

บทที่ 3

สารเคมี อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

3.1 สารเคมี

3.1.1 น้ำยางชั้นชนิดแอมโมเนียสูง (High Ammonia Concentrated Latex, HA) ใช้สำหรับเตรียมยางธรรมชาติออกไซค์ มีเนื้อยางแห้ง (Dry Rubber Content, DRC) ประมาณ 60% ผลิตโดยบริษัท ยะลาตาเท็กซ์ จำกัด

3.1.2 โคลพอลิเมอร์ของเอทิลีนกับไวนิลอะซิเตท (Ethylene- vinyl acetate copolymer, EVA) เป็นเทอร์โมพลาสติกที่ใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์ เกรด N8038 มีปริมาณไวนิลอะซิเตท 18 เปอร์เซ็นต์ ลักษณะเป็นเม็ดใส ผลิตโดยบริษัท TPI Polyacrylate จำกัด มีสมบัติดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สมบัติพื้นฐานของโคลพอลิเมอร์ของเอทิลีนกับไวนิลอะซิเตท

Properties	Value
Melt Index 190 °C (ASTM D 1238), g/10 min	2.30
Density (ASTM D1505), g/cm ³	0.941
Tensile Stress at Yield (ASTM D618),N/mm ²	4.0
Tensile Strength at Break (ASTM D618),N/mm ²	18
Ultimate Elongation (ASTM D638), %	100
Vicat Softening Temperature (ASTM D1535),°C	58

3.1.3 ยางธรรมชาติ (Natural rubber) เป็นยางแผ่นผึ่งแห้ง (Air dry sheet, ADS) ผลิตโดยสหกรณ์บ้านควนป็นแค จ.พัทลุง ใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์

3.1.4 เทอร์ริก เอ็น30 (Teric N30) เป็นสารลดแรงตึงผิวประเภทนอนไอออนิก (non-ionic surfactant) จัดอยู่ในกลุ่ม nonylphenyl ethoxylate ผลิตโดยบริษัท Huntsman ประเทศออสเตรเลีย มีสมบัติทั่วไปแสดงดังตารางที่ 3.2

ตาราง 3.2 สมบัติของ Teric N30

Properties	Value
Water Content (%)	0.5
Hydroxyl Value (mg KOH/g)	33
Cloud point 1% solution ($^{\circ}$ C)	>100
pH	6-8
Viscosity cP@ 20 $^{\circ}$ C	1.50
Specific gravity @ 20 $^{\circ}$ C	1.006

3.1.5 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide) ใช้สำหรับเตรียมยางธรรมชาติ อีพอกไซด์ ความเข้มข้น 50 เปอร์เซ็นต์ มีสูตรโครงสร้างทางเคมี H_2O_2 ผลิตโดยบริษัท Riedel-de Hean ประเทศเยอรมัน

3.1.6 กรดฟอร์มิก (Formic acid) ใช้สำหรับเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ความเข้มข้น 94 เปอร์เซ็นต์ มีสูตรโครงสร้างทางเคมี $HCOOH$ น้ำหนักโมเลกุล 46.03 กรัมต่อโมล ผลิตโดยบริษัท Riedel-de Hean ประเทศเยอรมัน

3.1.7 เมทานอล (Methanol) ใช้สำหรับจับตัวน้ำหลังจากทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันมีสูตรโครงสร้างทางเคมี CH_3OH น้ำหนักโมเลกุล 32.04 กรัมต่อโมล จุดเดือดอยู่ระหว่าง 64-65 องศาเซลเซียส ผลิตโดยบริษัท J.T. Baker Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.8 คลอโรฟอร์ม (Chloroform) ใช้เป็นตัวทำละลายของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่ดัดแปลงโมเลกุลโดยใช้ไดบิวทิลฟอสเฟต (Dibutyl phosphate) มีสูตรโครงสร้างทางเคมี $CHCl_3$ น้ำหนักโมเลกุล 119.38 กรัมต่อโมล จุดเดือด 145 องศาเซลเซียส ผลิตโดยบริษัท J.T. Baker Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.9 เตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran, THF) ใช้เป็นตัวทำละลายยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่ดัดแปลงโมเลกุลโดยใช้ไดบิวทิลฟอสเฟต (Dibutyl phosphate) มีสูตรทางเคมี C_4H_8O ความเข้มข้น 99.8 เปอร์เซ็นต์ จุดเดือด 66.0 องศาเซลเซียส ความหนาแน่น 0.889 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ผลิตโดย Labscan asia Co., Ltd., Thailand

