



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การพัฒนาสมบัติการดูดซับของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต

โดย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชวลิต งามจรัสศรีวิชัย และคณะ

เมษายน พ.ศ. 2552

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การพัฒนาสมบัติการดูดซับของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต

คณะผู้วิจัย

1. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชวลิต งามจรัสศรีวิชัย
2. นางสาวปาริชาติ กล่ำรัมย์
3. นางสาวรมยพร รอดแก้ว
4. นางสาวจอมธิดา พูลสุข

ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ชุดโครงการวิจัยแห่งชาติ : ยางพารา

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว.ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทสรุปรายงานสำหรับผู้บริหาร

ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) การพัฒนาสมบัติการดูดซับของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต
(ภาษาอังกฤษ) Development of Sorptive Properties of Natural Rubber Film Composites

หัวหน้าโครงการ

ชื่อ-นามสกุล ชวลิต งามจรัสศรีวิชัย
หน่วยงาน จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ที่อยู่ ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์
โทรศัพท์ 0-2218-7528 โทรสาร 0-2255-5831
E-mail address Chawalit.Ng@chula.ac.th

นักศึกษา/ผู้ร่วมวิจัย

- | | |
|-----------------------------|----------------|
| 1. นางสาวปาริชาติ กล่ำรัมย์ | นิสิตปริญญาโท |
| 2. นางสาวรมย์พร รอดแก้ว | นิสิตปริญญาตรี |
| 3. นางสาวจอมธิดา พูลสุข | นิสิตปริญญาตรี |

ปัญหาที่ทำวิจัยและความสำคัญ (โดยย่อประมาณ 5 บรรทัด)

ซิลิกาเป็นสารเสริมแรงชนิดหนึ่งที่มีนิยมนำมาใช้กับยางธรรมชาติ ซิลิกาหลายประเภท เช่น ซิลิกาเจล โมเลกุลาร์ซีฟ (molecular sieve) ซึ่งเป็นซิลิกาที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง มีรูพรุนจำนวนมาก และมีการจัดเรียงโครงสร้าง ขนาดรูพรุนและองค์ประกอบทางเคมีที่หลากหลาย การเติมซิลิกาเหล่านี้ลงในยางธรรมชาติ โดยใช้วิธีและภาวะการเตรียมที่เหมาะสม จะทำให้ได้ยางคอมพอสิตที่มีพื้นที่ผิวสูงและมีสมบัติการดูดซับด้วย ซึ่งจะนำไปสู่นวัตกรรมใหม่ของผลิตภัณฑ์จากยางธรรมชาติ

วัตถุประสงค์

ศึกษาการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีพื้นที่ผิวสูงและมีสมบัติการดูดซับและการคายวิตามินเอ อีและซี จากยางพาราแห้งและวัสดุซิลิกาชนิดต่าง ๆ

ผลการดำเนินงาน

การเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตใช้วิธีการกวนผสมแบบแขวนลอย (slurry mixing) วัสดุซิลิกาที่ใช้ได้แก่ ซิลิกาเจลที่มีขนาดอนุภาคต่าง ๆ กัน ซีโอไลต์ และเมโซพอร์สซิลิกา (mesoporous silica) ได้แก่ MCM-41 และ SBA-15 โดยศึกษาหาปัจจัยที่มีผลต่อความเรียบเนียนของแผ่นฟิล์มคอมพอสิตและการกระจายของวัสดุซิลิกาในเนื้อยาง ได้แก่ ชนิดของตัวทำละลายในการเตรียมสารละลายยาง ชนิดของวัสดุซิลิกา ปริมาณวัสดุซิลิกา ชนิดของเมโซพอร์สซิลิกา และการเติมกลีเซอรอล การวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตใช้เทคนิค scanning electron microscopy และการวัดการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจน (N_2 adsorption-desorption measurement) จากการศึกษาพบว่า โพลีเอทิลีนและเตตระไฮโดรฟูแรนเป็นตัวทำละลายยางที่ดี ชนิดของซิลิกาที่เหมาะสมในการเตรียมแผ่นฟิล์มคือ ซิลิกาเจล SiO_2 และเมโซพอร์สซิลิกา เมื่อวัสดุซิลิกาในแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตมีปริมาณเพิ่มขึ้นหรือมีขนาดอนุภาคเล็กลง จะทำให้แผ่นฟิล์มคอมพอสิตมีความพรุนเพิ่มขึ้น โดยความพรุนที่พบเกิดจากวัสดุซิลิกาตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมแผ่นฟิล์ม และอีกชนิดหนึ่งซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าเป็นความพรุนที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคซิลิกาที่ซ้อนทับกันบนผิวยาง และ/หรือรูพรุนที่เกิดขึ้นในเนื้อแผ่นฟิล์มยาง

แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตทุกชนิดที่เตรียมขึ้นในโครงการนี้ สามารถดูดซับและคายวิตามินเอ อี และซีได้ ความสามารถในการดูดซับและการคายวิตามินชนิดต่าง ๆ ของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตไม่สามารถอธิบายด้วยสมบัติความพรุนที่วิเคราะห์ได้จากการวัดการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งแสดงว่ารูพรุนหลักที่ทำหน้าที่ในการดูดซับและการคายวิตามินคือ รูพรุนที่เป็นช่องว่างระหว่างอนุภาคซิลิกาที่ซ้อนทับกันและ/หรือรูพรุนที่เกิดในเนื้อแผ่นฟิล์มยาง การทำให้แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตสามารถดูดซับและคายวิตามินได้มาก จึงทำได้ด้วยการเพิ่มจำนวนรูพรุนเหล่านี้ ได้แก่ การใช้วัสดุซิลิกาที่มีขนาดเล็กลง และการเพิ่มปริมาณวัสดุซิลิกา แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจาก MCM-41 สามารถดูดซับและคายวิตามินทุกชนิดได้มากที่สุด การเติมกลีเซอรอลในปริมาณที่เหมาะสมจะช่วยเพิ่มความนุ่มและชุ่มชื้นให้กับแผ่นฟิล์ม รวมทั้งช่วยเพิ่มปริมาณวิตามินที่ดูดซับและคายได้ด้วย ผลการศึกษาที่ได้จากโครงการนี้ จะเป็นองค์ความรู้เพื่อใช้พัฒนาแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตเป็นผลิตภัณฑ์เชิงพาณิชย์ต่าง ๆ เช่น แผ่นสมานแผล แผ่นฆ่าเชื้อโรค หน้ากากบำรุงผิว เป็นต้น

สรุปผลการวิจัย

วิธีการผสมแบบแขวนลอย (slurry mixing method) ที่ใช้ในโครงการนี้สามารถเตรียมแผ่นฟิล์มคอมพอสิตของยางธรรมชาติกับวัสดุซิลิกาที่มีพื้นที่ผิวและความพรุนสูงได้ ความพรุนและความสามารถในการดูดซับและการคายวิตามินของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตจะเพิ่มขึ้น เมื่อขนาดอนุภาคของวัสดุซิลิกาเล็กลง และปริมาณของวัสดุซิลิกาเพิ่มขึ้น แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมได้ประกอบด้วยรูพรุนอย่างน้อยสองชนิด ชนิดแรกเป็นรูพรุนของวัสดุซิลิกาตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต และอีกชนิดหนึ่งซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าเป็นรูพรุนที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคซิลิกาที่ซ้อนทับกันบนผิวยาง และ/หรือรูพรุนที่เกิดขึ้นในเนื้อแผ่นฟิล์มยาง โดยรูพรุนชนิดหลังน่าจะเป็นความพรุนหลักที่ทำให้เกิดการดูดซับวิตามินได้มาก แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตทุกชนิดที่เตรียมได้สามารถดูดซับและคายได้ทั้งวิตามินเอ

อี และซี โดยปริมาณที่ดูดซับและคายได้น่าจะเพียงพอสำหรับการประยุกต์ใช้งานเป็นหน้ากากบำรุงผิว แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีการเติมกลีเซอรอลร่วมด้วยจะมีลักษณะที่นุ่ม ชุ่มชื้น และยืดหยุ่นมากขึ้น ทำให้น่าใช้งานมากกว่า ต้นทุนในการผลิตแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตของซิลิกาเจลขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 9.2 เซนติเมตร ประมาณ 9-12 บาทต่อแผ่น

ข้อเสนอแนะที่คาดว่าจะควรวิจัยเพิ่มเติม และวิธีการที่ควรพัฒนาต่อยอดสู่ภาคปฏิบัติจริง

กรณีการใช้อย่างพาราแห้งเป็นวัตถุดิบตั้งต้นในการเตรียมแผ่นฟิล์มคอมพอสิต ควรเลือกใช้ตัวทำละลายชนิดอื่นในการละลายยาง โดยพิจารณาถึงความเป็นพิษต่ำ มีจุดเดือดและความดันไอต่ำ เช่น เฮกเซน เป็นต้น เพื่อให้ง่ายต่อการกำจัดออกในขั้นตอนการอบแห้งและป้องกันอันตรายจากตัวทำละลายตกค้างที่อาจจะเกิดขึ้นขณะนำแผ่นฟิล์มที่เตรียมได้ไปใช้งาน นอกจากนี้ การใช้ vacuum oven จะช่วยให้ตัวทำละลายระเหยออกได้ง่ายขึ้น กรณีการใช้น้ำยางดิบเป็นวัตถุดิบตั้งต้นแทนยางพาราแห้งจะช่วยลดการใช้สารเคมี และลดขั้นตอนการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตได้ อย่างไรก็ดี เนื่องจากน้ำยางดิบมีองค์ประกอบที่ซับซ้อน จึงจำเป็นต้องทำการศึกษาเพิ่มเติม เพื่อหาผลขององค์ประกอบเหล่านั้นต่อลักษณะสมบัติและความสามารถในการดูดและการคายสารที่ต้องการ

การนำแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมได้ไปใช้กับผิวหนังอาจก่อให้เกิดการระคายเคืองได้ เนื่องจากยางธรรมชาติมีโปรตีนเป็นองค์ประกอบ จึงจำเป็นต้องทดสอบอาการแพ้หรือการระคายเคืองผิวหนัง ด้วย การใช้ deproteinized rubber แทนยางธรรมชาติธรรมดา น่าจะช่วยลดโอกาสเกิดอาการแพ้หรือการระคายเคืองผิวหนังได้ นอกจากนี้ แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตควรผ่านเกณฑ์การตรวจสอบหาสารเป็นพิษตกค้างด้วย เมื่อพัฒนาการเตรียมต่อไปจนได้แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่ปลอดภัยแล้ว ควรนำไปทดสอบการใช้งานจริง โดยประเมินความพึงพอใจของผู้ใช้และทำการเปรียบเทียบกับผลิตภัณฑ์ที่คล้ายคลึงกันที่ใช้อยู่ในปัจจุบัน

ผลงานทางวิชาการที่คาดว่าจะเกิดขึ้น

1. ตีพิมพ์บทความทางวิชาการในวารสารระดับนานาชาติจำนวน 1 เรื่อง
2. การนำเสนอผลงานในงานประชุมวิชาการระดับชาติจำนวน 1 เรื่อง

บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีพื้นที่ผิวสูงและมีสมบัติการดูดซับจากยางธรรมชาติกับวัสดุซิลิกาชนิดต่าง ๆ การเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตใช้วิธีการกวนผสมแบบแขวนลอย (slurry mixing) วัสดุซิลิกาที่ใช้ได้แก่ ซิลิกาเจลที่มีขนาดอนุภาคต่าง ๆ กัน ซีโอไลต์ และเมโซพอร์สซิลิกา (mesoporous silica) ได้แก่ MCM-41 และ SBA-15 โดยศึกษาหาปัจจัยที่มีผลต่อความเรียบเนียนของแผ่นฟิล์มคอมพอสิตและการกระจายของวัสดุซิลิกาในเนื้อยาง ได้แก่ ชนิดของตัวทำละลายในการเตรียมสารละลายยาง ชนิดของวัสดุซิลิกา ปริมาณวัสดุซิลิกา ชนิดของเมโซพอร์สซิลิกา และการเติมกลีเซอรอล การวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตใช้เทคนิค scanning electron microscopy และการวัดการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจน (N_2 adsorption-desorption measurement) จากการศึกษาพบว่า โทลูอีนและเตตระไฮโดรฟูแรนเป็นตัวทำละลายยางที่ดี ชนิดของซิลิกาที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมแผ่นฟิล์ม คือ ซิลิกาเจล Si_4 และเมโซพอร์สซิลิกา เมื่อวัสดุซิลิกาในแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตมีปริมาณเพิ่มขึ้นหรือมีขนาดอนุภาคเล็กลง จะทำให้สมบัติความพรุนของแผ่นฟิล์มเพิ่มขึ้น แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตทุกชนิดที่เตรียมขึ้นในโครงการนี้ สามารถดูดซับและคายวิตามินเอ อี และซีได้ ปริมาณวิตามินที่ดูดซับและคายได้จะขึ้นกับความพรุนที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคของซิลิกา (interparticle voids) ที่ซ้อนทับกันบนผิวยาง และ/หรือความพรุนที่เกิดขึ้นในเนื้อแผ่นฟิล์มยาง โดยแผ่นฟิล์มที่เตรียมจาก MCM-41 สามารถดูดซับและคายวิตามินทุกชนิดได้มากที่สุด การเติมกลีเซอรอลในปริมาณที่เหมาะสมช่วยเพิ่มความนุ่มและชุ่มชื้นให้กับแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต และช่วยเพิ่มปริมาณวิตามินที่ดูดและคายได้

ABSTRACT

The present research studied the preparation of rubber film composites with high surface area and sorptive properties from natural rubber and various silica materials. The film composites were prepared via a slurry mixing method using silica gel with various particle sizes, zeolites and mesoporous silicas, i.e. MCM-41 and SBA-15, as the silica materials. Influences of several parameters, including type of solvents for preparation of rubber solution, type of silica materials, silica content, type of mesoporous silicas, and addition of glycerol, on smoothness of rubber film composites and dispersion of silica particles inside the rubber were investigated. Characterizations of the rubber film composites were performed by using techniques of scanning electron microscopy and N₂ adsorption-desorption measurement. The studies indicated that both toluene and tetrahydrofuran were good solvents for dry rubber. The neat film composites can be prepared from Si₄ (silica gel) and mesoporous materials. With either increasing the silica content or decreasing the silica particles, textural properties of the rubber film composites were improved. All types of the composite films can adsorb and desorb vitamin A, E and C. The amount of adsorbed and desorbed vitamins depended on porosities derived from interparticle voids of silica deposited on the rubber surface and/or those generated inside the rubber texture. The film composites prepared by using MCM-41 materials possessed the highest adsorption/desorption capacity for all vitamins. The addition of suitable amount of glycerol did not only improve softness and moistness of the rubber film composites, but also enhance the amount of adsorbed and desorbed vitamins.

