

บทที่ 3

สารเคมี อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

3.1 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในการทำวิจัยครั้งนี้ได้แก่

3.1.1 ยางธรรมชาติ (natural rubber)

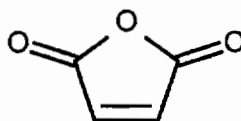
ใช้เป็นสารตั้งต้นสำหรับเตรียมกราฟต์โคพอลิเมอร์ระหว่างยางธรรมชาติกับอนุพันธ์มาลอิไมด์และใช้สำหรับเบลนดกับไนลอน6 เพื่อเตรียมเป็นเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ในงานวิจัยนี้ใช้ยางแท่งเกรด 5L (STR 5L) ผลิตโดยบริษัทถาวรอุตสาหกรรม จำกัด จ.สงขลา

3.1.2 พอลิเอไมด์6 (polyamide6: PA-6)

มีชื่อทางการค้า 1022B เป็นเกรดเอ็กซ์ทราด มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาวขุ่น มีจุดหลอมเหลว 215-225°C ความถ่วงจำเพาะ 1.12-1.14 Water Absorbtion (24 hr) 1.8%, Elongation at Break > 200%, Flexural Modulus at 23°C 7,000 kg.f/cm², Impact Strength 50 J.m⁻¹ (at 23°C), Tensile Strength > 700 kg.f/cm² ผลิตโดยบริษัท UBE Industries

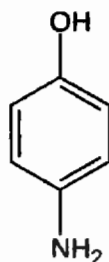
3.1.3 มาลอิิกแอนไฮไดรด์ (maleic anhydride: C₄H₂O₃)

ใช้ในการเตรียม HPM และใช้ในการเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้สำหรับการเตรียมพอลิเมอร์เบลนดระหว่างยางธรรมชาติดัดแปลง โมเลกุลเบลนดกับไนลอน6 เป็นชนิดเกรดวิเคราะห์ (AR-Grade) มีความบริสุทธิ์ 98.0% ลักษณะเป็นเกล็ด สีขาวขุ่น จุดหลอมเหลวอยู่ในช่วง 52-54°C ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemical ประเทศสวิสเซอร์แลนด์ มีสูตร โครงสร้างโมเลกุลดังนี้



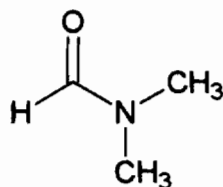
3.1.4 พาราอะมิโนฟีนอล (*p*-aminophenol: C₆H₇NO)

ใช้ในการเตรียม HPM มีลักษณะเป็นผงสีขาว เป็นชนิด HPLC-Grade มีความบริสุทธิ์ 98.0% น้ำหนักโมเลกุล 109.30 กรัมต่อโมล มีช่วงของจุดหลอมเหลว 188-190°C ความหนาแน่นเท่ากับ 1.13 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemica ประเทศสวิตเซอร์แลนด์ มีสูตรโครงสร้างดังนี้



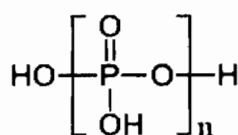
3.1.5 เอ็น เอ็น ไดเมทิลฟอร์มามิด (N,N-dimethylformamide: C₃H₇NO)

ใช้เป็นตัวทำละลายในการเตรียม HPM เป็นชนิดเกรดวิเคราะห์ (AR-grade) มีความบริสุทธิ์ 98.0% น้ำหนักโมเลกุล 73.09 กรัมต่อโมล จุดเดือดเท่ากับ 153°C ความหนาแน่นเท่ากับ 0.944 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemica ประเทศสวิตเซอร์แลนด์ มีสูตรโครงสร้างดังนี้



3.1.6 กรดพอลิฟอสฟอริก (polyphosphoric Acid: H_{n+2}P_nO_{3n+1})

ใช้ในการเตรียม HPM เป็นชนิดเกรดวิเคราะห์ (AR-grade) มีความบริสุทธิ์ 98.0% ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศเยอรมัน มีสูตรโครงสร้างโมเลกุลดังนี้



3.1.7 ไอโซโพรพานอล (isopropanol: C₃H₈O)

ใช้ในการตกผลึก HPM ให้มีความบริสุทธิ์ เป็นชนิดเกรดวิเคราะห์ (AR-grade) มีความบริสุทธิ์ 99.7% น้ำหนักโมเลกุล 60.10 กรัมต่อโมล จุดเดือดเท่ากับ 82.3°C ผลิตโดยบริษัท BDH Chemical ประเทศอังกฤษ