3.1.11 ดิวเทอเรท คลอโรฟอร์ม (Deuterated Chloroform, $CDCl_3$) ใช้เป็นตัวทำละลายของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่ดัดแปลงโมเลกุลโดยใช้ไดบิวทิลฟอสเฟต (Dibutyl phosphate) เพื่อวิเคราะห์หาหมู่ฟอสเฟตด้วยเทคนิค ^1H-NMR หาปริมาณของหมู่ฟอสเฟตที่เกาะติดบนโมเลกุลของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ มีสูตรโครงสร้างทางเคมี $CDCl_3$ ความเข้มข้น 99.5 เปอร์เซ็นต์ (analytical

grade) ผลิตโดย บริษัท Fluka Chemie ประเทศสวิสเซอร์แลนด์

3.1.10 ไดบิวทิลฟอสเฟต (Dibutyl phosphate, DBP) ใช้สำหรับดัดแปลงโมเลกุลของธรรมชาติอิพอกไซด์ มีสูตรทางเคมี $C_8H_{19}O_4P$ ความหนาแน่น 1.06 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เข้มข้น ≥ 97 เปอร์เซ็นต์ ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemie ประเทศสวิสเซอร์แลนด์

3.2 อุปกรณ์

3.2.1 ชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซด์

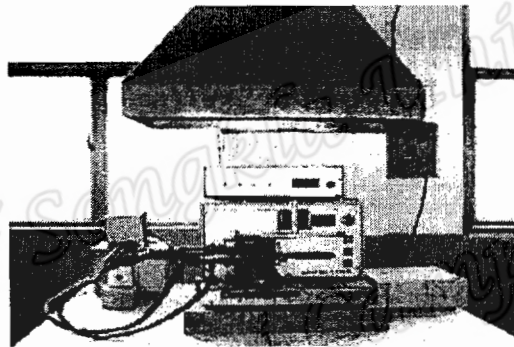
ชุดอุปกรณ์ที่ใช้เตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซด์แสดงดังรูปที่ 3.1 ประกอบด้วยภาชนะสองชั้น ชั้นนอกเป็นภาชนะอะลูมิเนียมเส้นผ่านศูนย์กลาง 51.30 เซนติเมตร สูง 28.50 เซนติเมตร สำหรับใส่น้ำเพื่อควบคุมอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาภาชนะแก้วมีความจุประมาณ 10 ลิตร พร้อมฝาปิดเจาะรูตรงกลางสำหรับใส่ ใบพัดกวนและเจาะรูด้านข้างสำหรับใส่สารเคมี อุณหภูมิของการทำปฏิกิริยาจะควบคุมโดยเครื่อง Immersion circulator ที่อุณหภูมิ $50^{\circ}C$ มีใบพัดสำหรับกวนของผสมโดยใช้ชุด Mechanical stirrer ความเร็วในการหมุนใบพัดกวนประมาณ 150 รอบต่อนาที ดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซด์

3.3.2 เครื่องผสมแบบบราเบนเดอร์ พลาสติกคอร์ดอร์ (Brabender plasticorder)

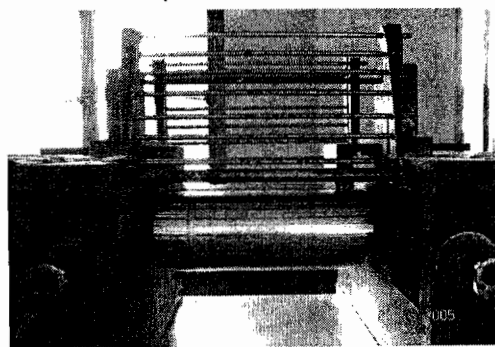
เป็นเครื่องผสมแบบปิดขนาดเล็กรุ่น PLE 331 ผลิตโดยบริษัท Brabender Ohg Duisburg ประเทศเยอรมัน ประกอบด้วยโรเตอร์ 2 ตัว มีปริมาตรความจุของห้องผสมเท่ากับ 80 cm^3 สามารถควบคุมความเร็วของโรเตอร์และอุณหภูมิขณะผสมได้ ประกอบด้วยอุปกรณ์หลักคือ เครื่องผสม (Plasti-Corder PLE 331) เครื่องผลิตน้ำมันร้อนเพื่อควบคุมอุณหภูมิห้องผสมซึ่งควบคุมความร้อนด้วยตัวควบคุมอุณหภูมิ (thermostat) ตัวเครื่องจะเชื่อมต่อกับเครื่องรับสัญญาณข้อมูล (Data acquisition system) เพื่อวัดค่าทอร์กและอุณหภูมิของการผสม เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ ซึ่งเครื่องบราเบนเดอร์ พลาสติกคอร์ดอร์จัดเป็นอุปกรณ์ประเภท Torque Rheometer โดยเครื่องจะบันทึกกราฟที่แสดงลักษณะตามการเปลี่ยนแปลงของการผสมที่สำคัญ 2 ปริมาณ คือ กราฟความสัมพันธ์ระหว่างทอร์กกับเวลา และระหว่างอุณหภูมิกับเวลา ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 เครื่องผสมแบบบราเบนเดอร์ พลาสติกคอร์ดอร์