เนื้อหา

1. ความสำคัญและความเป็นมาของการวิจัย

ยางธรรมชาติมีสมบัติเด่นคือ ความยืดหยุ่นสูง ทนทานต่อการฉีกขาด การซึมผ่านต่ำ และสามารถขึ้นรูปได้ง่าย จึงถูกนำมาใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ อย่างไรก็ดี ด้วยโครงสร้างทางเคมีของยางธรรมชาติที่ประกอบด้วย ซิส-1,4-พอลิไอโซพรีน เป็นหลัก ทำใหยางธรรมชาติมีเนื้อที่บวมตัว (swelling) ในน้ำมันและตัวทำละลายอินทรีย์ ไวต่อแสงแดดและความร้อน และถูกออกซิไดส์ได้ง่ายในบรรยากาศ ดังนั้นการนำยางธรรมชาติไปใช้งานจึงถูกจำกัดในวงแคบ การปรับปรุงสมบัติเชิงกายภาพและเคมีของยางธรรมชาติด้วยวิธีทางเคมีผ่านปฏิกิริยาต่าง ๆ เช่น การกราฟ (grafting) การเติมไฮโดรเจน (hydrogenation) เป็นต้น ทำใหยางธรรมชาติมีสมบัติที่น่าสนใจมากขึ้น แต่เป็นวิธีที่มีขั้นตอนยุ่งยากและใช้สารเคมีราคาแพง

เมื่อต้องใช้ยางธรรมชาติเป็นวัตถุดิบสำหรับผลิตภัณฑ์อื่น ๆ ที่ใช้งานในภาวะที่รุนแรง เช่น มีการกระแทก การขีดถู จึงนิยมผสมสารเสริมแรงลงไปเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลและเพิ่มความทนต่อภาวะใช้งาน ซิลิกาเป็นสารเสริมแรงชนิดหนึ่งที่มีสมบัติช่วยให้ยางคงรูป มีความทนทานต่อแรงดึงและการฉีกขาด ความต้านทานต่อการขีดถู และยางคอมพอสิตที่ได้มีสีขาวหรือสีไม่ต่างจากยางธรรมชาติเดิม ตัวอย่างของซิลิกาที่นิยมใช้เป็นสารเสริมแรง เช่น ซิลิกาตกตะกอน (precipitated silica) และ fumed silica เป็นต้น ซึ่งต้องมีขนาดอนุภาคเล็ก และใช้วิธีการและภาวะในการผสมกับยางธรรมชาติที่เหมาะสม เพื่อให้อนุภาคซิลิกากระจายตัวในเนื้อยางอย่างสม่ำเสมอ อย่างไรก็ดี ยังมีซิลิกาอีกหลายชนิดที่ใช้ในเชิงอุตสาหกรรมอย่างแพร่หลาย เช่น ซิลิกาเจล โมเลกุลาร์ซีฟ (molecular sieve) เป็นต้น ซิลิกาในกลุ่มนี้มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง มีรูพรุนจำนวนมาก และมีการจัดเรียงโครงสร้าง ขนาดรูพรุนและองค์ประกอบทางเคมีที่หลากหลาย จึงนิยมใช้เป็นตัวดูดซับและตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการปิโตรเลียมและปิโตรเคมี

คณะผู้วิจัยมีสมมติฐานว่า การเติมซิลิกาที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงและมีสมบัติการดูดซับ (sorptive properties) ดังกล่าวลงในยางธรรมชาติ โดยใช้วิธีและภาวะการเตรียมที่เหมาะสม จะทำให้ได้ยางคอมพอสิตที่มีสมบัติเชิงกลดีขึ้น มีพื้นที่ผิวสูงและมีสมบัติการดูดซับด้วย ซึ่งจะนำไปสู่นวัตกรรมใหม่ของผลิตภัณฑ์จากยางธรรมชาติ

2. วัตถุประสงค์

ศึกษาการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีพื้นที่ผิวสูงและมีสมบัติการดูดซับและการคายวิตามินเอ อีและซี จากยางพาราแห้งและวัสดุซิลิกาชนิดต่าง ๆ

3. ทฤษฎี แนวคิดในการวิจัย และผลงานที่เกี่ยวข้อง

มีงานวิจัยหลายงานศึกษาสมบัติการดูดซับของยางธรรมชาติหรือยางธรรมชาติคอมพอสิต และการประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับ เช่น Regina และคณะ [1] ศึกษาการดูดซับและการละลายของแก๊สชนิดต่าง ๆ ได้แก่ ออกซิเจน คาร์บอนไดออกไซด์ เอทิลีน และโพรพิลีน บนฟิล์มยางธรรมชาติและคอมพอสิตของยางธรรมชาติกับเซลลูโลสที่ผ่านการวัลคาไนซ์แล้ว อย่างไรก็ตาม งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อประยุกต์ใช้คอมพอสิตที่พัฒนาขึ้นเป็นเยื่อเลือกผ่าน (membrane) Sameer และ Fawzi [2] ศึกษาความสามารถในการดูดซับคอปเปอร์ไอออน (Cu^{2+}) ของยางรถยนต์ที่ไม่ผ่านและผ่านการกระตุ้นด้วยเคมีและกายภาพ นอกจากนั้นภานุ ด่านวานิชกุล และคณะ [3] ศึกษาการใช้ยางธรรมชาติและยางรถยนต์ใช้แล้วในการกำจัดโลหะหนัก ได้แก่ สารหนู และปรอท และสารอินทรีย์อื่น ๆ เช่น โทลูอีน ไซลีน และฟีนอล ที่ปนเปื้อนในน้ำ วรพันธ์ กิจธนาอำจร [4] ศึกษาการผลิตอนุภาคยางพาราจากน้ำยางข้นและศึกษาการดูดซับแก๊สเชื้อเพลิง โดยเตรียมอนุภาคยางจากสารละลายของน้ำยางข้นกับไซลีน จากนั้นตีความในสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์พร้อมกับให้ความร้อน ซึ่งทำให้ไซลีนในหยดของสารละลายยางระเหยไป เกิดเป็นรูพรุนขึ้นในอนุภาคยาง จากการทดสอบการดูดซับแก๊สแอลพีจี พบว่า ปริมาณแก๊สที่ดูดซับได้น้อยมาก จึงมีการเติมถ่านกัมมันต์ผสมกับอนุภาคยางในปริมาณ 50 – 100 phr ซึ่งสามารถช่วยเพิ่มการดูดซับแก๊สเชื้อเพลิงได้เป็น 3 เท่า

อย่างไรก็ดี จากการทบทวนวรรณกรรมทั้งบทความเชิงวิชาการและสิทธิบัตรในประเทศและต่างประเทศ ยังไม่พบงานวิจัยใดทำการเตรียมฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงจากยางธรรมชาติและวัสดุซิลิกา เพื่อประยุกต์ใช้ในงานด้านการดูดซับ โดยทั่วไปการผสมวัสดุซิลิกาในยางธรรมชาติมีวัตถุประสงค์หลักคือ การเพิ่มสมบัติเชิงกลและขีดจำกัดการรับแรงของยาง ซิลิกาที่นิยมใช้เป็นสารเสริมแรง เช่น ซิลิกาตกตะกอน (precipitated silica) และ fumed silica เป็นต้น มีขนาดอนุภาคซิลิกาอยู่ในช่วงตั้งแต่ 100 นาโนเมตร ถึงระดับไมครอน โดยปริมาณที่ใช้อยู่ในช่วง 20 – 100 phr ซึ่งเป็นปริมาณที่มีผลต่อความพรุนและสมบัติการดูดซับของยางคอมพอสิตที่ได้น้อยมาก และมักเติมสารคู่ควบไซเลน (silane coupling agent) เช่น บิส(3-ไทรเอทอกซีไซลิลโพรพิล)เตตระซัลไฟด์ [5] เพื่อลดการเกาะกลุ่มกันของวัสดุซิลิกา ทำให้การกระจายตัวของซิลิกาในเนื้อยางสม่ำเสมอมากขึ้น

วัสดุซิลิกาที่คณะผู้วิจัยสนใจใช้ในการศึกษานี้ ได้แก่ ซิลิกาเจล ซีโอไลต์ MCM-41 และ SBA-15 ซึ่งเป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง นิยมใช้เป็นตัวรองรับ (support) ของตัวเร่งปฏิกิริยา และเป็นตัวดูดซับ โดยซิลิกาเจลและซีโอไลต์ที่ใช้เป็นเกรดการค้า มีพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนอยู่ในช่วง 300 - 500 ตารางเมตร/กรัม และ 0.3 – 0.6 ลูกบาศก์เซนติเมตร/กรัม ตามลำดับ ส่วน MCM-41 และ SBA-15 คณะผู้วิจัยได้ทำการสังเคราะห์ขึ้นเองในห้องปฏิบัติการก่อนหน้านี้ จากการวิเคราะห์เบื้องต้น MCM-41 และ SBA-15 มีพื้นที่ผิวจำเพาะประมาณ 900 และ 600 ตารางเมตร/กรัม ตามลำดับ

นอกจากนั้น เทคนิคการผสมซิลิกาเป็นปัจจัยที่สำคัญอย่างยิ่งในการเตรียมแผ่นฟิล์มที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง การใช้เครื่องบดสองลูกกลิ้ง (two-roll mill) จะทำให้ซิลิกาที่มีส่วนเพิ่มพื้นที่ผิวของยางธรรมชาติถูกบดบังด้วยเนื้อยาง ดังนั้นคณะผู้วิจัยจึงมีแนวคิดในการเพิ่มปริมาณวัสดุซิลิกาในเนื้อยางให้

อยู่ในช่วง 100-300 phr และเตรียมยางคอมพอสิตเป็นแผ่นฟิล์มที่มีความหนาในช่วง 0.2-0.5 มิลลิเมตร ซึ่งจะทำให้ได้แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนสูง และมีสมบัติการดูดซับเพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากพื้นผิวของวัสดุซิลิกาเหล่านี้ปกคลุมด้วยหมู่ไฮดรอกซิล (silanol, $\equiv\text{Si}-\text{OH}$) จึงสามารถดูดซับโมเลกุลที่มีหมู่ฟังก์ชันคล้ายกัน หรือมีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ เช่น หมู่คาร์บอนิล (carbonyl, $\text{C}=\text{O}$) ผ่านพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bond) อ่อน ๆ จากผลการวิจัยก่อนหน้านี้ พบว่า วัสดุซิลิกาสามารถดูดซับวิตามินอีที่มีมูลค่าจากส่วนกลั่นได้ของกรดไขมันปาล์ม (palm fatty acid distillate) [6]

การทดสอบสมบัติการดูดซับของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมได้ใช้การดูดซับวิตามินเอ อี และซี ซึ่งพบเป็นองค์ประกอบที่สำคัญในเครื่องสำอาง ครีมบำรุงผิว และผลิตภัณฑ์อื่น ๆ ซึ่งมีสรรพคุณช่วยลดริ้วรอย ลดจุดต่างด่าง และทำให้ผิวกระจ่างใส การดูดซับใช้สารละลายของวิตามินแต่ละชนิดในตัวทำละลายที่เหมาะสม และทดสอบการคายวิตามินจากแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตในน้ำกลั่น โดยใช้เทคนิค UV/Vis spectrophotometry ในการตรวจวัดปริมาณวิตามินที่ถูกคายออกมา แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่สามารถดูดและคายวิตามินได้ปริมาณมาก น่าจะมีศักยภาพพัฒนาต่อไปเป็นผลิตภัณฑ์ เช่น แผ่นสมานแผล แผ่นห้ามเลือด แผ่นฆ่าเชื้อโรค หน้ากากบำรุงผิว เป็นต้น

4. วิธีการ

ในงานวิจัยนี้ใช้ยางธรรมชาติแห่ง STR เกรด 5L เป็นวัตถุดิบเริ่มต้นในการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต เนื่องจากยางแห่งนี้จะมีความสม่ำเสมอขององค์ประกอบมากกว่า เก็บรักษาง่ายกว่า และมีปริมาณสิ่งเจือปนอื่น ๆ ที่อาจกระทบต่อลักษณะของแผ่นฟิล์มคอมพอสิตและสมบัติการดูดซับน้อยกว่า น้ำยาง ซึ่งจะทำให้คณะผู้วิจัยสามารถควบคุมปัจจัยต่าง ๆ ในการทดลองได้ง่ายขึ้น และสามารถแน่ใจได้ว่าแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมได้ในแต่ละครั้งที่ภาวะการเตรียมเดียวกันมีสมบัติที่ใกล้เคียงกัน

วิธีวิจัย

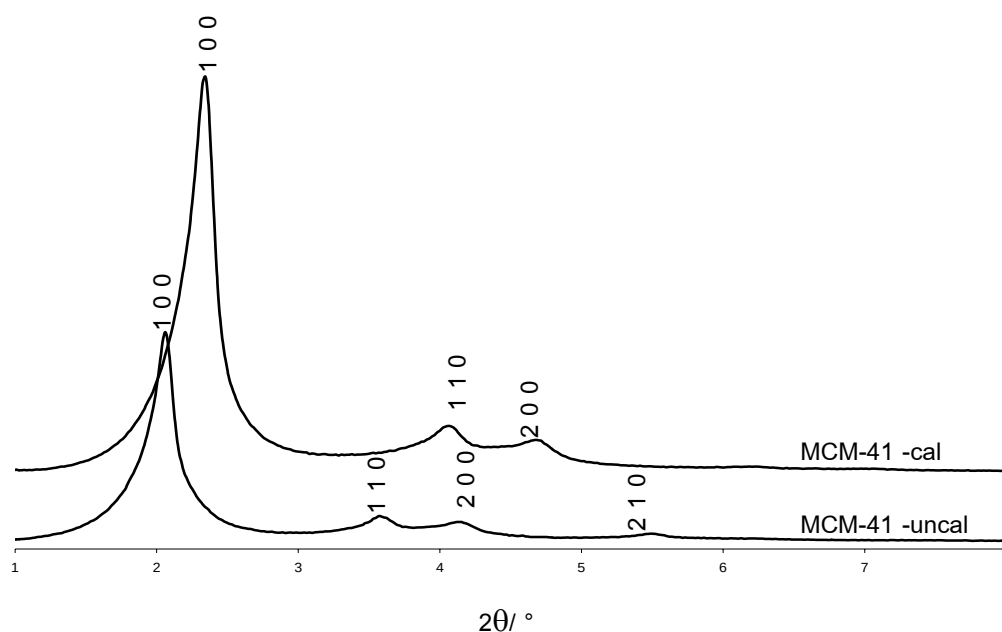
1. จัดซื้ออุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย
2. ทดลองเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตจากยางธรรมชาติแห่งและวัสดุซิลิกาชนิดต่าง ๆ โดยมีขั้นตอนการเตรียมคร่าว ๆ ดังนี้ ทำการละลายยางแห้งปริมาณที่ต้องการในตัวทำละลาย ได้แก่ โทลูอินหรือเตตระไฮโดรฟูแรน โดยความเข้มข้นของสารละลายยางที่เหมาะสมคือ ร้อยละ 2.8 โดยน้ำหนัก จากนั้นใส่วัสดุซิลิกาตามปริมาณที่ต้องการลงไป (50-300 phr) ปั่นกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า เพื่อให้วัสดุซิลิกากระจายตัวในสารละลายยางอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นนำไปขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มบางความหนาประมาณ 0.2-0.5 มิลลิเมตร โดยค่อย ๆ เทของผสมแขวนลอยที่ได้ลงในจานเพาะเชื้อที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเท่ากับ 9.2 เซนติเมตร และนำไปอบในตู้อบไฟฟ้าที่มีการโปรแกรมอุณหภูมิเป็นลำดับขั้น อุณหภูมิที่ใช้ขึ้นกับชนิดของตัวทำละลาย กรณีที่ใช้โทลูอินเป็นตัวทำละลาย การอบทำที่ 80, 95 และ 111 องศาเซลเซียส ส่วนการใช้เตตระไฮโดรฟูแรนเป็นตัวทำละลาย การอบทำที่ 40, 50

- และ 65 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาอุณหภูมิละ 20 นาที เพื่อให้ได้แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีผิวเรียบเนียนและมีการกระจายของวัสดุซิลิกาอย่างสม่ำเสมอ
3. ศึกษาผลของปัจจัยต่าง ๆ ที่มีต่อพื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ยและขนาดรูพรุนเฉลี่ยของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมได้ โดยตัวปัจจัยที่ทำการศึกษา ได้แก่
 - ชนิดของตัวทำละลายในการละลายยางแห้ง
 - ขนาดอนุภาคของวัสดุซิลิกา
 - ปริมาณวัสดุซิลิกา
 - ชนิดของวัสดุซิลิกา ได้แก่ ซิลิกาเจล ซีโอไลต์ และเมโซพอร์สซิลิกา (MCM-41 และ SBA-15)
 - การเติมกลีเซอรอลร่วมในสารละลายยาง
 4. ศึกษาลักษณะสมบัติและความพรุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมขึ้นดังนี้
 - วิเคราะห์การกระจายตัวของวัสดุซิลิกาในแผ่นฟิล์มด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM)
 - วิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ยและขนาดรูพรุนเฉลี่ยด้วยเทคนิค N_2 adsorption-desorption measurement
 5. ทดสอบสมบัติการดูดซับของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมขึ้น ในการดูดซับและการคายวิตามินเอ อี และซี ที่อุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ โดยมีขั้นตอนการทดลอง ดังนี้
 - 5.1 ขั้นตอนการดูดซับ: กรณีวิตามินเอและอี ใช้สารละลายของเรตินิลแอซิเตต (retinyl acetate) และแอลฟา-โทโคฟีรอล (α -tocopherol) ในเอทานอลที่มีความเข้มข้นร้อยละ 0.2 และ 0.5 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ส่วนกรณีวิตามินซี ใช้สารละลายของกรดแอสคอร์บิก (ascorbic acid) ในน้ำกลั่นที่มีความเข้มข้นร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก จุ่มแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตขนาด 1.5×1.5 ตร.ซม. ที่ติดกับลวด sample holder ลงในสารละลายวิตามินปริมาตร 40 มิลลิลิตร กวนสารละลายด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า ใช้เวลาในการดูดซับเท่ากับ 15 นาที
 - 5.2 ขั้นตอนการคาย: นำแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่ดูดซับวิตามินไว้ไปจุ่มในเอทานอล (กรณีวิตามินเอและอี) หรือน้ำกลั่น (กรณีวิตามินซี) ทั้งไว้ 15 นาที จากนั้นนำสารละลายนี้ไปตรวจวิเคราะห์หาปริมาณวิตามินที่ละลายออกจากแผ่นฟิล์มยางโดยใช้เทคนิค UV/Vis spectrophotometry
 6. วิจัยและสรุปผลการทดลอง เขียนรายงาน

