คือ ความเข้มข้นของสารละลายโปแทสเซียมไฮดรอกไซด์ หน่วยเป็นโมลต่อลิตร

V_0 และ V_1 คือ ปริมาณสารละลายโปแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไทเทรตของ blank และตัวอย่าง ตามลำดับ W คือ น้ำหนักของยางธรรมชาติกราฟท์มาเลอิกแอนไฮไดรด์ หน่วยเป็นกรัม

3.2.4.2 สมบัติการคงรูป (cure characteristics)

สมบัติการคงรูปประกอบด้วย ทอร์คสูงสุด (MH) ทอร์คต่ำสุด (ML) เวลาการสกอรัช (t_{91}) และเวลาการคงรูป (t_{90}) โดยทำการทดสอบด้วยเครื่อง moving die rheometer (MDR, Gotech, GT-M200F) ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส

3.2.4.3 สมบัติทางกล (mechanical properties)

สมบัติด้านความทนทานต่อแรงดึง (tensile properties) ทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D412 โดยใช้เครื่อง universal testing machine (Instron, 5565) ขนาดของเซลล์รับแรง 5 กิโลนิวตัน ความเร็วในการดึง 500 มิลลิเมตรต่อนาที ความยาวของเกจ 33 เซนติเมตร

สมบัติด้านความทนทานต่อการฉีกขาด (tear properties) ทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D624 โดยใช้เครื่อง universal testing machine (Instron, 5565) ขนาดของเซลล์รับแรง 5 กิโลนิวตัน ความเร็วในการดึง 500 มิลลิเมตรต่อนาที

สมบัติด้านความแข็ง (hardness) ทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D2240 โดยใช้เครื่อง international rubber hardness degrees tester, Bai Eiss, Digi Test)

3.2.4.4 สมบัติทางสัณฐานวิทยา (morphological properties)

การตรวจสอบสมบัติทางสัณฐานวิทยา ทำโดยใช้เครื่อง scanning electron microscope, Jeol, JSM-6400) การเตรียมตัวอย่างทำโดยการนำชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความทนทานต่อแรงดึงไปทำการเคลือบด้วยทองคำก่อนนำไปศึกษา