3.2.3 เครื่องผสมยาง 2 ลูกกลิ้ง (Two roll mill)

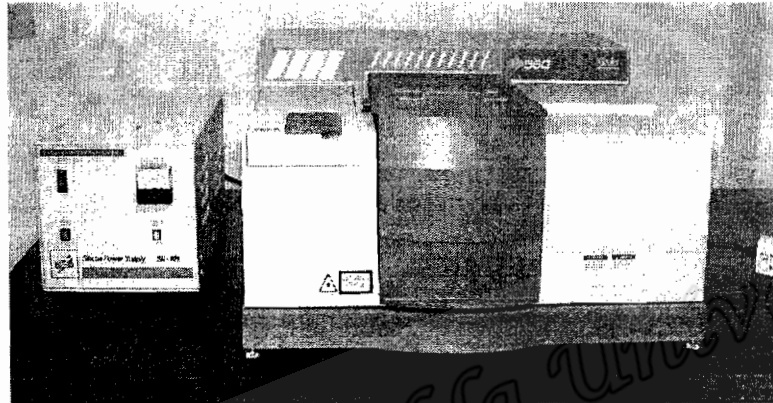
มีลูกกลิ้งขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 นิ้ว ยาว 15 นิ้ว ความเร็วผิวลูกกลิ้งหน้า 21.4 รอบ/นาที ความเร็วผิวลูกกลิ้งหลัง 25.7 รอบ/นาที อัตราส่วนความเร็วเท่ากับ 1:1.21 สามารถปรับอุณหภูมิได้ สูงสุดที่ 399 องศาเซลเซียส ผลิตโดยห้างหุ้นส่วนจำกัดชัยเจริญการช่างกรุงเทพมหานคร



รูปที่ 3.3 เครื่องผสมสองลูกกลิ้ง (Two Roll Mill)

3.2.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR)

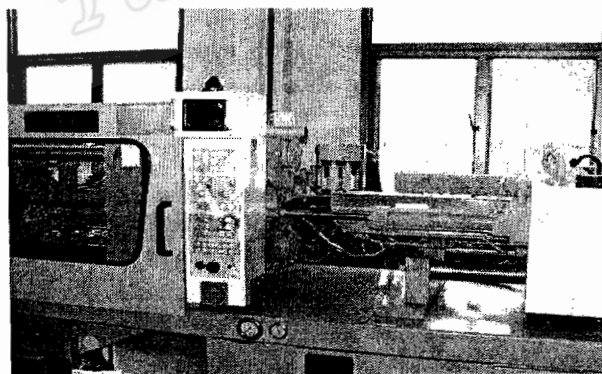
เป็นเครื่องรุ่น Omnic ESP Magna-IR 560 Spectrometer, Nicolet ผลิตโดยบริษัท Nicolet Instrument Corporation ประเทศสหรัฐอเมริกา ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของพอลิเมอร์ โดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า ในช่วงรังสีอินฟราเรดความยาวคลื่น ตั้งแต่ 0.8-200 ไมครอน ซึ่งมีเลขคลื่นที่ใช้จริงอยู่ในช่วง $4000-400\text{ cm}^{-1}$ ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

3.2.5 เครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติก (Plastic Injection Moulding Machine)

เป็นเครื่องรุ่น TII-90F ขนาด 90 ตัน ผลิตโดยบริษัท Welltec Machinery LTD ประเทศฮ่องกง ใช้สำหรับฉีดขึ้นทดสอบซึ่งเป็นเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.5

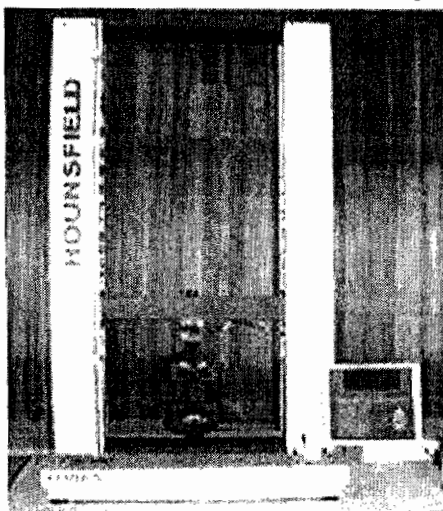


รูปที่ 3.5 เครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติก (Plastic Injection Moulding Machine)

3.2.6 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง (Tensometer)

เป็นเครื่องยี่ห้อ Hounsfield รุ่น H 10KS ผลิตโดยบริษัท Hounsfield Test Equipment ประเทศอังกฤษ ใช้วัดแรงดึง สามารถรับแรงได้สูงสุด 10 kN มี load cell ทำหน้าที่แปลงสัญญาณ

จากค่าแรงที่ได้ผ่านวงจรอิเล็กทรอนิกส์เป็นค่าแรงดึงในหน่วยนิวตัน สามารถตั้งความเร็วในการเคลื่อนที่ 0.01 ถึง 1000 มิลลิเมตรต่อนาที ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 เครื่องทดสอบแรงดึง (Tensometer)