5. ผลการวิจัย

5.1 การวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของวัสดุซิลิกา

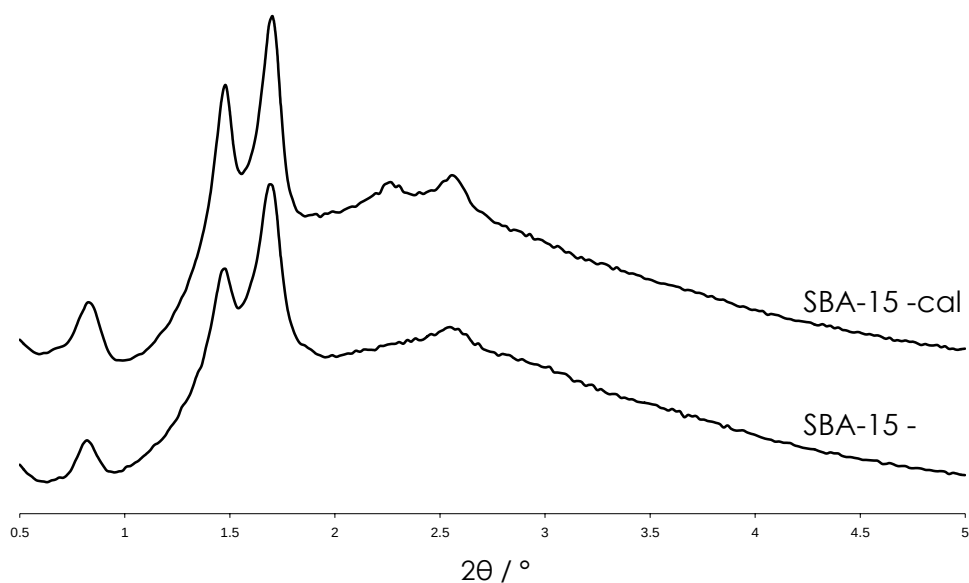
รูปที่ 5.1 และ 5.2 แสดงรูปแบบการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ (XRD patterns) ของ MCM-41 และ SBA-15 ตามลำดับ รูปแบบ XRD ของ MCM-41 ก่อนการเผา (MCM-41-uncal) มีพีคเอกลักษณ์ของโครงสร้างที่มีการจัดเรียงตัวแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal array) ซึ่งประกอบด้วยระนาบ (100) (110) (200) และ (210) (รูปที่ 5.1) หลังผ่านการเผาแล้ว (MCM-41-cal) พบว่า ระนาบเหล่านั้นยังคงปรากฏอยู่ แต่เกิดการเลื่อนของพีคไปยังตำแหน่งมุม (2θ) ที่มากขึ้น แสดงว่าการเผาทำให้โครงสร้างของ MCM-41 หดตัวลงซึ่งเกิดจากการสลายตัวของ template ที่อยู่ในรูพรุนของ MCM-41 นอกจากนี้พบว่าพีคเอกลักษณ์มีความเข้มสูงขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่าซิลิกาภายในโครงสร้างมีการจับตัวกันแน่นมากขึ้นผ่านปฏิกิริยาการควบแน่น (condensation) [7] รูปแบบ XRD ของ SBA-15 ก่อนและหลังการเผา (รูปที่ 5.2) มีพีคเอกลักษณ์ที่แตกต่างจากที่รายงานไว้ในงานวิจัยก่อนหน้านี้ [8] แสดงว่า SBA-15 ที่เตรียมได้ไม่ใช่วัสดุภาคบริสุทธิ์ จากการวิเคราะห์ตำแหน่งของพีคเอกลักษณ์คาดว่า เมโซพอร์ซิลิกาที่เตรียมได้เป็นวัสดุภาคผสมของ SBA-15 และ SBA-1 อย่างไรก็ดี ผลของการเผาต่อโครงสร้างของเมโซพอร์ซิลิกาคล้ายคลึงกับที่พบใน MCM-41



รูปที่ 5.1 รูปแบบ XRD ของเมโซพอร์ซิลิกา MCM-41 ก่อนและหลังผ่านการเผา

ตารางที่ 5.1 แสดงขนาดอนุภาคและสมบัติความพรุนของวัสดุซิลิกาชนิดต่าง ๆ เทียบกับยางธรรมชาติ จากตารางจะเห็นว่า ยางธรรมชาติมีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนต่ำมากเมื่อเทียบกับวัสดุซิลิกาทุกชนิด เมโซพอร์ซิลิกาเป็นวัสดุซิลิกาที่มีพื้นที่ผิวและความพรุนสูงสุด โดยเมื่อผ่านการเผาไล่ template ที่อยู่ในรูพรุนออกไปแล้ว (MCM-41-cal และ SBA-15-cal) จะมีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนมากกว่า 770 ตร.ม.ต่อกรัม และ 0.78 ลบ.ซม.ต่อกรัม ตามลำดับ SBA-15-cal มีขนาดรูพรุนที่ใหญ่กว่า

MCM-41-cal ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยก่อนหน้านี้ [9] นอกจากนั้นเมโซพอร์ซิลิกายังมีขนาดอนุภาคเล็กกว่าซิลิกาเจลมาก โดยพบว่า MCM-41 มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า SBA-15 เล็กน้อย



รูปที่ 5.2 รูปแบบ XRD ของเมโซพอร์ซิลิกา SBA-15 ก่อนและหลังผ่านการเผา

ตารางที่ 5.1 ขนาดอนุภาคและสมบัติความพรุนของซิลิกาชนิดต่าง ๆ

Sample	Particle size ^a (μm)	S_{BET} ^b ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$)	V_p ^c ($\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$)	D_p ^d ($\text{\AA}$)
Natural rubber	<i>n.d.</i> ^g	7	0.003	41.2
Si1	149-210	468	0.677	45.9
Si4	63-74	392	0.654	57.1
MCM-41-uncal ^e	0.5-0.7	398	0.363	20.9
MCM-41-cal ^f	0.3-0.5	838	0.789	22.9
SBA-15-uncal	1.5-2.0	369	0.335	21.1
SBA-15-cal	1.0-1.5	775	0.780	55.1

^a หาจากเทคนิค Scanning Electron Microscopy

^b พื้นที่ผิวจำเพาะ BET

^c ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย

^d ขนาดรูพรุนเฉลี่ย

^e uncal หมายถึง เมโซพอร์ซิลิกาที่ไม่ผ่านการเผา

^f cal หมายถึง เมโซพอร์ซิลิกาที่ผ่านการเผาแล้ว

^g *n.d.* หมายถึง ไม่ได้ทำการวิเคราะห์

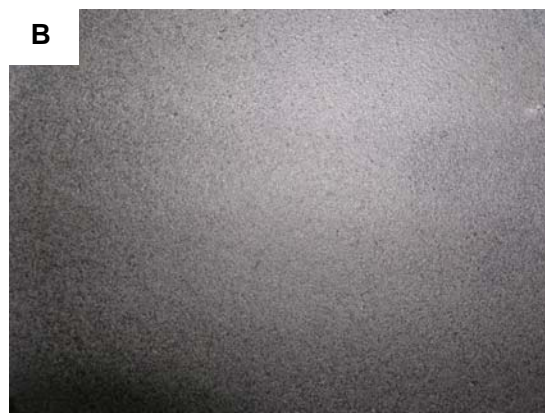
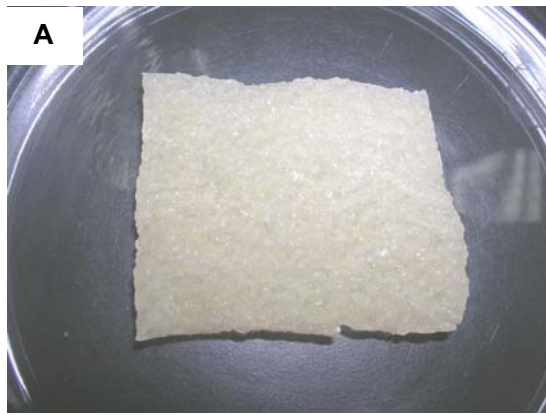
5.2 ผลของปัจจัยต่าง ๆ ที่มีต่อลักษณะสมบัติของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต

วัตถุประสงค์หลักของการศึกษาในหัวข้อนี้คือ การหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตจากยางธรรมชาติและวัสดุซิลิกาชนิดต่าง ๆ โดยทำการปรับเปลี่ยนตัวแปรต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้องในขั้นตอนการเตรียมแผ่นฟิล์ม ได้แก่ วิธีการเตรียม ชนิดของตัวทำละลายในการละลายยางแห้ง ขนาดอนุภาคและปริมาณของวัสดุซิลิกา ชนิดของวัสดุซิลิกา และการใช้สารตัวเติมอื่น ๆ ร่วมเพื่อเพิ่มสมบัติการดูดซับ จากนั้นวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่ได้ด้วยเทคนิคต่าง ๆ โดยพิจารณาผลของตัวแปรเหล่านั้นต่อความเรียบเนียน การกระจายของวัสดุซิลิกา ลักษณะของพื้นผิว (morphology) และสมบัติความพรุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่ได้

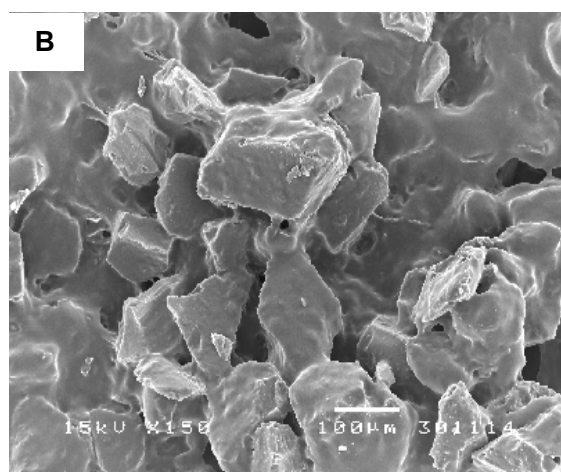
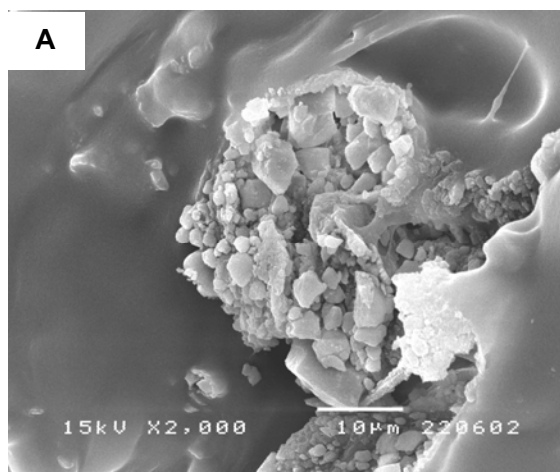
5.2.1 ผลของวิธีการเตรียม

วิธีการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่นำมาพิจารณาเปรียบเทียบในโครงการนี้มีสองวิธี ได้แก่ การผสมด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง (two-roll mill mixing) และการผสมแบบแขวนลอย (slurry mixing) รูปที่ 5.3 แสดงรูปถ่ายของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากทั้งสองวิธี ซึ่งจะเห็นว่า ฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง จะมีลักษณะเป็นแผ่นไม่เรียบ เนื้ออย่างไม่สม่ำเสมอและมีความหนาไม่เท่ากัน (รูปที่ 5.3A) ขณะที่ฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมด้วยวิธีการผสมแบบแขวนลอยจะมีลักษณะเป็นแผ่นที่บางกว่ามาก มีความหนาประมาณ 0.35-0.45 มิลลิเมตร มีความเรียบเนียนสูง และมีการกระจายตัวของวัสดุซิลิกาอย่างสม่ำเสมอ (รูปที่ 5.3B)

จากการศึกษาเปรียบเทียบลักษณะของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมได้จากทั้งสองวิธี พบว่า การใช้เครื่องบดแบบสองลูกกลิ้งในการเตรียมฟิล์มทำให้วัสดุซิลิกาในเนื้อยางแตกออก และเกิดการเกาะกลุ่มกันดังแสดงในรูปที่ 5.4A ลักษณะเช่นนี้จะทำให้การควบคุมการกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาในเนื้อยางทำได้ยาก รูปที่ 5.4B แสดงรูปถ่าย SEM ของพื้นผิวของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต (NR/Si1 (200)) ที่เตรียมด้วยวิธีการผสมแบบแขวนลอย จะเห็นว่าวัสดุซิลิกามีการกระจายในเนื้อยางบางส่วนและบางส่วนโผล่พ้นเนื้อยางออกมา นอกจากนั้น ขนาดอนุภาคของวัสดุซิลิกา (Si1) ไม่เปลี่ยนแปลง (149-210 ไมครอน) เมื่อนำแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตทั้งสองไปวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุน พบว่า แผ่นฟิล์มคอมพอสิตที่เตรียมด้วยเครื่องบดแบบสองลูกกลิ้งมีพื้นที่ผิวจำเพาะเพียง 4 ตร.ม.ต่อกรัม และปริมาตรรูพรุนต่ำกว่า 0.001 ลบ.ซม.ต่อกรัม ขณะที่การใช้วิธีการผสมแบบแขวนลอยจะให้แผ่นฟิล์มที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะถึง 166 ตร.ม.ต่อกรัม และปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.313 ลบ.ซม.ต่อกรัม ดังนั้น การผสมแบบแขวนลอย จึงเป็นวิธีที่เหมาะสมในการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต



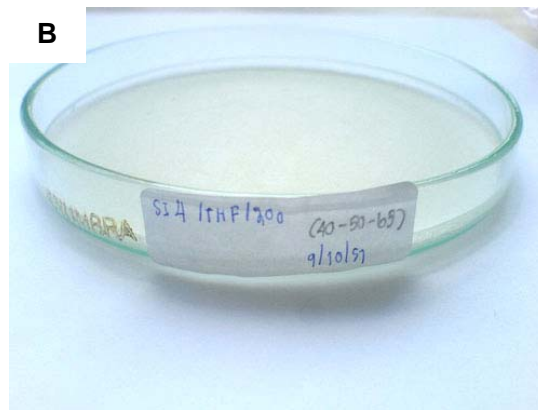
รูปที่ 5.3 ลักษณะของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตของซิลิกาเจลที่เตรียมด้วยวิธี (A) เครื่องบดสองลูกกลิ้ง และ (B) การผสมแบบแววนลอย



รูปที่ 5.4 ภาพ SEM ของพื้นผิวของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตของซิลิกาเจลที่เตรียมด้วยวิธี (A) เครื่องบดสองลูกกลิ้ง และ (B) การผสมแบบแววนลอย

5.2.2 ผลของชนิดของตัวทำละลาย

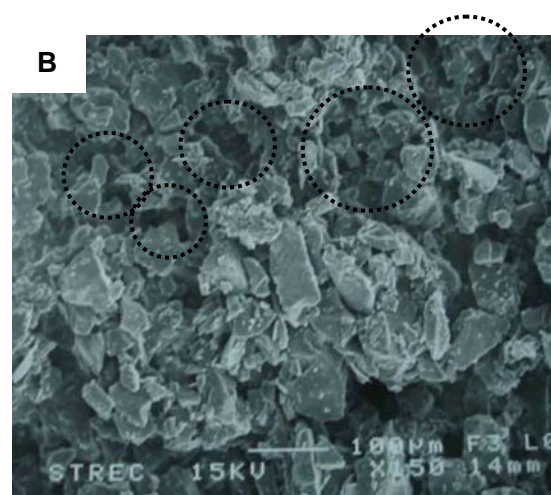
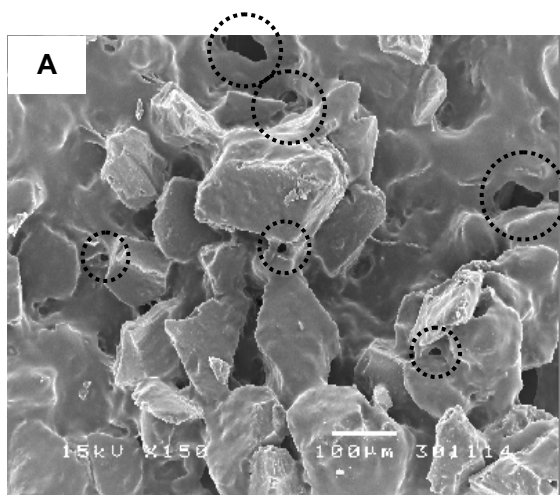
ตัวทำละลายสำหรับการละลายยางแห้งนอกจากจะมีผลต่อการเตรียมสารละลายยางแล้ว น่าจะมีผลต่อการกระจายของอนุภาคซิลิกาในเนื้อยางด้วย ในโครงการนี้เลือกใช้โทลูอีนและเตตระไฮโดรฟูแรนเป็นตัวทำละลาย จากการทดลองใช้ตัวทำละลายทั้งสองในการเตรียมสารละลายยางที่มีความเข้มข้นร้อยละ 2.8 โดยน้ำหนัก พบว่ายางแห้งละลายในตัวทำละลายทั้งสองได้อย่างสมบูรณ์ ได้สารละลายยางใส ไม่มีสี มีลักษณะหนืด แต่สามารถปั่นกวินได้ด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า รูปที่ 5.5 เปรียบเทียบลักษณะของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมได้จากสารละลายยางที่ใช้โทลูอีนและเตตระไฮโดรฟูแรนเป็นตัวทำละลาย และใช้ซิลิกาเจล Si_4 เป็นวัสดุซิลิกา จากรูปจะเห็นว่าแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตทั้งสองชนิดมีความเรียบเนียนและการกระจายของอนุภาคซิลิกาไม่แตกต่างกัน