3.1.8 คลอโรฟอร์ม (chloroform)

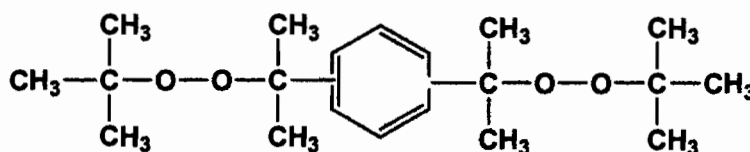
ใช้เป็นตัวทำละลายยางธรรมชาติดัดแปลงโมเลกุลด้วย HPM เพื่อทดสอบเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี มีสูตรโครงสร้างคือ CHCl₃ น้ำหนักโมเลกุล 119.38 กรัมต่อโมล ชนิดเกรดวิเคราะห์ (AR-grade) จุดเดือดเท่ากับ 145°C ผลิตโดยบริษัท J.T Baker ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.9 เมทานอล (methanol)

ใช้สำหรับจับตัวน้ำหลังจากที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วย HPM มีสถานะเป็นของเหลว สูตรโมเลกุล คือ CH₄O น้ำหนักโมเลกุล 32.05 กรัมต่อโมล ความหนาแน่น 0.7918 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จุดเดือด 64.7°C ผลิตโดยบริษัท J.T Baker ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.10 Bis(tert-butyl peroxyisopropyl) benzene

มีชื่อทางการค้าว่า Perkadox 14 ผลิตโดยบริษัท Akzo Noble Chemical ประเทศเนเธอร์แลนด์ มีลักษณะเป็นเม็ดสีขาวประกอบด้วย 40% whiting carrier มี half life ที่ 180°C เท่ากับ 2.5 นาที ใช้เป็นสารริเริ่มปฏิกิริยาการกราฟต์มาลิกแอนไฮโดรคาร์บอนยางธรรมชาติเบลนค์กับไนลอน 6 มีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังนี้



3.1.11 กรดฟอร์มิก (formic acid) เข้มข้น 94%

มีสถานะเป็นของเหลว ใช้เป็นตัวทำละลายในการสกัดเฟสพลาสติกออกจาก TPE ในขั้นตอนการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์เบลนค์ด้วยเทคนิค SEM มีสูตรโครงสร้างทางเคมี HCOOH น้ำหนักโมเลกุล 46.03 กรัมต่อโมล ผลิตโดยบริษัท Ried-De Haen ประเทศเยอรมัน

3.1.12 น้ำมันเครื่อง 4 จังหวะ (engine oil)

เป็นน้ำมันเครื่องสำหรับเครื่องยนต์เบนซินใช้สำหรับทดสอบความทนทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบสชนิดผลิตโดยบริษัท น้ำมันอะพอลโล ประเทศไทย

3.1.13 น้ำมันเบนซิน (gasoline)

เป็นน้ำมันที่มีค่าออกเทนเท่ากับ 91 ใช้สำหรับทดสอบความทนทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบสชนิดผลิตโดยบริษัท ปิโตรเลียมแห่งประเทศไทย จำกัด (มหาชน) ประเทศไทย

3.1.14 ไอโซออกเทน (*iso octane*)

ใช้สำหรับการทดสอบความทนทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบสชนิดผลิตโดยบริษัท Lab Scan Asia Co., Ltd ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์

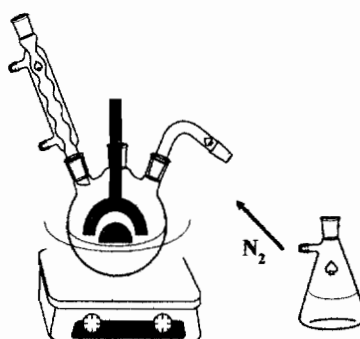
3.1.15 โทลูอิน (toluene)

ใช้ผสมกับไอโซออกเทนสำหรับการทดสอบหาความต้านทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบสชนิดจุดเดือดเท่ากับ 111°C ผลิตโดยบริษัท Lab Scan Asia Co., Ltd ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์