3.2.7 เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear magnetic resonance spectrometer)

เป็นเครื่องรุ่น UNITY INOVA 500 MHz ผลิตโดยบริษัท VARIAN ประเทศเยอรมันนี้เครื่องมือประกอบด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (NMR 500 MHz) ซึ่งเป็นตัวผลิตสนามแม่เหล็กขนาด 11.74 เทสลา และ CONSOLE ซึ่งเป็นตัวผลิตคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ความถี่คลื่นวิทยุ แล้วส่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าไปยังสารที่บรรจุอยู่ใน probe เพื่อให้สารเกิดการเรโซแนนซ์ภายในเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ probe จะมีรูที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตรสำหรับใส่ตัวอย่าง โดยที่ probe จะมีตัวตรวจวัดสัญญาณติดอยู่ หลังจากนั้นสัญญาณที่เกิดขึ้นจะถูกส่งไปยัง CONSOLE อีกครั้งหนึ่งเพื่อประมวลสัญญาณที่ปล่อยออกมาและส่งสัญญาณไปยังเครื่องคอมพิวเตอร์

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมยางธรรมชาติอโฟกไซค์

การเตรียมยางธรรมชาติอโฟกไซค์โดยการใช้วิธีเปอร์ฟอร์มิกอโฟกซิเดชัน ซึ่งใช้สารเคมีดังรายละเอียดในตารางที่ 3.3 ทำโดยการนำน้ำยางชั้นชนิดแอมโมเนียสูงมาเจือจางให้มีปริมาณของเนื้อยางแห้ง (Dry rubber content, DRC) เป็น 20 เปอร์เซ็นต์ ปรับอุณหภูมิของการผสมให้ได้ 50 องศาเซลเซียส เดิมสบู Teric N30 เพื่อให้อนุภาคของน้ำยางเสถียร แล้วกวนประมาณ 30 นาที จาก

นั้น ค่อย ๆ หยดกรดฟอร์มิคจนหมด แล้วตามด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ปล่อยให้เกิดปฏิกิริยา แล้วเก็บตัวอย่างที่เวลา 0.5, 1, 1.5, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16 และ 18 ชั่วโมง ตามลำดับ แล้วจับตัวน้ำ ยางด้วยเมทานอล นำยางที่จับตัวได้ไปล้างน้ำให้สะอาดเพื่อขจัดเอาสารเคมีที่เหลือจากการทำ ปฏิกิริยาออกไป แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส จนกระทั่งยางแห้ง ไม้มีความชื้นเหลือ อยู่ หลังจากนั้นนำยางธรรมชาติอิพอกไซด์ที่แห้งแล้ว ไปละลายในคลอโรฟอร์มเพื่อวิเคราะห์หา ปริมาณหมู่อิพอกไซด์โดยใช้เครื่อง FT-IR และ $^1\text{H-NMR}$

ตารางที่ 3.3 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซด์ (Nakason *et al.*, 2001)

Chemicals	Concentration
Mol. Repeating unit of NR (l^{-1})	1.7
Hydrogen Peroxide (mol/l)	2.6
Formic acid (mol/l)	0.9
10% w/w Teric N30 (g/l)	13
Reaction DRC (%)	20

3.3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างและปริมาณหมู่อิพอกไซด์ในยางธรรมชาติอิพอกไซด์

3.3.2.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR)

นำยางธรรมชาติอิพอกไซด์ที่เตรียมได้ มาเตรียมเป็นตัวอย่างสำหรับทดสอบโดยการนำตัวอย่างยางธรรมชาติอิพอกไซด์ที่แห้งแล้วประมาณ 2 กรัม มาตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวแล้ว นำมาละลายในคลอโรฟอร์มในหลอดทดลองขนาดใหญ่ หลังจากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปทาเป็น แผ่นฟิล์มบาง ๆ บนเซลล์โพแทสเซียมโบรไมด์ ทิ้งไว้ให้สารละลายระเหยหมด หลังจากนั้นนำไป วิเคราะห์การเกาะติดของหมู่อิพอกไซด์บนโมเลกุลยางธรรมชาติด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

กำหนดหาปริมาณหมู่อิพอกไซด์ จากค่าอัตราส่วนการดูดกลืน (absorbance ratio, Ar) ของ พิศการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น (wave number) 870 ซึ่งเป็นของหมู่อิพอกไซด์ กับ 835 cm^{-1} (ค่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของพันธะ C-H ที่เกาะกับ C=C ในโมเลกุลยางธรรมชาติ) โดยเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน สามารถคำนวณค่าอัตราส่วนการดูดกลืนได้จากสมการที่ 2.1 โดยที่ a_{870} และ a_{835} เป็นการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 cm^{-1} และ 835 cm^{-1} ตามลำดับ