รูปที่ 5.5 ลักษณะของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตของซิลิกาเจลที่เตรียมจากสารละลายยางที่ใช้
(A) โอลูอิน และ (B) เตตระไฮโดรฟูแรน เป็นตัวทำละลาย

5.2.3 ผลของขนาดอนุภาคของวัสดุซิลิกา

จากการทดลองนำซิลิกาเจลที่มีขนาดต่าง ๆ (Si1 – Si4) มาเตรียมเป็นแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต โดยกำหนดให้ปริมาณของวัสดุซิลิกาที่ใช้เท่ากับ 200 phr พบว่า สามารถใช้ซิลิกาเจลทุกขนาดเตรียมเป็นแผ่นฟิล์มคอมพอสิตที่มีความเรียบเนียนสูงและมีการกระจายของอนุภาคซิลิกาอย่างสม่ำเสมอ รูปที่ 5.6 แสดงภาพ SEM ของพื้นผิวของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากซิลิกาเจล Si1 (รูปที่ 5.6A) และ Si4 (รูปที่ 5.6B) จะเห็นได้อย่างชัดเจนว่า แผ่นฟิล์มคอมพอสิตที่ใช้ซิลิกาเจลที่มีขนาดเล็กกว่าหรือ Si4 (NR/Si4) จะมีปริมาณของอนุภาคซิลิกาที่โผล่พื้นเนื้อมากกว่า โดยอนุภาคซิลิกาเหล่านี้มีการซ้อนทับกันมากขึ้นด้วย นอกจากนี้ บางบริเวณของผิวยางธรรมชาติจะเกิดเป็นรูพรุนหลายขนาด (ในวงกลม) เนื่องจากเนื้อยางที่จะเคลือบอนุภาคซิลิกาไม่เพียงพอ



รูปที่ 5.6 ภาพ SEM ของพื้นผิวของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต (A) NR/Si1(200) และ (B) NR/Si4(200)

ตารางที่ 5.2 เปรียบเทียบสมบัติความพรุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมโดยใช้ซิลิกาเจลที่มีขนาดอนุภาคต่าง ๆ กัน โดยพบว่า พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย และขนาดรูพรุนเฉลี่ยของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อขนาดอนุภาคของซิลิกาเจลลดลง ซึ่งสอดคล้องกับผลการศึกษาพื้นฐานของแผ่นฟิล์มคอมพอสิตด้วยเทคนิค SEM อย่างไรก็ดี สมบัติความพรุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตเหล่านี้ไม่แตกต่างกันมากนัก อาจเป็นเพราะช่วงของขนาดอนุภาคที่ศึกษาค่อนข้างแคบ

ตารางที่ 5.2 สมบัติความพรุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากซิลิกาเจลขนาดต่าง ๆ

Film composite ^a	S_{BET} ^b ($m^2 g^{-1}$)	V_p ^c ($cm^3 g^{-1}$)	D_p ^d (Å)
Natural rubber	7	0.003	41.2
NR/Si1(200)	166	0.313	58.2
NR/Si2(200)	163	0.333	58.1
NR/Si3(200)	161	0.343	57.2
NR/Si4(200)	192	0.348	62.3

^a ใช้ไทลูนีนเป็นตัวทำละลายในการละลายยางแห้ง; ขนาดอนุภาคของซิลิกาเจล, Si1 = 149-210 ไมครอน, Si2 = 99-149 ไมครอน, Si3 = 74-99 ไมครอน และ Si4 = 63-74 ไมครอน

^b พื้นที่ผิวจำเพาะ BET

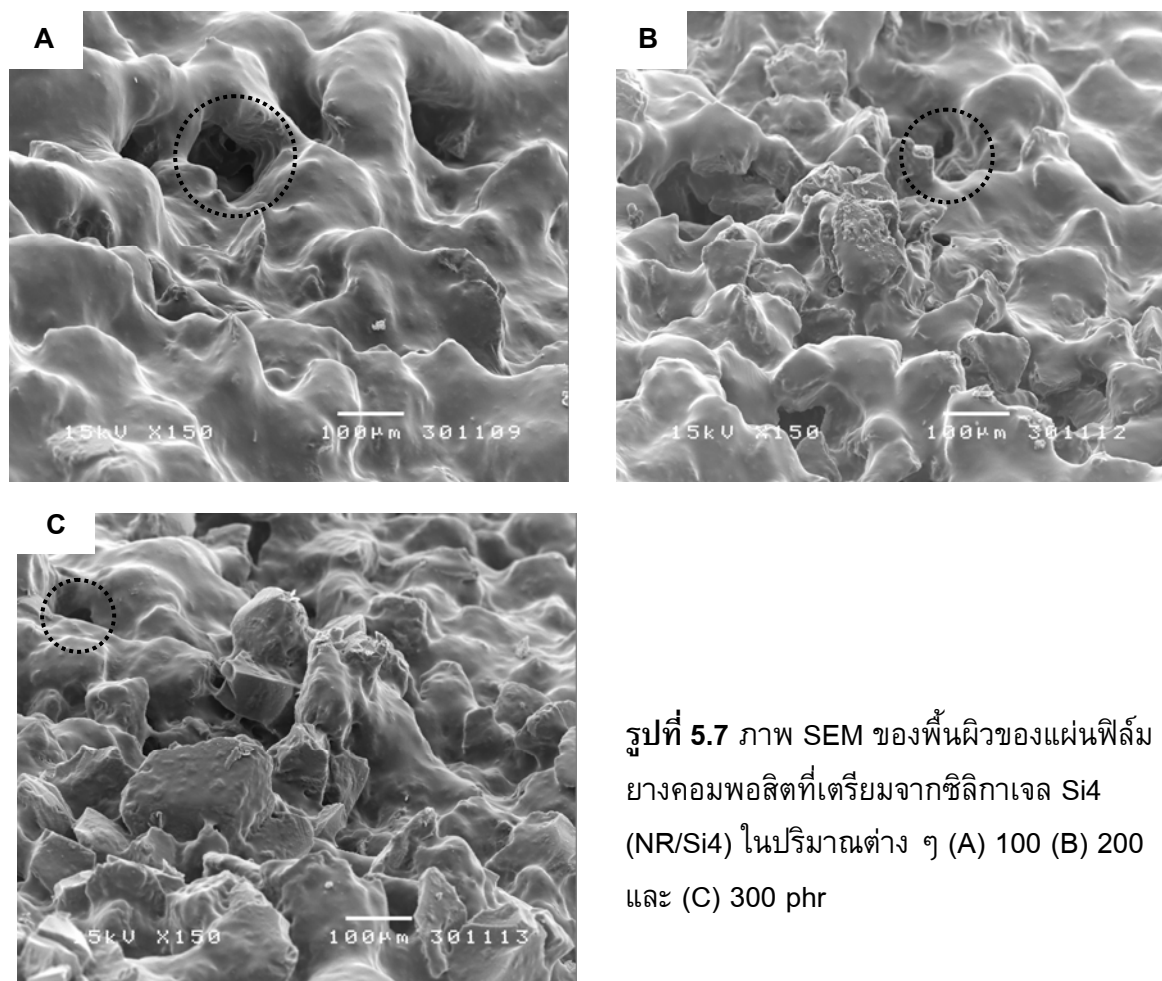
^c ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย

^d ขนาดรูพรุนเฉลี่ย

5.2.4 ผลของปริมาณของวัสดุซิลิกา

รูปที่ 5.7 แสดงภาพถ่าย SEM ของพื้นผิวของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมโดยใช้ซิลิกาเจล Si4 ในปริมาณ 100, 200 และ 300 phr เมื่อเพิ่มปริมาณของซิลิกาในการผสมกับสารละลายยางมากขึ้น ลักษณะของพื้นผิวของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตจะมีความขรุขระเพิ่มขึ้น เนื่องจากมีจำนวนของอนุภาคซิลิกาที่โผล่พ้นเนื้อยางมากขึ้นนั่นเอง นอกจากนั้น จะพบรูพรุนซึ่งเกิดในเนื้อยางด้วย (ในวงกลม)

สมบัติความพรุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมโดยใช้ซิลิกาเจล Si4 ในปริมาณต่าง ๆ แสดงไว้ในตารางที่ 5.3 ซึ่งจะเห็นว่า พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนเฉลี่ยของแผ่นฟิล์มคอมพอสิตเพิ่มขึ้น แต่ขนาดรูพรุนเฉลี่ยมีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย เมื่อปริมาณของซิลิกาเจลมากขึ้น ผลการทดลองนี้ชี้ให้เห็นว่าสมบัติความพรุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตเกิดจากซิลิกาเจลที่ผสมกับสารละลายยาง ซึ่งสอดคล้องกับภาพถ่าย SEM



รูปที่ 5.7 ภาพ SEM ของพื้นผิวของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากซิลิกาเจล Si4 (NR/Si4) ในปริมาณต่าง ๆ (A) 100 (B) 200 และ (C) 300 phr

ตารางที่ 5.3 สมบัติความพรุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต NR/Si4 ที่ใช้ปริมาณ Si4 ต่าง ๆ กัน

Film composite ^a	S_{BET} ^b ($m^2 g^{-1}$)	V_P ^c ($cm^3 g^{-1}$)	D_p ^d (Å)
Natural rubber	7	0.003	41.2
NR/Si4(100)	101	0.220	63.2
NR/Si4(200)	192	0.348	62.3
NR/Si4(300)	194	0.405	60.4

^a ใช้โพลีเอทิลีนเป็นตัวทำละลายในการละลายยางแห้ง; ขนาดอนุภาคของ Si4 = 63-74 ไมครอน

^b พื้นที่ผิวจำเพาะ BET

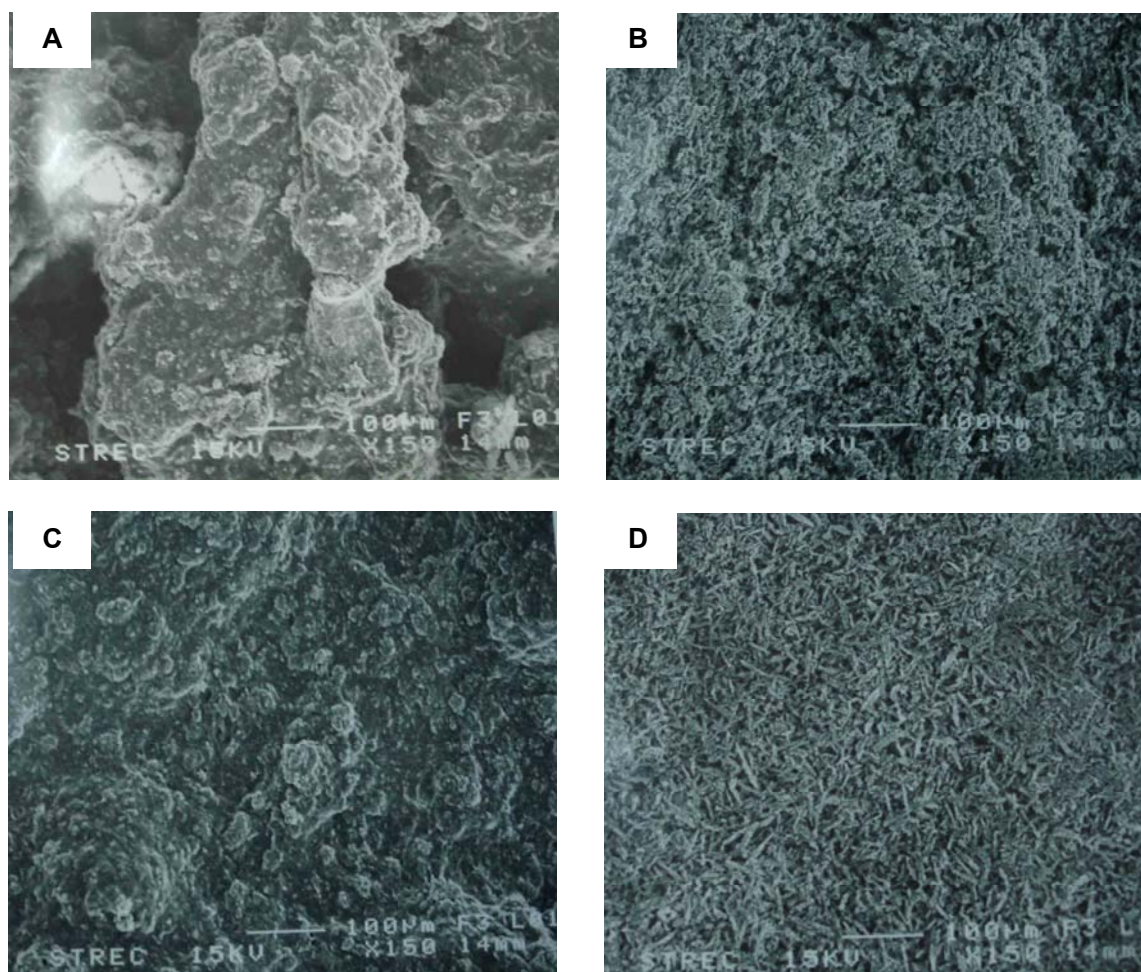
^c ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย

^d ขนาดรูพรุนเฉลี่ย

5.2.5 ผลของชนิดของวัสดุซิลิกา

เมื่อนำแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากวัสดุซิลิกาชนิดต่าง ๆ ได้แก่ ซิลิกาเจล ซีโอไลต์ และเมโซพอร์ซิลิกา ในปริมาณที่เท่ากัน (100 phr) มาพิจารณาการกระจายของวัสดุซิลิกาและความ

เรียบเนียนของแผ่นฟิล์ม พบว่า สามารถใช้ซิลิกาเจลทุกขนาด (Si1 – Si4) และเมโซพอร์ซิลิกาทั้งสองชนิด (MCM-41 และ SBA-15) เตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีการกระจายของอนุภาคซิลิกาในเนื้ออย่างสม่ำเสมอและมีความเรียบเนียน ซึ่งแตกต่างจากการใช้ซีโอไลต์อย่างสิ้นเชิง แม้ว่าจะทำการปรับเปลี่ยนภาวะในการเตรียมแผ่นฟิล์มหลายภาวะแล้ว แต่ยังคงไม่สามารถเตรียมแผ่นฟิล์มคอมพอสิตของยางกับซีโอไลต์ที่มีความสม่ำเสมอและเรียบเนียนได้ โดยซีโอไลต์ในแผ่นฟิล์มจะมีลักษณะเกาะกลุ่มกันอย่างเห็นได้ชัด ทั้งนี้สันนิษฐานว่าเกี่ยวข้องกับสมบัติความชอบน้ำ (hydrophilicity) ของซีโอไลต์ซึ่งเป็นสารประกอบประเภทอะลูมิโนซิลิเกต (aluminosilicate)



รูปที่ 5.8 ภาพ SEM ของพื้นผิวของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากเมโซพอร์ซิลิกาชนิดต่าง ๆ
(A) NR/MCM41-uncal (B) NR/SBA15-uncal (C) NR/MCM41-cal และ (D) NR/SBA15-cal