3.2 อุปกรณ์

3.2.1 ชุดอุปกรณ์สังเคราะห์สาร และทำให้สารบริสุทธิ์

ชุดอุปกรณ์ที่ใช้ประกอบด้วย ขวดก้นกลมขนาด 250 และ 500 มิลลิลิตร, คอนเดนเซอร์, เทอร์โมมิเตอร์, เครื่องให้ความร้อนพร้อมกวนด้วยแม่เหล็ก, อ่างน้ำมัน, ก๊าซไนโตรเจน และชุดเครื่องแก้วพื้นฐานอื่น ๆ



ภาพที่ 3.1 ชุดอุปกรณ์สังเคราะห์สาร

3.2.2 เครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง

เครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่งที่ใช้เป็นยี่ห้อ LIBBER รุ่น AGE-120 สามารถชั่งน้ำหนักได้สูงสุดเท่ากับ 120 กรัม ผลิตโดยบริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น

3.2.3 ตู้อบแบบผ่านอากาศ

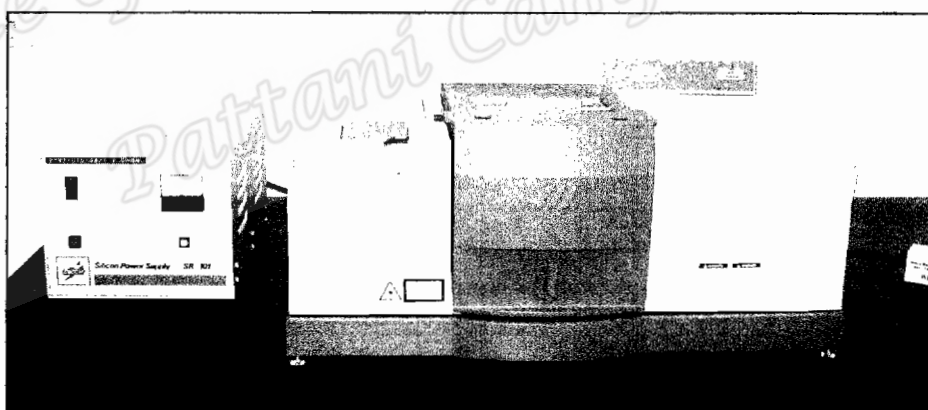
ตู้อบแบบผ่านอากาศผลิตโดยบริษัท MEMMERT ประเทศเยอรมัน ขนาด 40x60x48 ลูกบาศก์เซนติเมตร มีพัดลมช่วยในการไหลเวียนของอากาศ ตั้งค่าอุณหภูมิได้สูงสุด 230°C

3.2.4 ไมโครมิเตอร์

ใช้วัดความหนาของชั้นทดสอบ เครื่องหมายการค้า Mitutoyo ประเทศญี่ปุ่น สามารถวัดได้ละเอียด 0.01 mm

3.2.5 ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ใช้ในการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน โครงสร้างโมเลกุลของพอลิเมอร์ โดยใช้รังสีแม่เหล็กไฟฟ้า ในช่วงรังสีอินฟราเรดความยาวคลื่นตั้งแต่ 2.5-25 ไมโครเมตร (เลขคลื่นอยู่ในช่วง 4000-400 cm^{-1}) เป็นเครื่องรุ่น Omnic ESP Magna-IR 560 Spectrometer, Nicolet ผลิตโดยบริษัท Nicolet Instrument Corporation ประเทศสหรัฐอเมริกา ลักษณะของเครื่องแสดงดังในภาพที่ 3.2

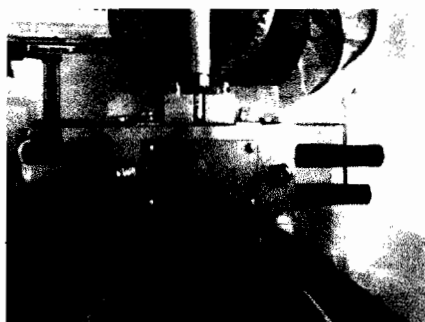


ภาพที่ 3.2 ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FTIR)

3.2.6 เครื่องผสมแบบปิด

เป็นเครื่องผสมแบบปิดที่ประกอบด้วยโรเตอร์ 2 ตัว มีปริมาตรความจุของห้องผสมเท่ากับ 500 cm^3 สามารถควบคุมความเร็วของโรเตอร์และอุณหภูมิขณะผสมได้ ประกอบด้วยอุปกรณ์หลักคือ ห้องผสม และชุดให้ความร้อนแบบใช้ไฟฟ้าเพื่อควบคุมอุณหภูมิห้องผสมด้วยตัวควบคุม