3.3.2.2 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (NMR)

นำยางธรรมชาติอิพอกไซค์ มาละลายในสารละลายคลอโรฟอร์ม ดีโอ (deuterated chloroform, CDCl_3) ซึ่งความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้มีค่าไม่เกิน 0.01% w/v หลังจากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$

ปริมาณของหมู่อิพอกไซค์ที่เกาะติดบนโมเลกุลของยางธรรมชาติอิพอกไซค์สามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ โดยการอินทิเกรตพื้นที่ใต้พีค สามารถคำนวณค่าร้อยละการเกิดอิพอกซิเดชันของยางธรรมชาติอิพอกไซค์ จากค่าการอินทิเกรตพื้นที่ใต้พีคที่ $A_{2.70}$ และ $A_{5.14}$ ที่ตำแหน่ง chemical shift = 2.70 และ 5.14 ตามลำดับ

3.3.3 การเตรียมยางธรรมชาติที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วยไดบิวทิลฟอสเฟตในสถานะน้ำยาง

3.3.3.1 อิทธิพลของอุณหภูมิของปฏิกิริยา

เตรียมยางธรรมชาติที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วยไดบิวทิลฟอสเฟต (DSNR) ในสถานะน้ำยางเตรียมโดยใช้น้ำยางธรรมชาติอิพอกไซค์ 20 โมลเปอร์เซ็นต์ ที่มีปริมาณเนื้อยางแห้ง (DRC) 20 เปอร์เซ็นต์ เดิมลงในปฏิกรณ์ หลังจากนั้นหยด DBP ที่มีอัตราส่วนโดยโมลของไดบิวทิลฟอสเฟตต่อหมู่อิพอกไซค์ของยางธรรมชาติอิพอกไซค์ เป็น 1:1 กวนด้วยความเร็วรอบสูงกว่า 200 rpm โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และแปรอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 30, 40, 50, 60, 70 และ 80°C หลังจากสิ้นสุดปฏิกิริยาจับตัวน้ำยางด้วยเมทานอล แล้วนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 40°C ภายใต้แรงดันสูญญากาศ นำยางที่ได้จากการทำปฏิกิริยามาทำให้บริสุทธิ์ด้วยไดคลอโรมีเทน โดยการจับตัวยางด้วยเมทานอล หลังจากนั้นนำยางที่ได้มาละลายในสารละลายไดคลอโรมีเทนเข้มข้น 98% v/v จนกระทั่งละลายเป็นของเหลวหนืด แล้วจับตัวด้วยเมทานอล ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง นำไปอบจนกระทั่งน้ำหนักของยาง คงที่ด้วยตู้อบสูญญากาศ ที่อุณหภูมิ 50°C นำยางที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์แล้ว มาละลายในสารละลายคลอโรฟอร์ม ในหลอดที่ปิดสนิท ตั้งทิ้งไว้ในที่มืด (เพื่อป้องกันการทำปฏิกิริยากับแสง) หลังจากนั้นนำพอลิเมอร์ที่ละลายด้วยคลอโรฟอร์มเป็นของเหลวหนืดไปหยดลงบนเซลล์โพแทสเซียมโบรไมด์ ทิ้งไว้ให้แห้ง จึงนำไปวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR) หลังจากนั้นนำยางที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์แล้ว แช่ในสารละลายคลอโรฟอร์ม ดีโอ (Deuterated Chloroform, CDCl_3) โดยความเข้มข้นสารละลายที่ต้องไม่เกิน 0.01% w/v แล้วนำไปวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเร

โซแนนซ์สเปกโทรสโกปี ชนิดโปรตอน ($^1\text{H-NMR}$) และวิเคราะห์ปริมาณของหมู่ไดออกซาฟอสโฟเลนที่เกาะติดบนโมเลกุลของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ โดยการอินทิเกรตพื้นที่ใต้พีคของโปรตอน สามารถคำนวณค่า โมลเปอร์เซ็นต์ของหมู่ไดออกซาฟอสโฟเลนที่เกิดขึ้นบนโมเลกุลของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ได้จากสมการที่ 3.1

$$\text{Mole\%dioxaphospholane} = \frac{A_{4.05}}{(A_{5.12} + A_{4.05})} \times 100 \quad (3.1)$$

เมื่อ $A_{5.12}$ คือ พื้นที่ใต้พีคที่ตำแหน่ง chemical shift 5.12 ppm (*cis* and *trans* isoprene units)

$A_{4.05}$ คือ พื้นที่ใต้พีคที่ตำแหน่ง chemical shift 4.05 ppm (2-hydroxy-2-oxo-1,3,2-dioxaphospholane unit)

3.3.3.2 อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยา

เตรียมยาง DSNR โดยใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาตามวิธีการทดลองที่ 3.3.3.1 แล้วทำการแปรเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 7, 10, 15 และ 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นจับตัวน้ำยางแล้วทำให้ยางบริสุทธิ์ เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.3.1 แล้ววิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี และเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี

3.3.3.3 อิทธิพลของปริมาณไดบิวทิลฟอสเฟต

เตรียมยาง DSNR โดยใช้อุณหภูมิ และเวลา ในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมตามวิธีการทดลองในหัวข้อ 3.3.3.1 และ 3.3.3.2 ตามลำดับ ทำการแปรอัตราส่วนโดยโมลระหว่างไดบิวทิลฟอสเฟตกับหมู่อีพอกไซด์ของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ เป็น 1:1, 1:0.5 และ 1:0.25 หลังจากนั้นจับตัวน้ำยางแล้วทำให้ยางบริสุทธิ์ เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.3.1 แล้ววิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี และเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี

3.3.3.4 อิทธิพลของปริมาณหมู่อีพอกไซด์

เตรียมยาง DSNR โดยใช้อุณหภูมิ, เวลา และปริมาณของไดบิวทิลฟอสเฟต ในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมตามหัวข้อ 3.3.3.1, 3.3.3.2 และ 3.3.3.3 ตามลำดับ ทำการแปรปริมาณหมู่อีพอกไซด์เป็น 10, 20, 30, 40 และ 50 โมลเปอร์เซ็นต์อีพอกไซด์ โดยเรียกยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่ดัดแปลงโมเลกุลที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วยไดบิวทิลฟอสเฟตที่เตรียมได้เป็น DSNR-10, DSNR-20, DSNR-30, DSNR-40 และ DSNR-50 หลังจากนั้นจับตัวน้ำยางแล้วทำให้ยางบริสุทธิ์ เช่นเดียวกับ

หัวข้อ 3.3.3.1 แล้ววิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี และเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี

3.3.4 การเตรียมยางธรรมชาติที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วยไดบิวทิลฟอสเฟตในสภาวะหลอม

3.3.4.1 อิทธิพลของอุณหภูมิต่อการเกิดปฏิกิริยา

เตรียม DSNR ในสภาวะหลอม โดยการเตรียมยางธรรมชาติพอกไซค์ที่มีปริมาณหมู่ไฮดรอกซิลเป็น 10 โมลเปอร์เซ็นต์พอกไซค์ แล้วนำไปทำปฏิกิริยากับไดบิวทิลฟอสเฟต โดยบดยางธรรมชาติพอกไซค์ด้วยเครื่องบราเวนเดอร์ พลาสติกอร์เดอร์ โดยแปรอุณหภูมิเป็น 50, 70, 90, 110 และ 130°C เป็นเวลา 1 นาที ความเร็วรอบของโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที (fill factor เท่ากับ 0.8) จากนั้นเติมไดบิวทิลฟอสเฟตปริมาณ 4 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของยางธรรมชาติพอกไซค์ บดต่ออีก 2 นาทีแล้วนำพอลิเมอร์ที่ได้ออกจากเครื่อง หลังจากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีการในหัวข้อ 3.3.3.1 และนำไปวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุล ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR) และเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (¹H-NMR)

3.3.4.2 อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยา

เตรียมยาง DSNR โดยใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมตามวิธีการทดลองในหัวข้อ 3.3.4.1 แล้วทำการแปรเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 1, 2, 4 และ 8 นาที หลังจากนั้นนำยาง DSNR ไปทำให้บริสุทธิ์ตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.3.1 แล้ววิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

3.3.4.3 อิทธิพลของปริมาณไดบิวทิลฟอสเฟต

เตรียมยาง DSNR โดยใช้อุณหภูมิ และเวลา ในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมตามหัวข้อ 3.3.4.1 และ 3.3.4.2 ทำการแปรปริมาณของไดบิวทิลฟอสเฟตเป็น 2, 4, 6, 8 และ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของยางธรรมชาติพอกไซค์ หลังจากนั้นนำยาง DSNR ไปทำให้บริสุทธิ์ตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.3.1 แล้ววิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

3.3.4.4 อิทธิพลของปริมาณหมู่ไฮดรอกซิล

เตรียมยาง DSNR โดยใช้อุณหภูมิ, เวลา และปริมาณของไดบิวทิลฟอสเฟต ในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมตามหัวข้อ 3.3.4.1, 3.3.4.2 และ 3.3.4.3 ทำการแปรปริมาณหมู่ไฮดรอกซิลเป็น 10, 20, 30 และ 40 โมลเปอร์เซ็นต์ และเรียกยางธรรมชาติพอกไซค์ที่ดัดแปลงโมเลกุลที่ดัดแปลง

โมเลกุลด้วยไดบิวทิลฟอสเฟตที่เตรียมได้เป็น DSNR-10, DSNR-20, DSNR-30 และ DSNR-40 หลังจากนั้นนำยาง DSNR ไปทำให้บริสุทธิ์ตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.3.1 แล้ววิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