รูปที่ 5.8 แสดงภาพ SEM ของพื้นผิวของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากเมโซพอร์ซิลิกาชนิดต่าง ๆ พื้นผิวของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจาก SBA-15-uncal และ SBA-15-cal ประกอบด้วยอนุภาคซิลิกาขนาดเล็ก (1-2 ไมครอน) จำนวนมาก (รูปที่ 5.8B และ 5.8D) NR/SBA15-uncal จะมีการเกาะตัวกันของอนุภาค SBA-15-uncal อย่างหลวม ๆ จึงทำให้เห็นช่องว่างขนาดใหญ่

จำนวนมากซึ่งเกิดขึ้นระหว่างกลุ่มของอนุภาค ขณะที่ SBA-15-cal จะแพ็คตัวกันแน่นมากกว่าเมื่อเตรียมเป็นแผ่นฟิล์มคอมพอสิต ทำให้ช่องว่างระหว่างกลุ่มของอนุภาคมีขนาดเล็กลง ซึ่งลักษณะเดียวกันนี้พบใน NR/MCM41-uncal และ NR/MCM41-cal เช่นกัน ความแตกต่างของเมโซพอร์สซิลิกาที่ผ่านและไม่ผ่านการเผาจะเกิดจากการเผาไล่ organic template ออกไป ทำเมโซพอร์สซิลิกามีความชอบน้ำมากขึ้นเนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิล (silanol group, $\equiv\text{Si-O-H}$) ที่เพิ่มขึ้น เมโซพอร์สซิลิกาที่ผ่านการเผาแล้ว (MCM-41-cal และ SBA-15-cal) จึงเกาะตัวกันได้แน่นกว่า

ตารางที่ 5.4 เปรียบเทียบพื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย และขนาดรูพรุนเฉลี่ยของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตชนิดต่าง ๆ เปรียบเทียบกับแผ่นฟิล์มยางธรรมชาติ การขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มคอมพอสิตทำให้พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนเพิ่มขึ้น (ยกเว้น NR/MCM41-uncal และ NR/SBA15-uncal) อย่างไรก็ดี แม้ว่า MCM-41-cal และ SBA-15-cal มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนเฉลี่ยมากกว่า SiO_2 (ตารางที่ 5.1) แต่ฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมได้ไม่แสดงแนวโน้มของสมบัติความพรุนเช่นเดียวกับวัสดุซิลิกาเริ่มต้น โดยเฉพาะอย่างยิ่ง NR/MCM41-uncal และ NR/SBA15-uncal ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนเฉลี่ยต่ำเทียบเท่าแผ่นฟิล์มยางธรรมชาติ ผลการทดลองนี้ชี้ให้เห็นว่า ความพรุนของเมโซพอร์สซิลิกา (ตารางที่ 5.1) ถูกบดบังหรือปิดกั้นไว้แม้ว่าอนุภาคของเมโซพอร์สซิลิกาจะโผล่พ้นนํ้าอย่างออกมา (รูปที่ 5.8) อย่างไรก็ดี NR/MCM41-uncal และ NR/SBA15-uncal มีขนาดรูพรุนเฉลี่ยสูงกว่าแผ่นฟิล์มคอมพอสิตชนิดอื่น ๆ จึงเป็นไปได้ว่ามีรูพรุนขนาดใหญ่ซึ่งเกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาค

ตารางที่ 5.4 สมบัติความพรุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากซิลิกาเจลขนาดต่าง ๆ

Film composite ^a	S_{BET} ^b ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$)	V_p ^c ($\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$)	D_p ^d (Å)
Natural rubber	7	0.003	41.2
NR/MCM41-uncal ^e (100)	1	0.002	78.4
NR/SBA15-uncal(100)	8	0.016	79.5
NR/MCM41-cal ^f (100)	185	0.175	22.6
NR/SBA15-cal(100)	53	0.114	70.9

^a ใช้โพลีอีนเป็นตัวทำละลายในการละลายยางแห้ง

^b พื้นที่ผิวจำเพาะ BET

^c ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย

^d ขนาดรูพรุนเฉลี่ย

^e uncal หมายถึง เมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่ผ่านการเผา

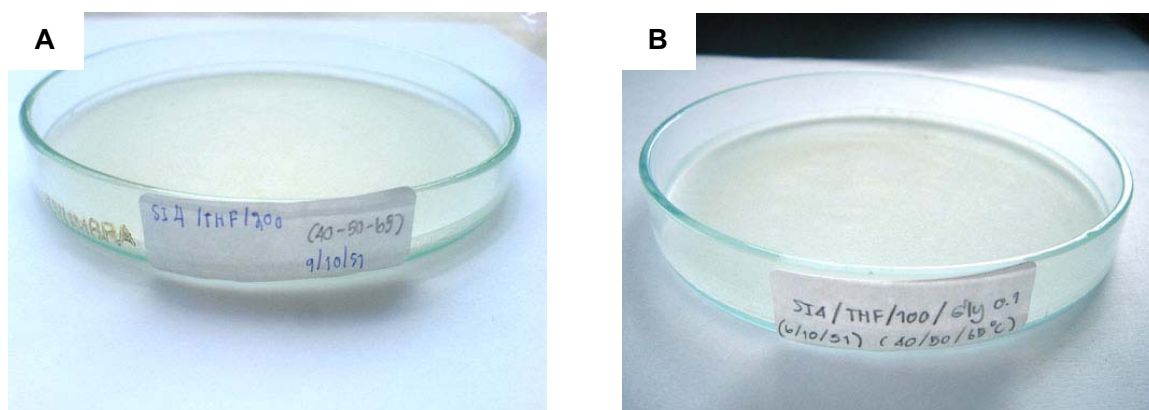
^f cal หมายถึง เมโซพอร์สซิลิกาที่ผ่านการเผาแล้ว

5.2.6 ผลของการเติมกลีเซอรอล

กลีเซอรอลเป็นสารประเภทพอลิออล (poly-ol) ชนิดหนึ่งในกลุ่มของแอลกอฮอล์ เป็นของเหลวใส ไม่มีสี และไม่มีกลิ่น นิยมใช้เป็นส่วนประกอบของครีมบำรุงผิวและเครื่องสำอาง โดยมีวัตถุประสงค์

เพื่อรักษาความชุ่มชื้นให้กับผิวพรรณ และบางผลิตภัณฑ์ใช้กลีเซอรอลเป็นตัวทำละลายร่วมกับตัวทำละลายมีขั้วชนิดอื่น เช่น น้ำ เพื่อเพิ่มการละลายขององค์ประกอบที่สำคัญชนิดอื่น ๆ เช่น วิตามิน เนื่องจากโครงสร้างโมเลกุลของกลีเซอรอลที่มีหมู่ไฮดรอกซิล ($-OH$) ถึงสามหมู่ จึงเกิดพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bonding) ได้ดีกับโมเลกุลของน้ำและสารอินทรีย์อื่น ๆ ที่มีหมู่ไฮดรอกซิลและ/หรือหมู่ที่มีขั้วเป็นหมู่ฟังก์ชันในโครงสร้างโมเลกุล

นักวิจัยในโครงการนี้ ได้ทดลองนำกลีเซอรอลปริมาณ 0.1-0.5 กรัม มาผสมกับของผสมของสารละลายยางและวัสดุซิลิกาเพื่อนำมาขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต โดยคาดหวังว่ากลีเซอรอลจะช่วยเพิ่มการกระจายของอนุภาคซิลิกาในสารละลายยาง และทำให้ได้แผ่นฟิล์มคอมพอสิตที่มีความนุ่มและชุ่มชื้น อย่างไรก็ตาม เนื่องจากกลีเซอรอลเป็นสารที่มีขั้ว จึงไม่ละลายเข้ากับสารละลายยางที่ใช้โพลีลีนเป็นตัวทำละลาย การศึกษาในหัวข้อนี้จึงใช้เตตระไฮโดรฟูแรนเป็นตัวทำละลายแทน รูปที่ 5.9 แสดงภาพถ่ายของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากซิลิกาเจล Si_4 ในปริมาณ 100 phr โดยมีการเติมกลีเซอรอลปริมาณ 0.1 กรัม จะเห็นว่าแผ่นฟิล์มที่ได้มีความเรียบเนียนและการกระจายของอนุภาคซิลิกาสม่ำเสมอ ซึ่งไม่แตกต่างจากกรณีไม่ใช้กลีเซอรอล อย่างไรก็ตาม แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตจะมีความนุ่มและชุ่มชื้นมาก และมีความเหนียวมากขึ้นด้วย เมื่อเติมกลีเซอรอลปริมาณเพิ่มขึ้น (0.2-0.5 กรัม) พบว่าแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตจะอ่อนเกินไปและมีรอยแตกเกิดขึ้นซึ่งเกิดจากปริมาณกลีเซอรอลที่มากเกินไป ทำให้ไม่สามารถลอกออกเป็นแผ่นได้



รูปที่ 5.9 ลักษณะของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตของซิลิกาเจลที่เตรียมจากสารละลายยางที่ใช้เตตระไฮโดรฟูแรนเป็นตัวทำละลาย (A) ไม่ใส่กลีเซอรอล และ (B) ใส่กลีเซอรอล 0.1 กรัม

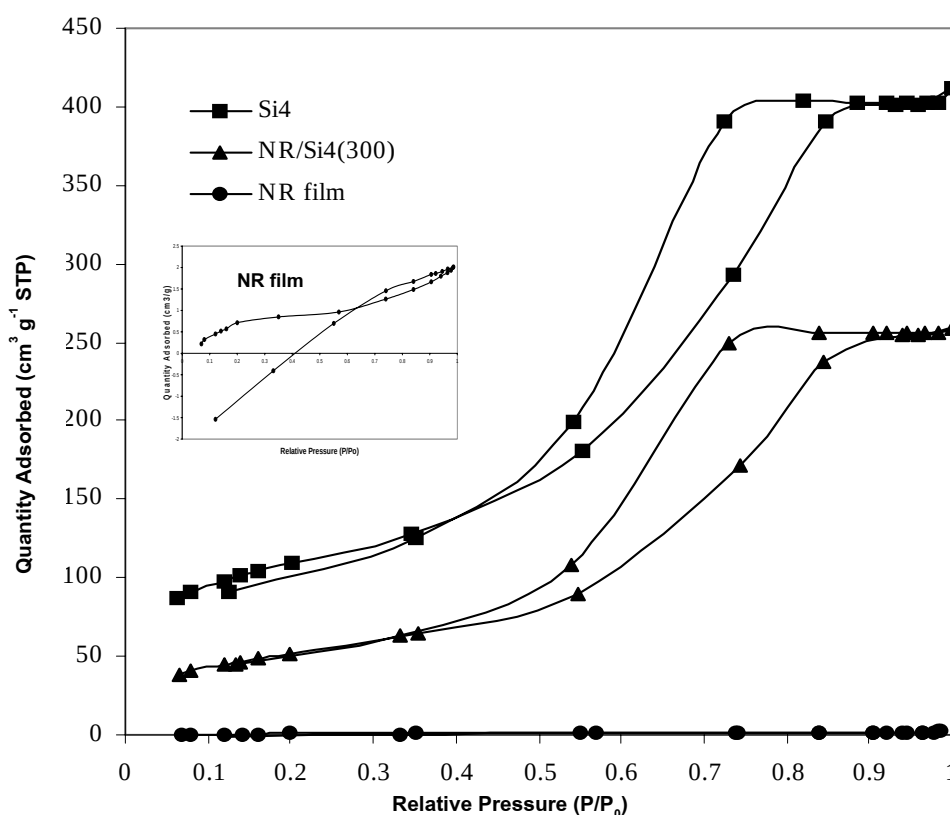
5.3 การศึกษาไอโซเทิร์มการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต

การวัดการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจน (N_2 adsorption-desorption measurement) เป็นเทคนิคที่นิยมใช้ในการศึกษาสมบัติความพรุนของวัสดุของแข็งหลากหลายชนิด เช่น ตัวดูดซับ ตัวเร่งปฏิกิริยา โดยผลของการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของวัสดุใด ๆ จะแสดงเป็นเส้นโค้งไอโซเทิร์ม (isotherm) ไอโซเทิร์มของการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนจะประกอบด้วยแกน X เป็นความดัน

สัมพัทธ์ของแก๊สไนโตรเจนที่สมดุล และแกน Y เป็นปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับไว้ในรูพรุนของวัสดุ IUPAC จำแนกชนิดของไอโซเทิร์มการดูดซับไว้ 6 แบบ [10] แต่ละแบบเป็นตัวแทนของวัสดุที่มีพื้นผิวและความพรุนแตกต่างกัน ดังนั้นการประยุกต์ใช้เทคนิคนี้ในการศึกษาความพรุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมได้ จะได้ข้อมูลที่สำคัญเกี่ยวกับลักษณะของรูพรุนในแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต

5.3.1 ไอโซเทิร์มการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของแผ่นฟิล์มคอมพอสิต NR/Silica gel

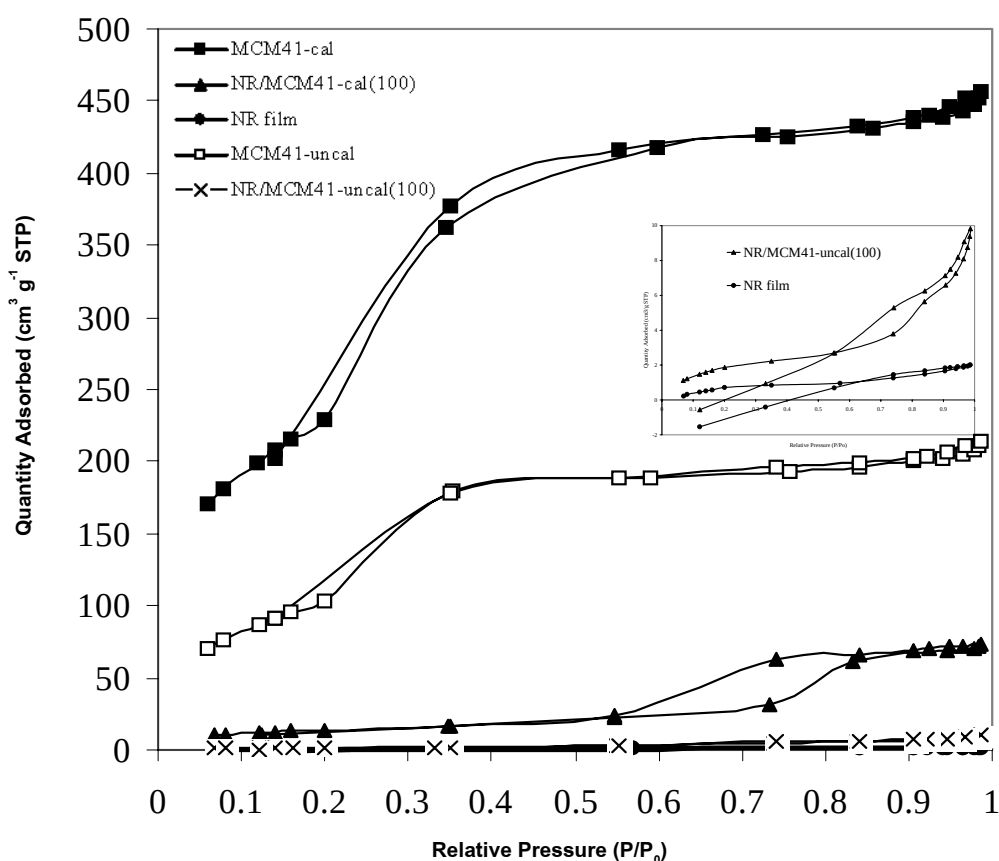
ไอโซเทิร์มของการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของซิลิกาเจล Si4 และแผ่นฟิล์มคอมพอสิต NR/Si4 แสดงไว้ในรูปที่ 5.10 จากไอโซเทิร์มของแผ่นฟิล์มยางธรรมชาติชี้ให้เห็นว่า ยางธรรมชาติเพียงอย่างเดียวมีความพรุนต่ำมาก และรูพรุนส่วนใหญ่เป็นรูพรุนขนาดเล็ก ไอโซเทิร์มของการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของซิลิกาเจล Si4 เป็นรูปแบบที่ IV ตามการแบ่งของ IUPAC [10] ซิลิกาเจล Si4 ดูดซับแก๊สไนโตรเจนได้ในปริมาณมาก แสดงว่าปริมาตรรูพรุนสูง จากลักษณะและตำแหน่งของ hysteresis loop ที่เกิดขึ้น ทำให้ทราบว่ารูพรุนมีขนาดกลาง (mesopore) แต่มีการกระจายของขนาดรูพรุนค่อนข้างกว้าง ไอโซเทิร์มของแผ่นฟิล์มคอมพอสิตของยางธรรมชาติกับซิลิกาเจล Si4 มีลักษณะที่คล้ายคลึงกับไอโซเทิร์มของ Si4 แต่มีปริมาณการดูดซับต่ำกว่ามาก แสดงว่าสมบัติความพรุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตเกิดจากซิลิกาเจล Si4 ที่ผสมลงไปนั่นเอง แต่ซิลิกาเจลบางส่วนจะถูกบดบังด้วยเนื้อยางธรรมชาติ



รูปที่ 5.10 ไอโซเทิร์มการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต NR/Si4(300) เปรียบเทียบกับไอโซเทิร์มของซิลิกาเจล Si4 และฟิล์มยางธรรมชาติ

5.3.2 ไอโซเทิร์มการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของแผ่นฟิล์มคอมพอสิต NR/MCM-41

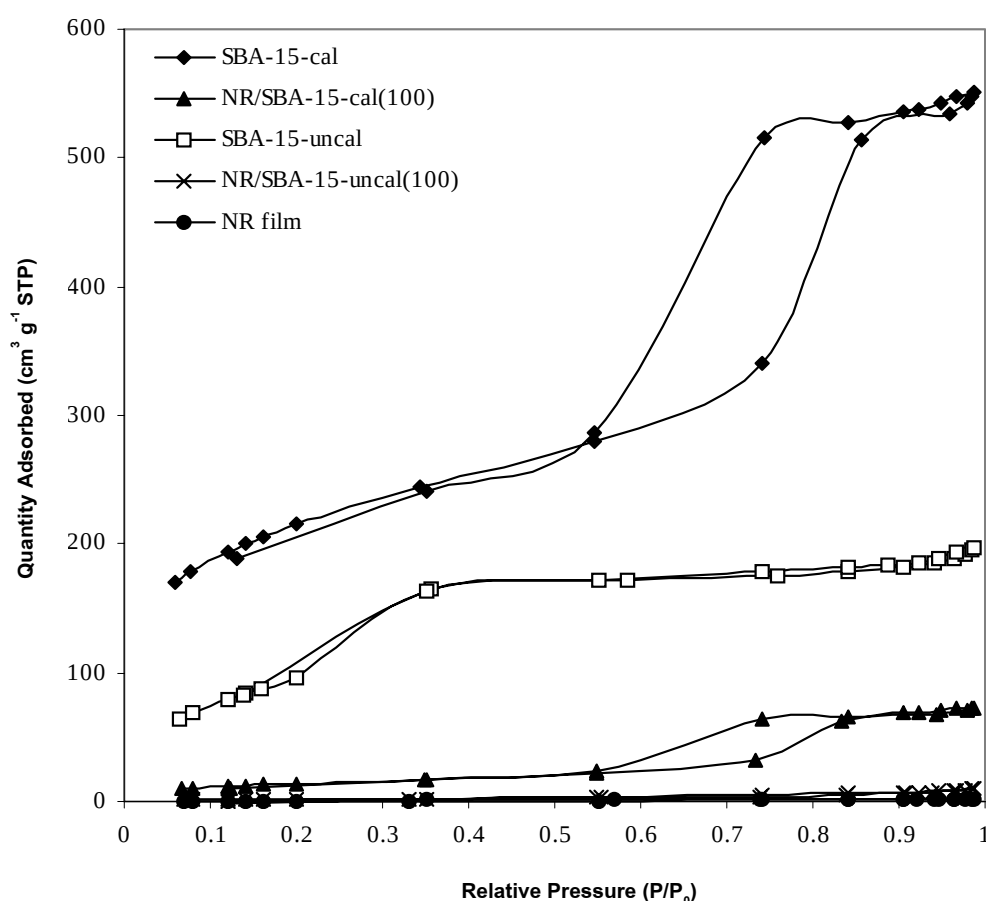
รูปที่ 5.11 แสดงไอโซเทิร์มของการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของ MCM-41 ก่อนและหลังการเผา และแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจาก MCM-41 ทั้งสองชนิด จากรูปจะเห็นว่า MCM-41-uncal และ MCM-41-cal แสดงลักษณะไอโซเทิร์มแบบที่ IV โดย MCM-41-uncal จะมีปริมาณการดูดซับแก๊สไนโตรเจนต่ำกว่า MCM-41-cal มาก ที่เป็นเช่นนี้เพราะรูพรุนของ MCM-41-uncal ยังมีโมเลกุลของ organic template ที่ใช้ในการกำหนดโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลอยู่ภายใน ปริมาตรรูพรุนของ MCM-41-uncal จึงต่ำ การเผาจะทำให้โมเลกุลเหล่านี้สลายตัวไปและทำให้เกิดช่องว่างขึ้นภายในรูพรุน เป็นที่น่าสังเกตว่าแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต NR/MCM-41-uncal และ NR/MCM-41-cal มีเส้นโค้งไอโซเทิร์มที่แตกต่างจาก MCM-41 เริ่มต้นอย่างเห็นได้ชัด กล่าวคือ นอกจากจะมีปริมาณการดูดซับที่ต่ำมาก ซึ่งแสดงถึงเนื้อยางธรรมชาติบดบังรูพรุนของ MCM-41 ตำแหน่งของ hysteresis loop ของเส้นโค้งไอโซเทิร์มจะเลื่อนไปยังความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ที่สูงขึ้น ซึ่งสามารถบ่งชี้ได้ว่ามีรูพรุนใหม่เกิดขึ้นบนพื้นผิวของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต โดยรูพรุนนี้มีขนาดใหญ่กว่ารูพรุนที่อยู่ภายในอนุภาคของ MCM-41 ทั้งสองชนิด ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นรูพรุนระหว่างอนุภาคที่เกิดจากการซ้อนทับกันของอนุภาค MCM-41



รูปที่ 5.11 ไอโซเทิร์มการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต NR/MCM41-uncal(100) และ NR/MCM41-cal(100) เปรียบเทียบกับไอโซเทิร์มของ MCM-41-uncal, MCM-41-cal และฟิล์มยางธรรมชาติ

5.3.3 ไอโซเทิร์มการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของแผ่นฟิล์มคอมพอสิต NR/SBA-15

รูปที่ 5.12 แสดงไอโซเทิร์มของการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของซิลิกา SBA-15-uncal, SBA-15-cal และแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต NR/SBA15-uncal และ NR/SBA15-cal SBA-15 ที่ไม่ผ่านการเผา (SBA-15-uncal) จะมีลักษณะของไอโซเทิร์มที่แตกต่างจาก SBA-15-cal อย่างชัดเจน SBA-15-uncal จะมีตำแหน่งของ hysteresis loop เกิดขึ้นที่ความดันสัมพัทธ์เท่ากับ 0.2 ขณะที่หลังการเผาจะพบ hysteresis loop ที่ความดันสัมพัทธ์ประมาณ 0.6 แสดงว่ารูพรุนของ SBA-15-cal มีขนาดใหญ่กว่า SBA-15-uncal มาก นอกจากนั้น ปริมาณการดูดซับแก๊สไนโตรเจนของซิลิกาทั้งสองก็แตกต่างกันอย่างมาก ซึ่งน่าจะเกิดจากโครงสร้างของ triblock copolymer (Pluronic 123) ที่ใช้เป็น template มีขนาดโมเลกุลใหญ่ จึงอุดตันภายในรูพรุนของ SBA-15-uncal ไว้เกือบทั้งหมด เมื่อนำแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตของ SBA-15 ทั้งสองชนิดมาวิเคราะห์หาไอโซเทิร์มของการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนพบว่า ลักษณะของเส้นโค้งไอโซเทิร์มคล้ายคลึงกับกรณีฟิล์มยางคอมพอสิตของ MCM-41 แสดงว่าความพรุนของ SBA-15 ทั้งสองชนิดถูกบดบังด้วยเนื้อยางธรรมชาติเกือบทั้งหมด และเกิดรูพรุนขนาดใหญ่กว่าขึ้นบนพื้นผิวของแผ่นฟิล์มคอมพอสิต



รูปที่ 5.12 ไอโซเทิร์มการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต NR/SBA15 - uncal(100) และ NR/SBA15-cal(100) เปรียบเทียบกับไอโซเทิร์มของ SBA-15-uncal, SBA-15-cal และฟิล์มยางธรรมชาติ

5.4 การศึกษาการดูดซับและการคายวิตามินเอ อี และซีของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต

วิตามินเอ อี และซี เป็นสารออกฤทธิ์ที่พบในเครื่องสำอางและผลิตภัณฑ์บำรุงผิวหลายชนิด เนื่องจากมีคุณสมบัติเป็นสารต้านอนุมูลอิสระ (antioxidant) ลดริ้วรอย ช่วยผลิตเซลล์ผิว ลดเลือนจุดด่างดำ และทำให้ผิวกระจ่างใสขึ้น วิตามินเอ อี และซี ที่มีจำหน่ายตามบริษัทขายสารเคมีมีด้วยกันหลายรูปแบบ แต่ละแบบจะมีขนาดโมเลกุล ความเสถียร (stability) และสมบัติการละลายที่แตกต่างกัน ในโครงการวิจัยนี้เลือกใช้วิตามินเอในรูปแบบเกลือของกรดเรตินอล หรือ เรตินิลแอซิเตต (retinyl acetate) และวิตามินอีชนิดแอลฟา-โทโคฟีรอล (α -tocopherol) ซึ่งเป็นรูปแบบที่ค่อนข้างเสถียร ไม่พบการสลายตัวภายใต้ภาวะควบคุมที่ใช้ตลอดการทดลอง ส่วนวิตามินซีจะอยู่ในรูปของกรดแอสคอร์บิก (ascorbic acid) ซึ่งสลายตัวค่อนข้างง่าย จึงจำเป็นต้องใช้สารทำให้เสถียร (stabilizer) เป็นโซเดียมไทโอซัลเฟต (sodium thiosulfate) ในขั้นตอนการคายวิตามินและขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วย UV/Vis spectrophotometer เพื่อป้องกันความคลาดเคลื่อนในการหาปริมาณวิตามินซีที่ดูดซับและคายได้

วัตถุประสงค์หลักของการศึกษาในหัวข้อนี้ คือ การหาปัจจัยในการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีผลต่อการดูดซับและการคายวิตามินแต่ละชนิดด้วยแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต เพื่อใช้เป็นแนวทางในการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีความสามารถในการดูดซับและการคายวิตามินได้ในปริมาณที่สูงและมีราคาถูกต่อไป

5.4.1 การดูดซับและการคายวิตามินเอ

ความสามารถในการดูดซับและการคายวิตามินเอหรือเรตินิลแอซิเตตของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตชนิดต่าง ๆ แสดงในตารางที่ 5.5 จากผลการทดลองที่ได้ชี้ให้เห็นว่า แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตทุกชนิดที่เตรียมขึ้นสามารถดูดซับและคายวิตามินเอได้ เมื่อพิจารณาถึงผลของตัวทำละลายที่ใช้ในการละลายยางแห้งคือ โทลูอีนหรือเตตระไฮโดรฟูแรน สำหรับการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต NR/Si4(200) พบว่า ตัวทำละลายของยางแห้งมีผลค่อนข้างน้อยต่อปริมาณเรตินิลแอซิเตตที่ดูดซับและคายได้ อย่างไรก็ตาม การใช้โทลูอีนเป็นตัวทำละลายของยางแห้งจะให้ปริมาณเรตินิลแอซิเตตที่สูงกว่าเล็กน้อย การเติมกลีเซอรอลร่วมในสารละลายยางที่มีเตตระไฮโดรฟูแรนเป็นตัวทำละลาย จะทำให้ได้แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่สามารถดูดซับและคายวิตามินเอสูงขึ้น แต่ยังไม่พอกว่า NR/Si4(200) ที่เตรียมจากสารละลายยางที่ใช้โทลูอีนเป็นตัวทำละลาย

ขนาดอนุภาคของซิลิกาเจล (NR/Si1(200) และ NR/Si4(200)) และปริมาณของซิลิกาเจล (NR/Si4(100), NR/Si4(200) และ NR/Si4(300)) ที่ใช้ในการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตมีผลต่อความสามารถในการดูดซับและการคายเรตินิลแอซิเตตมากกว่าชนิดของตัวทำละลายในการละลายยางแห้ง การใช้ซิลิกาเจลที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าและการเพิ่มปริมาณของซิลิกาเจลจะทำให้ได้แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่ดูดซับและคายวิตามินเอได้มากกว่า โดยปริมาณของเรตินิลแอซิเตตที่ดูดและคายออกมามีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามพื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต อย่างไรก็ตาม แม้ว่าแผ่นฟิล์มคอมพอสิต

ที่มีการเติมซิลิกาเจล Si4 ในปริมาณ 200 และ 300 phr จะมีพื้นที่ผิวจำเพาะไม่แตกต่างกัน แต่ปริมาณของเรตินิลแอซิติเตที่ดูดซับและคายได้ต่างกันค่อนข้างชัดเจน

การศึกษาศสมบัติการดูดซับของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากเมโซพอร์ซิลิกาชนิดต่าง ๆ แสดงให้เห็นว่า การใช้เมโซพอร์สที่ไม่ผ่านการเผาจะทำให้ได้แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่สามารถดูดซับและคายเรตินิลแอซิติเตได้ในปริมาณที่มากกว่าการใช้เมโซพอร์สที่ผ่านการเผา โดยคอมพอสิตของ MCM-41 จะดูดซับและคายวิตามินได้มากกว่าคอมพอสิตของ SBA-15 ในกรณีนี้ปริมาณของเรตินิลแอซิติเตที่ดูดซับและคายได้จะไม่เป็นแนวโน้มกับพื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต

ตารางที่ 5.5 การดูดซับ^a และการคาย^b เรตินิลแอซิติเต (RA) ของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากซิลิกาชนิดต่าง ๆ

Film composite ^c	S_{BET}^d ($m^2 g^{-1}$)	Absorbance	Amount of desorbed RA ($\times 10^{-4}$ mole g^{-1} composite)
NR/Si1 ^e (200)	166	0.9109	0.244
NR/Si4 ^f (100)	101	0.6017	0.209
NR/Si4 (200)	192	1.0140	0.302
- THF as solvent	<i>n.d.</i> ^j	0.9658	0.278
- THF as solvent with glycerol ^g	<i>n.d.</i>	1.0470	0.290
NR/Si4 (300)	194	1.3338	0.351
NR/MCM41-uncal ^h (100)	1	1.5732	0.686
NR/SBA15-uncal (100)	8	1.1818	0.477
NR/MCM41-cal ⁱ (100)	185	1.2212	0.538
NR/SBA15-cal (100)	53	1.1162	0.436

^a ภาวะในการดูดซับวิตามิน: ปริมาตรของสารละลายเรตินิลแอซิติเต, 40 มิลลิลิตร; ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายเรตินิลแอซิติเต, 6.09×10^{-3} โมลาร์; เวลา, 15 นาที; อุณหภูมิห้อง

^b ภาวะในการคายวิตามิน: ปริมาตรของเอทานอล, 50 มิลลิลิตร; เวลา, 15 นาที; อุณหภูมิห้อง

^c ใช้ไทลูนเป็นตัวทำละลายในการละลายยางแห้ง

^d พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ที่วิเคราะห์ได้จากการวัดการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจน

^e ซิลิกาเจลที่มีขนาดอนุภาคเท่ากับ 149-210 ไมโครเมตร

^f ซิลิกาเจลที่มีขนาดอนุภาคเท่ากับ 63-74 ไมโครเมตร

^g ปริมาณกลีเซอรอลที่ใช้เท่ากับ 0.1 กรัม

^h uncal หมายถึง เมโซพอร์ซิลิกาที่ไม่ผ่านการเผา

ⁱ cal หมายถึง เมโซพอร์ซิลิกาที่ผ่านการเผาแล้ว

^j *n.d.* หมายถึง ไม่ได้ทำการวิเคราะห์

5.4.2 การดูดซับและการคายวิตามินอี

ผลจากการศึกษาการดูดซับและการคายวิตามินอี (แอลฟา-โทโคฟีรอล) ด้วยแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตชนิดต่าง ๆ แสดงในตารางที่ 5.6 จากผลการทดลองที่ได้จะเห็นว่า แนวโน้มของผลของปัจจัยต่าง ๆ ในการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีต่อปริมาณการดูดซับและการคายแอลฟา-โทโคฟีรอลคล้าย