3.3.5 การเตรียมเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์จากการเบลนด์ NR/EVA โดยใช้ DSNR เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้

เตรียมเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์โดยใช้เทคนิคการเบลนด์แบบปกติ (Simple blend) โดยการเบลนด์ยางธรรมชาติ (ADS) กับโพลีเมอร์ของเอทิลีนกับไวนิลอะซีเตต (EVA) โดยไม่ใช้สารวัลคาไนซ์ ซึ่งวัสดุทั้งสองชนิดนี้มีความเป็นขั้วที่ต่างกันทำให้จำเป็นต้องใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้เพื่อแก้ปัญหาความไม่เข้ากันระหว่างเฟสทั้งสอง ซึ่งการเติมกราฟต์โพลีเมอร์ที่มีลักษณะทางเคมีส่วนใดส่วนหนึ่งของโมเลกุลที่เหมือนหรือคล้ายกับคู่ โพลีเมอร์ที่ต้องการเบลนด์เป็นวิธีหนึ่งที่ช่วยให้คู่โพลีเมอร์ผสมเข้ากันได้ดีขึ้น ในงานวิจัยนี้เลือกใช้ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วยไดบิวทิลฟอสเฟตในสภาวะหลอม เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ของการเบลนด์ NR/EVA

3.3.5.1 อิทธิพลของชนิด DSNR ต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์

ทำการเตรียมโพลีเมอร์เบลนด์ของ NR/EVA ที่อัตราส่วน 60/40 ด้วยเครื่องบราเบนเดอร์พลาสติกอร์เดอร์ ที่อุณหภูมิ 160 °C ความเร็วรอบโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที (ใช้ fill factor เท่ากับ 0.8) โดยแปรชนิดของ DSNR ที่ใช้เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้เป็น DSNR-10, DSNR-20, DSNR-30 และ DSNR-40 ใช้ DSNR ปริมาณ 5 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของยางธรรมชาติ เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ โดยมีขั้นตอนการผสมโพลีเมอร์เบลนด์ ดังแสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 ขั้นตอนการเตรียมโพลีเมอร์เบลนด์ของ NR/EVA

Description	Blending time (min)
Mastication of DSNR and NR on two-roll mill	1
Add EVA without rotation	1
Add NR/DSNR blend	3

นำโพลีเมอร์ที่ได้ ออก ทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำมาตัดให้เป็นชิ้นเล็ก ๆ แล้วนำไปขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติกเพื่อนำไปทดสอบสมบัติต่าง ๆ ดังรายละเอียดในหัวข้อที่ 3.3.6

3.3.5.2 อิทธิพลของอุณหภูมิการผสม ต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์

ทำการเตรียมพอลิเมอร์เบลนด์ของ NR/EVA ที่อัตราส่วน 60/40 ด้วยเครื่องบราเวนเดอร์ พลาสติคอร์เดอร์ ที่ความเร็วรอบโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที (ใช้ fill factor เท่ากับ 0.8) โดยใช้ DSNR ที่ให้สมบัติในการเบลนด์ จากหัวข้อ 3.3.5.1 แล้วแปรอุณหภูมิในการเบลนด์เป็น 120, 140 และ 160°C และใช้ DSNR ปริมาณ 5% โดยน้ำหนักของยางธรรมชาติ เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ โดยมีขั้นตอนการผสมพอลิเมอร์เบลนด์ ดังแสดงในตารางที่ 3.4 นำพอลิเมอร์ที่ได้ ออก ทำให้เย็นที่ อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำมาตัดให้เป็นชิ้นเล็ก ๆ แล้วนำไปขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติกเพื่อนำไปทดสอบสมบัติต่าง ๆ ดังรายละเอียดในหัวข้อที่ 3.3.6

3.3.5.3 อิทธิพลปริมาณ DSNR ต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์

ทำการเตรียมพอลิเมอร์เบลนด์ของ NR/EVA ที่อัตราส่วน 60/40 ด้วยเครื่องบราเวนเดอร์ พลาสติคอร์เดอร์ ที่ความเร็วรอบโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที (ใช้ fill factor เท่ากับ 0.8) โดยใช้ ชนิดของ DSNR และอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเบลนด์ ตามหัวข้อ 3.3.5.1 และ 3.3.5.2 ตามลำดับ แล้วแปรปริมาณของ DSNR เป็น 0, 1, 3, 5, 7 และ 9 % โดยน้ำหนักยางธรรมชาติ โดยมีขั้นตอนการผสมพอลิเมอร์เบลนด์ ดังแสดงในตารางที่ 3.4 นำพอลิเมอร์ที่ได้ ออก ทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำมาตัดให้เป็นชิ้นเล็ก ๆ แล้วนำไปขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติกเพื่อนำไปทดสอบสมบัติต่าง ๆ ดังรายละเอียดในหัวข้อที่ 3.3.6