คลึงกับการศึกษาการดูดซับและการคายเรตินิลแอซิติท กล่าวคือ สารละลายยางที่ใช้โพลีเอทิลีนเป็นตัวทำละลายจะเตรียมแผ่นฟิล์มคอมพอสิตที่มีความสามารถในการดูดซับและการคายวิตามินอีได้มากกว่า การใช้เตตระไฮโดรฟูแรนเป็นตัวทำละลาย การเติมกลีเซอรอลร่วมในการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต จะทำให้ความสามารถในการดูดซับและการคายวิตามินอีของแผ่นฟิล์มคอมพอสิตสูงขึ้น แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากซิลิกาเจลที่มีขนาดเล็กกว่า ($\text{Si}4$) หรือมีปริมาณของซิลิกาเจลมากกว่าจะดูดซับและคายวิตามินอีได้ในปริมาณที่มากกว่า โดยปริมาณการดูดซับและการคายวิตามินอีมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามพื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เพิ่มขึ้น ส่วนแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากเมโซพอร์ซิลิกาที่ยังไม่ผ่านการเผาจะดูดซับและคายแอลฟา-โทโคฟีรอลได้มากกว่าแผ่นฟิล์มคอมพอสิตที่ใช้เมโซพอร์ซิลิกาที่ผ่านการเผาแล้ว โดยแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตของ MCM-41 สามารถดูดซับและคายแอลฟา-โทโคฟีรอลได้ในปริมาณที่มากกว่าแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจาก SBA-15 แต่ในกรณีของเมโซพอร์ซิลิกานี้จะไม่พบความสัมพันธ์ของปริมาณแอลฟา-โทโคฟีรอลกับพื้นที่ผิวจำเพาะ

ตารางที่ 5.6 การดูดซับ^a และการคาย^b แอลฟา-โทโคฟีรอล (TP) ของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากซิลิกาชนิดต่าง ๆ

Film composite ^c	S_{BET}^d ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$)	Absorbance	Amount of desorbed TP ($\times 10^{-4} \text{ mole g}^{-1} \text{ composite}$)
NR/Si1 ^e (200)	166	0.2315	0.399
NR/Si4 ^f (100)	101	0.2145	0.452
NR/Si4 (200)	192	0.2467	0.463
- THF as solvent	<i>n.d.</i> ^j	0.2309	0.411
- THF as solvent with glycerol ^g	<i>n.d.</i>	0.2670	0.520
NR/Si4 (300)	194	0.2739	0.511
NR/MCM41-uncal ^h (100)	1	0.2814	0.922
NR/SBA15-uncal (100)	8	0.2402	0.598
NR/MCM41-cal ⁱ (100)	185	0.2398	0.657
NR/SBA15-cal (100)	53	0.2317	0.591

^a ภาวะในการดูดซับวิตามิน: ปริมาตรของสารละลายแอลฟา-โทโคฟีรอล, 40 มิลลิลิตร; ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายแอลฟา-โทโคฟีรอล, 1.16×10^{-2} โมลาร์; เวลา, 15 นาที; อุณหภูมิห้อง

^b ภาวะในการคายวิตามิน: ปริมาตรของเอทานอล, 50 มิลลิลิตร; เวลา, 15 นาที; อุณหภูมิห้อง

^c ใช้โพลีเอทิลีนเป็นตัวทำละลายในการละลายยางแห้ง

^d พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ที่วิเคราะห์ได้จากการวัดการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจน

^e ซิลิกาเจลที่มีขนาดอนุภาคเท่ากับ 149-210 ไมโครเมตร

^f ซิลิกาเจลที่มีขนาดอนุภาคเท่ากับ 63-74 ไมโครเมตร

^g ปริมาณกลีเซอรอลที่ใช้เท่ากับ 0.1 กรัม

^h uncal หมายถึง เมโซพอร์ซิลิกาที่ไม่ผ่านการเผา

ⁱ cal หมายถึง เมโซพอร์ซิลิกาที่ผ่านการเผาแล้ว

^j *n.d.* หมายถึง ไม่ได้ทำการวิเคราะห์

5.4.3 การดูดซับและการคายวิตามินซี

ตารางที่ 5.7 การดูดซับ^aและการคาย^bกรดแอสคอบิก (AA) ของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากซิลิกาชนิดต่าง ๆ

Film composite ^c	S_{BET}^d ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$)	Absorbance	Amount of desorbed AA ($\times 10^{-4} \text{ mole g}^{-1} \text{ composite}$)
NR/Si1 ^e (200)	166	0.6510	0.458
NR/Si4 ^f (100)	101	0.6236	0.635
NR/Si4 (200)	192	0.8715	0.771
- THF as solvent	<i>n.d.</i> ^j	0.7687	0.671
- THF as solvent with glycerol ^g	<i>n.d.</i>	0.8165	0.680
NR/Si4 (300)	194	1.0783	0.890
NR/MCM41-uncal ^h (100)	1	2.0030	3.483
NR/SBA15-uncal (100)	8	0.7915	1.021
NR/MCM41-cal ⁱ (100)	185	1.0038	1.469
NR/SBA15-cal (100)	53	0.4850	0.410

^a ภาวะในการดูดซับวิตามิน: ปริมาตรของสารละลายกรดแอสคอบิก, 40 มิลลิลิตร; ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายกรดแอสคอบิก, 1.14×10^{-2} โมลาร์; เวลา, 15 นาที; อุณหภูมิห้อง

^b ภาวะในการคายวิตามิน: ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต, 50 มิลลิลิตร; ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต, 3.16×10^{-3} โมลาร์; เวลา, 15 นาที; อุณหภูมิห้อง

^c ใช้ไทลูนเป็นตัวทำละลายในการละลายยางแห้ง

^d พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ที่วิเคราะห์ได้จากการวัดการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจน

^e ซิลิกาเจลที่มีขนาดอนุภาคเท่ากับ 149-210 ไมโครเมตร

^f ซิลิกาเจลที่มีขนาดอนุภาคเท่ากับ 63-74 ไมโครเมตร

^g ปริมาณกลีเซอรอลที่ใช้เท่ากับ 0.1 กรัม

^h uncal หมายถึง เมโซพอร์ซิลิกาที่ไม่ผ่านการเผา

ⁱ cal หมายถึง เมโซพอร์ซิลิกาที่ผ่านการเผาแล้ว

^j *n.d.* หมายถึง ไม่ได้ทำการวิเคราะห์

ตารางที่ 5.7 เปรียบเทียบความสามารถในการดูดซับและการคายกรดแอสคอบิกหรือวิตามินซีของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมจากซิลิกาชนิดต่าง ๆ เมื่อเปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้กับผลการศึกษาการดูดซับและการคายวิตามินเอและวิตามินอี พบว่า แนวโน้มของผลของปัจจัยต่าง ๆ ในการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีต่อปริมาณการดูดซับและการคายวิตามินคล้ายคลึงกัน ข้อสังเกตที่สำคัญที่ได้จากการศึกษาการดูดซับและการคายกรดแอสคอบิกคือ ปริมาณของกรดแอสคอบิกที่ดูดซับและคายได้ของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตหนึ่ง ๆ จะมากกว่าปริมาณของวิตามินอี (ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายวิตามินใกล้เคียงกัน) นอกจากนั้นเมื่อเปรียบเทียบผลของปัจจัยหนึ่ง ๆ เช่น ปริมาณของซิลิกาเจลที่ใช้เตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต (NR/Si4 ที่ 100, 200 และ 300 phr) จะพบว่าความแตกต่างของปริมาณวิตามินที่ดูดซับและคายได้ในกรณีของกรดแอสคอบิกจะมากกว่ากรณีของแอลฟา-โทโคฟีรอล ผลการทดลองที่ได้นี้จะเกี่ยวข้องกับขนาดของโมเลกุลวิตามิน กรดแอสคอบิก (มวล

โมเลกุลเท่ากับ 176.13) มีขนาดเล็กกว่าแอลฟา-โทโคฟีรอล (มวลโมเลกุลเท่ากับ 430.7) มาก จึงสามารถแพร่เข้าไปในรูพรุนที่อยู่บนแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตได้ง่ายกว่า

5.5 การคำนวณต้นทุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต

ผลการคำนวณต้นทุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตแสดงไว้ในภาคผนวก ผลการคำนวณที่นำเสนอเป็นของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมโดยใช้ซิลิกาเจล Si₄ เพียงอย่างเดียว โดยต้นทุนของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตหนึ่งแผ่น (เส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 9.2 เซนติเมตร) ประมาณ 9-12 บาท แม้ว่าการใช้เมโซพอร์ซิลิกาจะทำให้ได้แผ่นฟิล์มคอมพอสิตที่มีความสามารถในการดูดซับและการคายวิตามินสูง แต่ในปัจจุบันเมโซพอร์ซิลิกายังไม่มีการผลิตในระดับอุตสาหกรรม จึงไม่สามารถคำนวณต้นทุนที่ใกล้เคียงกับความเป็นจริงได้

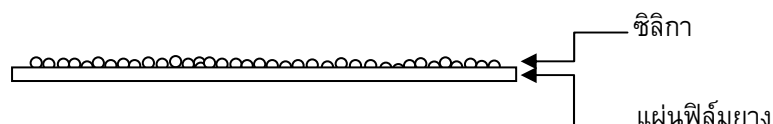
6. วิจารณ์ผล

การปรับปรุงสมบัติของยางธรรมชาติโดยการใส่สารตัวเติม (fillers) ชนิดผง เช่น คาร์บอน ซิลิกา แคลเซียมคาร์บอเนต เป็นต้น จำเป็นต้องใช้สารตัวเติมที่มีขนาดอนุภาคเล็กมาก เพื่อให้การกระจายของสารตัวเติมในเนื้อยางสม่ำเสมอ และช่วยเสริมสมบัติเชิงกลที่ต้องการให้กับยางธรรมชาติได้ อย่างไรก็ตาม การเตรียมคอมพอสิตจากยางธรรมชาติและวัสดุซิลิกาในโครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อใช้สำหรับงานด้านการดูดซับ โดยคาดว่าความสามารถในการดูดซับของยางคอมพอสิตที่เตรียมได้เกิดจากวัสดุซิลิกาที่เติมลงไป ดังนั้นจำเป็นต้องใส่วัสดุซิลิกาในปริมาณมากและเตรียมคอมพอสิตในรูปของแผ่นฟิล์มบางเพื่อให้วัสดุซิลิกามีปริมาณมากพอและไม่ถูกบดบังด้วยเนื้อยางทั้งหมด ซึ่งจะทำให้ได้ยางคอมพอสิตที่มีสมบัติความพรุน (textural properties) สูง และมีความสามารถในการดูดซับสูงด้วย

วัสดุซิลิกาที่ใช้เตรียมฟิล์มยางคอมพอสิตในโครงการวิจัยนี้ ได้แก่ ซิลิกาเจล ซีโอไลต์ และเมโซพอร์ซิลิกา โดยทั้งหมดเป็นวัสดุซิลิกาที่มีพื้นที่ผิวสูง มีปริมาตรรูพรุนเฉลี่ยไม่แตกต่างกันมาก และมีขนาดรูพรุนเฉลี่ยอยู่ในช่วงรูพรุนขนาดกลาง (mesopore; 20-100 Å) ซึ่งเป็นขนาดรูพรุนที่ยอมให้โมเลกุลขนาดใหญ่ เช่น แอลฟา-โทโคฟีรอล หรือ วิตามินอี แพร่ผ่านเข้าไปได้ จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาและสมบัติการดูดซับเบื้องต้นของวัสดุซิลิกาเหล่านี้ พบว่า สามารถดูดซับวิตามินอีและซีได้

วิธีการผสมแบบแขวนลอยเหมาะสมสำหรับการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีพื้นที่ผิวและความพรุนสูงมากกว่าการผสมด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง ในการผสมแบบแขวนลอยเมื่อเทสารละลายยางที่มีวัสดุซิลิกาแขวนลอยอยู่ลงในจานเพาะเชื้อแล้วนำไปอบแห้ง ตัวทำละลายจะค่อย ๆ ระเหยออกไป ส่วนยางธรรมชาติจะเริ่มแยกออกจากสารละลายและเคลือบเป็นแผ่นฟิล์มบนจานเพาะเชื้อ วัสดุซิลิกาบางส่วนจะตกตะกอนในชั้นของยางธรรมชาติ และบางส่วนจะลอยอยู่ด้านบนของแผ่นฟิล์มยาง การอยู่ร่วมกันของยางธรรมชาติและวัสดุซิลิกาในแผ่นฟิล์มคอมพอสิตสามารถแสดงเป็นภาพดังรูปที่ 5.13 โดยปัจจัยที่ต้องควบคุมเพื่อให้ได้แผ่นฟิล์มที่เรียบเนียนคือ การกวนผสมสารละลายยางกับวัสดุซิลิกาต้องใช้

อัตราการกวาดต่ำเพื่อป้องกันการเกิดฟองในสารละลาย การเทสารละลายลงในงานเพาะเชื้อก็เช่นกัน ต้องไม่ให้มีฟองอากาศเกิดขึ้น และในขั้นตอนการอบไล่ตัวทำละลายต้องเพิ่มอุณหภูมิอย่างเป็นลำดับขั้น เพื่อไม่ให้ตัวทำละลายเดือด โดยอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมขึ้นกับชนิดของตัวทำละลาย



รูปที่ 5.13 ภาพแทนลักษณะการเกิดเป็นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมด้วยวิธีการผสมแบบแขวนลอย

ความเข้มข้นของสารละลายยางแห้งจะเป็นตัวกำหนดความหนาของแผ่นฟิล์มยางที่ได้ ถ้าความเข้มข้นของสารละลายสูง แผ่นฟิล์มยางจะหนาและวัสดุซิลิกาอาจถูกบดบังด้วยเนื้อยางทั้งหมด ผู้วิจัยในโครงการนี้ ได้ปรับหาความเข้มข้นและปริมาณของสารละลายยางที่เหมาะสมสำหรับใช้เตรียมแผ่นฟิล์มแล้ว โดยความเข้มข้นที่เหมาะสมคือร้อยละ 2.8 โดยน้ำหนัก และปริมาณของสารละลายยางที่ใช้สำหรับเตรียมแผ่นฟิล์มหนึ่งแผ่น (เส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 9.2 เซนติเมตร) คือ 15 มิลลิลิตร

ตัวทำละลายมีความสำคัญในการละลายยางแห้งให้เป็นสารละลายเนื้อเดียว (homogeneous solution) โทลูอินและเตตระไฮโดรฟูแรนสามารถใช้ละลายยางแห้งได้ดี ซึ่งอาจเป็นเพราะความเข้มข้นที่ต้องการค่อนข้างต่ำ ผลของตัวทำละลายยางต่อการดูดซับและการคายวิตามินของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตยังไม่ชัดเจนนัก แม้จะพบว่าการใช้โทลูอินเป็นตัวทำละลายจะดีกว่าการใช้เตตระไฮโดรฟูแรน การอภิปรายผลของตัวทำละลายในเชิงลึก จำเป็นต้องทำการทดลองและวิเคราะห์ผลเพิ่มเติม อย่างไรก็ตาม ตัวทำละลายทั้งสองเป็นพิษต่อมนุษย์ การหาตัวทำละลายยางแห้งชนิดใหม่ที่ไม่เป็นพิษหรือการพัฒนาวิธีการเตรียมแผ่นฟิล์มคอมพอสิตจากน้ำยาง น่าจะเป็นแนวทางที่ดีกว่าสำหรับการพัฒนาแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตนี้ในเชิงพาณิชย์

เมื่อขนาดของอนุภาคซิลิกาที่ใช้เตรียมฟิล์มคอมพอสิตเล็กลง แผ่นฟิล์มจะมีความพรุนมากขึ้น เนื่องจากจำนวนอนุภาคต่อกรัมของวัสดุซิลิกาจะมากขึ้น ทำให้จำนวนอนุภาคของซิลิกาต่อพื้นที่ของแผ่นฟิล์มยางมากขึ้นด้วย จึงเกิดการซ้อนทับกันของอนุภาคซิลิกาเหนือแผ่นฟิล์มยางและเกิดรูพรุนที่เป็นช่องว่างระหว่างกลุ่มอนุภาคขึ้น ผลของปริมาณของวัสดุซิลิกาก็มีแนวโน้มเช่นเดียวกัน นอกจากนั้นยังพบรูพรุนที่เกิดในเนื้อแผ่นฟิล์มยาง เนื่องจากเนื้อยางที่ห่อหุ้มวัสดุซิลิกาไม่เพียงพอ ซึ่งสังเกตได้จากภาพถ่าย SEM โดยเฉพาะอย่างยิ่ง แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตของเมโซพอร์ซิลิกา (ขนาดอนุภาคเล็กกว่าซิลิกาเจลถึง 70-100 เท่า) จะเห็นรูพรุนระหว่างอนุภาคอย่างชัดเจน อย่างไรก็ตาม ขนาดของรูพรุนเหล่านี้มีช่วงค่อนข้างกว้างมากตั้งแต่ประมาณ 1 ไปจนถึง 100 ไมครอน ซึ่งเป็นช่วงที่ใหญ่เกินกว่าขนาดรูพรุนที่สามารถตรวจวิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการวัดการดูดและการคายแก๊สไนโตรเจน (N_2 adsorption-desorption measurement) ซึ่งเป็นเทคนิคที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์หาความพรุนของวัสดุของแข็งชนิดต่าง ๆ เช่น ตัวเร่งปฏิกิริยา และตัวดูดซับ

แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตทุกชนิดที่เตรียมขึ้นในโครงการนี้ สามารถดูดซับและคายวิตามินเอ อี และซีได้ โดยปริมาณวิตามินที่ดูดซับและคายได้น่าจะเพียงพอสำหรับการประยุกต์ใช้งานเป็นหน้ากากบำรุงผิว เป็นที่น่าสังเกตว่าความสามารถในการดูดซับและการคายวิตามินชนิดต่าง ๆ ของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตไม่สามารถอธิบายด้วยข้อมูลสมบัติความพรุน (พื้นที่ผิวจำเพาะ) อย่างสมบูรณ์ นั้นแสดงว่ารูพรุนหลักที่ทำหน้าที่ในการดูดซับและการคายวิตามินคือ รูพรุนที่เป็นช่องว่างระหว่างอนุภาคซิลิกาที่ซ้อนทับกันและ/หรือรูพรุนที่เกิดขึ้นในเนื้อแผ่นฟิล์มยาง การทำให้แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตสามารถดูดซับและคายวิตามินได้มาก จึงทำได้ด้วยการเพิ่มจำนวนรูพรุนเหล่านี้ ได้แก่ การใช้วัสดุซิลิกาที่มีขนาดเล็กกลง และการเพิ่มปริมาณวัสดุซิลิกา

ความยืดหยุ่นของยางในแผ่นฟิล์มคอมพอสิตที่เตรียมขึ้นจะลดลงอย่างมาก เนื่องจากใช้วัสดุซิลิกาปริมาณมาก การเติมกลีเซอรอลจะช่วยให้แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตมีความนุ่มและชุ่มชื้นขึ้น รวมถึงมีความยืดหยุ่นมากขึ้นเล็กน้อย นอกจากนี้ การเติมกลีเซอรอลยังช่วยเพิ่มปริมาณการดูดซับและการคายวิตามินได้ด้วย

7. สรุปผล

วิธีการผสมแบบแขวนลอย (slurry mixing method) ที่ใช้ในโครงการนี้สามารถเตรียมแผ่นฟิล์มคอมพอสิตของยางธรรมชาติกับวัสดุซิลิกาที่มีพื้นที่ผิวและความพรุนสูงได้ ความพรุนและความสามารถในการดูดซับและการคายวิตามินของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตจะเพิ่มขึ้น เมื่อขนาดอนุภาคของวัสดุซิลิกาเล็กกลง และปริมาณของวัสดุซิลิกาเพิ่มขึ้น แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมได้ประกอบด้วยรูพรุนอย่างน้อยสองชนิด ชนิดแรกเป็นรูพรุนของวัสดุซิลิกาตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต และอีกชนิดหนึ่งซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าเป็นรูพรุนที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาคซิลิกาที่ซ้อนทับกันบนผิวยาง และ/หรือรูพรุนที่เกิดขึ้นในเนื้อแผ่นฟิล์มยาง โดยรูพรุนชนิดหลังน่าจะเป็นความพรุนหลักที่ทำให้เกิดการดูดซับวิตามินได้มาก แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมได้สามารถดูดซับและคายวิตามินเอ อี และซี โดยแนวโน้มของความสามารถในการดูดซับและการคายวิตามินทั้งสามชนิดคล้ายคลึงกันคือ NR/MCM41-uncal > NR/SBA15-uncal > NR/MCM41-cal > NR/SBA15-cal > NR/Si4 > NR/Si1 โดยปริมาณวิตามินที่ดูดซับและคายได้น่าจะเพียงพอสำหรับการประยุกต์ใช้งานเป็นหน้ากากบำรุงผิว แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่มีการเติมกลีเซอรอลร่วมด้วยจะมีลักษณะที่นุ่ม ชุ่มชื้น และยืดหยุ่นมากขึ้น ทำให้น่าใช้งานมากกว่า ต้นทุนในการผลิตแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตของซิลิกาเจลขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 9.2 เซนติเมตร ประมาณ 9-12 บาทต่อแผ่น

8. ข้อเสนอแนะ

กรณีการใช้ยางพาราแห้งเป็นวัตถุดิบตั้งต้นในการเตรียมแผ่นฟิล์มคอมพอสิต ควรเลือกใช้ตัวทำละลายชนิดอื่นในการละลายยาง โดยพิจารณาถึงความเป็นพิษต่ำ มีจุดเดือดและความดันไอต่ำ เช่น

เฮกเซน เป็นต้น เพื่อให้ง่ายต่อการกำจัดออกในขั้นตอนการอบแห้งและป้องกันอันตรายจากตัวทำละลายตกค้างที่อาจจะเกิดขึ้นขณะนำแผ่นฟิล์มที่เตรียมได้ไปใช้งาน นอกจากนี้ การใช้ vacuum oven จะช่วยให้ตัวทำละลายระเหยออกได้ง่ายขึ้น กรณีการใช้น้ำยางดิบเป็นวัตถุดิบตั้งต้นแทนยางพาราแห้งจะช่วยลดการใช้สารเคมี และลดขั้นตอนการเตรียมแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตได้ อย่างไรก็ดี เนื่องจากน้ำยางดิบมีองค์ประกอบที่ซับซ้อน จึงจำเป็นต้องทำการศึกษาเพิ่มเติม เพื่อหาผลขององค์ประกอบเหล่านั้นต่อลักษณะสมบัติและความสามารถในการดูดและการคายสารที่ต้องการ

การนำแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่เตรียมได้ไปใช้กับผิวหนังอาจก่อให้เกิดการระคายเคืองได้ เนื่องจากยางธรรมชาติมีโปรตีนเป็นองค์ประกอบ จึงจำเป็นต้องทดสอบอาการแพ้หรือการระคายเคืองผิวด้วย การใช้ deproteinized rubber แทนยางธรรมชาติธรรมดา น่าจะช่วยลดโอกาสเกิดอาการแพ้หรือการระคายเคืองผิวได้ นอกจากนี้ แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตควรผ่านเกณฑ์การตรวจสอบหาสารเป็นพิษตกค้างด้วย เมื่อพัฒนาการเตรียมต่อไปจนได้แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่ปลอดภัยแล้ว ควรนำไปทดสอบการใช้งานจริง โดยประเมินความพึงพอใจของผู้ใช้และทำการเปรียบเทียบกับผลิตภัณฑ์ที่คล้ายคลึงกันที่ใช้อยู่ในปัจจุบัน

9. เอกสารอ้างอิง

1. R.N. Regina, C.L. Mar, R. Evaisto, "Basic Studies on Gas Solubility in Natural Rubber-Cellulose Composites", *J. Polym. Sci.* **43** (2005) 2131-2140.
2. A.A. Sameer, B. Fawzi, "Adsorption of Copper Ions on to Tyre Rubber", *Ads. Sci. Tech.* **18** (2000) 685-700.
3. P. Danwanichakul, D. Dechojarassri, S. Meesumrit, S. Swangwareesakul, "Influence of Sulfur-Crosslinking in Vulcanized Rubber Chips on Mercury (II) Removal from Contaminated Water" *J. Hazard. Mater.* **154** (2008) 1-8.
4. วรพันธ์ กิจธนาภาร, การดูดซับเชื้อเพลิงแก๊สบนยางธรรมชาติผสมผงถ่าน, วิทยานิพนธ์ปริญญาโท สาขาวิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2549.
5. H.A. Colvin, S.L. Chen, "Reinforced Silica/Elastomer Composite" **US Patent 2007/0272339**.
6. B.S. Chu, B.S. Baharin, Y.B. Che Man, S.Y. Quek, "Separation of Vitamin E from Palm Fatty Acid Distillate Using Silica: II-Kinetics of Batch Adsorption" *J. Food. Eng.* **62** (2004) 105-111.
7. C.Y. Chen, H.X. Li, M.E. Davis, "Studies on Mesoporous Materials: I. Synthesis and Characterization of MCM-41" *Microporous Mater.* **2** (1993) 17-26.
8. M. Imperor-Clerc, P. Davidson, A. Davidson, "Existence of a Microporous Corona around the Mesopores of Silica-Based SBA-15 Materials Templated by Triblock Copolymers" *J. Am. Chem. Soc.* **122** (2000) 11925-11933.

9. D. Zhao, Q. Huo, J. FENA, B.F. Chmelka, G.D. Stucky, "Nonionic Triblock and Star Diblock Copolymer and Oligomeric Surfactant Syntheses of Highly Ordered, Hydrothermally Stable, Mesoporous Silica Structures" *J. Am. Chem. Soc.* **120** (1998) 6024-6036.
10. F. Rouquerol, J. Rouquerol, K. Sing, "*Adsorption by Powers and Porous Solids*", Academic Press, San Diego, 1999.

ภาคผนวก

การคำนวณต้นทุนในการผลิตแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต (Cost analysis)

Basis แผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต 1 แผ่น

$$\text{Electricity} = 0.045 \text{ \$/kWh} = 1.575 \text{ บาท/กิโลวัตต์}$$

NR/Si4 (100)

สารเคมี	ราคา	หน่วย	ปริมาณที่ใช้	หน่วย	ราคา(บาท)
ยางธรรมชาติ (STR 5L)	53	บาท/กิโลกรัม	0.375	กรัม	0.02
โทลูอิน	250	บาท/ลิตร	15	มิลลิลิตร	3.75
ซิลิกาเจล	2175.8	บาท/กิโลกรัม	0.42	กรัม	0.91
เครื่องมือและอุปกรณ์	กำลัง	หน่วย	เวลาที่ใช้	หน่วย	ราคา(บาท)
เครื่องกวนสาร	300	W	1	ชั่วโมง	0.47
ตู้อบ	1600	W	1.5	ชั่วโมง	3.78
ราคารวม					8.94

NR/Si4 (200)

สารเคมี	ราคา	หน่วย	ปริมาณที่ใช้	หน่วย	ราคา(บาท)
ยางธรรมชาติ (STR 5L)	53	บาท/กิโลกรัม	0.375	กรัม	0.02
โทลูอิน	250	บาท/ลิตร	15	มิลลิลิตร	3.75
ซิลิกาเจล	2175.8	บาท/กิโลกรัม	0.84	กรัม	1.83
เครื่องมือและอุปกรณ์	กำลัง	หน่วย	เวลาที่ใช้	หน่วย	ราคา(บาท)
เครื่องกวนสาร	300	W	1	ชั่วโมง	0.47
ตู้อบ	1600	W	1.5	ชั่วโมง	3.78
ราคารวม					9.85

NR/Si4 (300)

สารเคมี	ราคา	หน่วย	ปริมาณที่ใช้	หน่วย	ราคา(บาท)
ยางธรรมชาติ (STR 5L)	53	บาท/กิโลกรัม	0.375	กรัม	0.02
โทลูอิน	250	บาท/ลิตร	15	มิลลิลิตร	3.75
ซิลิกาเจล	2175.8	บาท/กิโลกรัม	1.26	กรัม	2.74
เครื่องมือและอุปกรณ์	กำลัง	หน่วย	เวลาที่ใช้	หน่วย	ราคา(บาท)
เครื่องกวนสาร	300	W	1	ชั่วโมง	0.47
ตู้อบ	1600	W	1.5	ชั่วโมง	3.78
ราคารวม					10.76

NR/THF/Si4 (200)

สารเคมี	ราคา	หน่วย	ปริมาณที่ใช้	หน่วย	ราคา(บาท)
ยางธรรมชาติ (STR 5L)	53	บาท/กิโลกรัม	0.375	กรัม	0.02
เตตระไฮโดรฟูแรน	384	บาท/ลิตร	15	มิลลิลิตร	5.76
ซิลิกาเจล	2175.8	บาท/กิโลกรัม	0.84	กรัม	1.83
เครื่องมือและอุปกรณ์	กำลัง	หน่วย	เวลาที่ใช้	หน่วย	ราคา(บาท)
เครื่องกวนสาร	300	W	1	ชั่วโมง	0.47
ตุ๊อบ	1600	W	1.5	ชั่วโมง	3.78
ราคารวม					11.86

NR/THF/Si4 (200)/gly

สารเคมี	ราคา	หน่วย	ปริมาณที่ใช้	หน่วย	ราคา(บาท)
ยางธรรมชาติ (STR 5L)	53	บาท/กิโลกรัม	0.375	กรัม	0.02
โทลูอิน	250	บาท/ลิตร	15	มิลลิลิตร	3.75
ซิลิกาเจล	2175.8	บาท/กิโลกรัม	0.84	กรัม	1.83
glycerol	1150	บาท/กิโลกรัม	0.1	กรัม	0.12
เครื่องมือและอุปกรณ์	กำลัง	หน่วย	เวลาที่ใช้	หน่วย	ราคา(บาท)
เครื่องกวนสาร	300	W	1	ชั่วโมง	0.47
ตุ๊อบ	1600	W	1.5	ชั่วโมง	3.78
ราคารวม					9.85

คำชี้แจงการแก้ไขรายงานฉบับสมบูรณ์

จากสรุปข้อคิดเห็นของผู้ทรงคุณวุฒิต่อโครงการ “การพัฒนาสมบัติการดูดซับของแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต” สัญญาเลขที่ RDG5150046 นักวิจัยขอชี้แจงดังนี้

ความเห็นด้านการพิมพ์ (Editorial)

1. หน้า 7 : ได้ตรวจสอบหลักไวยากรณ์ของประโยคแรกใน Abstract แล้ว เห็นสมควรตัด “has” ออกจากประโยค
2. หน้า 8 : ได้ปรับข้อความย่อหน้าแรกของหัวข้อความสำคัญและความเป็นมาของการวิจัยตามที่ผู้ทรงคุณวุฒิเสนอแนะ
3. รูปที่ 5.5 หน้า 16 และรูปที่ 5.9 หน้า 21 : พิมพ์และทำสำเนาเป็นภาพสีแทน
4. รูปที่ 5.10 หน้า 22, รูปที่ 5.11 หน้า 23 และรูปที่ 5.12 หน้า 24 : เว้นระยะห่างของคำบรรยายใต้รูปกับหัวข้อถัดไปแล้ว

ความเห็นด้านวิชาการ (Technical)

1. ในงานวิจัยนี้ใช้ magnetic stirrer ในการกวนผสมเพื่อเตรียม slurry ของสารละลายยางและวัสดุซิลิกา โดยพบว่าการกระจายของอนุภาคซิลิกาในสารละลายยางขึ้นกับขนาดอนุภาคและองค์ประกอบธาตุของวัสดุซิลิกา ถ้าขนาดอนุภาคของซิลิกาเล็กมากและ/หรือมีอะลูมิเนียมเป็นองค์ประกอบด้วย เช่น ซีโอไลต์ จะเห็นการกระจายตัวไม่สม่ำเสมอ อย่างไรก็ตาม ในงานวิจัยนี้ใช้ซิลิกาที่มีขนาดอนุภาคไม่เล็กมาก นอกจากนั้นยังใช้ปริมาณซิลิกาสูง (100 – 300 phr) ซึ่งเมื่อเตรียมเป็นแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิตที่บาง จะเกิดการเกาะกันหรือทับกันของวัสดุซิลิกาอย่างหลีกเลี่ยงไม่ได้ (เป็นสิ่งที่คณะนักวิจัยต้องการ) ดังนั้นการกระจายของอนุภาคซิลิกาในสารละลายยางจึงมีผลไม่มากต่อการเตรียมเป็นแผ่นฟิล์มคอมพอสิต
2. ในงานวิจัยนี้ไม่ได้ใช้การระเหยแบบ vacuum ซึ่งคาดว่าจะยังคงมีตัวทำละลายตกค้างอยู่ในแผ่นฟิล์มยางคอมพอสิต ทั้งนี้นักวิจัยได้ระบุเป็นข้อเสนอแนะในหน้า 32 แล้ว
3. นักวิจัยเห็นด้วยกับผู้ทรงคุณวุฒิที่จะใช้น้ำยางข้นชนิด deprotenised concentrated latex แทนการใช้ยางแห้ง