3.3.5.4 อิทธิพลของอัตราส่วนการเบลนด์ NR/EVA ต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์

เตรียมเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์จากการเบลนด์ของ NR/EVA ด้วยเครื่องบราเวนเดอร์ พลาสติคอร์เดอร์ ความเร็วรอบโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที (ใช้ fill factor เท่ากับ 0.8) โดยใช้ ชนิดของ DSNR, อุณหภูมิ, และปริมาณของ DSNR ที่เหมาะสมในการเบลนด์ตามหัวข้อ 3.3.5.1, 3.3.5.2 และ 3.3.5.3 ตามลำดับ แล้วแปรอัตราส่วนการเบลนด์ NR/EVA ที่อัตราส่วน 60/40, 50/50 และ 40/60 โดยมีขั้นตอนการผสมพอลิเมอร์เบลนด์ ดังแสดงในตารางที่ 3.4 นำพอลิเมอร์ที่ได้ ออก ทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำมาตัดให้เป็นชิ้นเล็กๆ โดยเครื่องตัดพลาสติกเพื่อนำไปฉีดขึ้นรูปเป็นชิ้นทดสอบ และนำไปทดสอบสมบัติต่าง ๆ ดังรายละเอียดในหัวข้อที่ 3.3.6

3.3.6 การทดสอบสมบัติเชิงกลของเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์

3.3.6.1 ทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืด

ทำการทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000) โดยใช้ชิ้นทดสอบเป็นรูปดัมเบลล์ (dumb-bell) ที่ได้จากการขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดพลาสติก ที่มีขนาดความยาว 115 มิลลิเมตร กว้าง 6 ± 0.4 มิลลิเมตร หนาไม่ต่ำกว่า 1.5 มิลลิเมตร และไม่เกิน 3 มิลลิเมตร วัดความหนา 3 จุด นำไปทดสอบด้วยเครื่อง Tensometer ที่อัตราการดึง 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อนาที รายงานผลเป็น N/mm^2 หรือ MPa ใช้สูตรคำนวณได้จากสมการ 3.2

$$\text{Tensile strength} = \frac{F}{A} \quad (3.2)$$

โดยที่ F = แรงที่ใช้ในการดึงจนชิ้นทดสอบขาด (N)

A = พื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นของชิ้นทดสอบ (mm^2)

การทดสอบความสามารถในการยืด ค่าที่ได้จากการวัด คือระยะที่ชิ้นทดสอบสามารถยืดตัวได้จนขาด รายงานผลเป็นเปอร์เซ็นต์ความสามารถในการยืดตัว คำนวณได้จากสมการ 3.

$$\text{Elongation at break (\%)} = \frac{(L-L_0)}{L_0} \times 100 \quad (3.3)$$

โดยที่ L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบเมื่อยืดจนขาด (cm)

L_0 = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ (cm)

3.3.6.2 การทดสอบความสามารถในการคืนตัว (Tension set)

การทดสอบสมบัติการเป็นอีลาสโตเมอร์เพิ่มเติมโดยการทดสอบหาค่าความสามารถในการคืนตัว ในรูปแบบของ Tension set โดยใช้มาตรฐาน ASTM D 412 (2000) โดยเตรียมชิ้นทดสอบเป็นรูปดัมเบลล์ ขนาดความยาว 115 มิลลิเมตร กว้าง 6 ± 0.4 มิลลิเมตร มีความหนาไม่ต่ำกว่า 1.5 มิลลิเมตร แต่ไม่เกิน 3 มิลลิเมตร ระยะที่ใช้วัด (gauge length) มีระยะห่าง 20 มิลลิเมตร นำชิ้นทดสอบมาจับด้วย grip เครื่อง Tensometer โดยวางตัวอย่างให้ได้แนวกลางของที่จับเพื่อให้แรงกระจายอย่างสมดุล ยืดออกด้วยความเร็ว 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อนาที จนยืดออกได้ระยะ 100% ปลดปล่อยทิ้งให้ยางยืดในระยะเวลา 10 นาที เมื่อครบกำหนดเวลา 10 นาที ปลดปล่อย grip ให้ชิ้น

ทดสอบคืนตัวกลับเข้าสู่รูปเดิม ตั้งตัวอย่างทิ้งไว้ 10 นาที แล้ววัดระยะห่างระหว่างรอยที่ขีดไว้ตั้งแต่ต้น คำนวณหา % Tension set ได้จากสมการ 3.4

$$\text{Tension set (\%)} = \frac{(L-L_0)}{L_0} \times 100 \quad (3.4)$$

โดยที่ L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบเมื่อยึดทิ้งไว้ 10 นาที (mm)

L_0 = ระยะห่างระหว่างเส้นเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ (mm)

Prince of Songkla University
Pattani Campus