อุณหภูมิ (thermostat) เป็นเครื่องมือสำหรับใช้เตรียมเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ สามารถบันทึกค่าเทอร์กของการผสมได้ ผลิตโดยบริษัท เจริญทัศน์ จำกัด ประเทศไทย ลักษณะเครื่องแสดงดังในภาพที่ 3.3



(ก) ลักษณะภายนอกของเครื่อง



(ข) ลักษณะ โรเตอร์และห้องเสื่อของเครื่อง

ภาพที่ 3.3 เครื่องผสมแบบปิด (internal mixer)

3.2.7 เครื่องบดพลาสติก

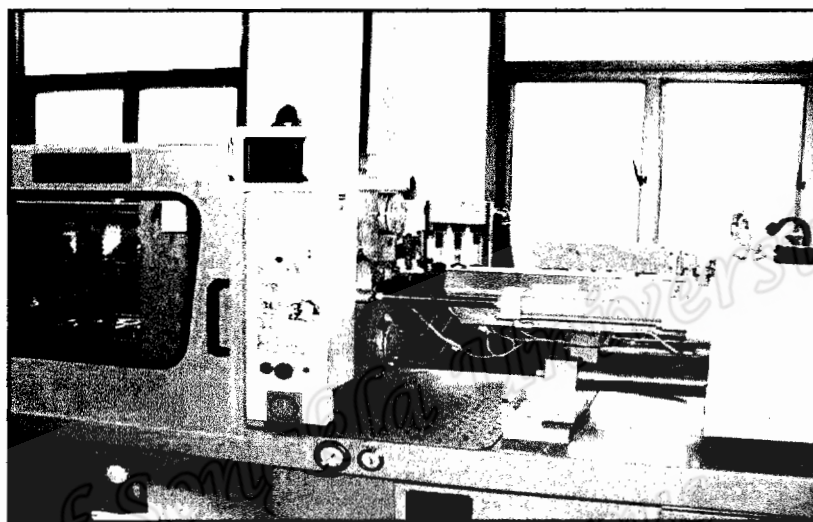
ใช้เป็นเครื่องบดเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ที่เตรียมได้ให้มีลักษณะเป็นเม็ดเล็กเพื่อความสะดวกในการขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติกต่อไป ผลิตโดยบริษัท Bosco Engineering ประเทศไทย ลักษณะของเครื่องแสดงดังภาพที่ 3.4



ภาพที่ 3.4 เครื่องบดพลาสติก

3.2.8 เครื่องฉีกเทอร์โมพลาสติก

เป็นเครื่องรุ่น TII-90F ผลิตโดยบริษัท Welltec Machinery LTD ประเทศฮ่องกง ขนาดแรง
 ปิดเบ้า (clamping force) 90 ตัน ใช้สำหรับฉีกชิ้นทดสอบซึ่งเป็นเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์
 ลักษณะของเครื่องแสดงดังในภาพที่ 3.5



ภาพที่ 3.5 เครื่องฉีกเทอร์โมพลาสติก

3.2.9 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง

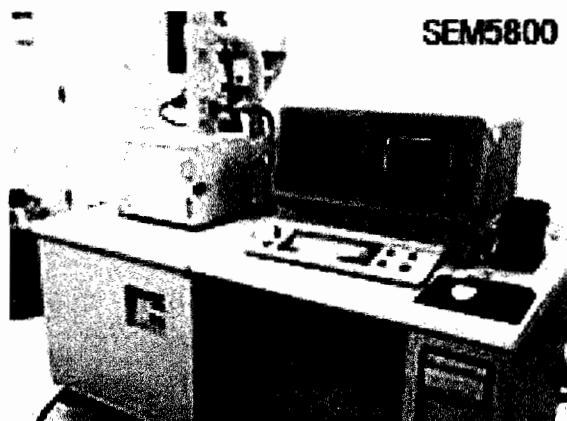
เป็นเครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง ผลิตโดยบริษัท Hounsfield Test Equipment
 ประเทศอังกฤษ เป็นเครื่องที่ใช้วัดแรงกดหรือแรงดึง สามารถรับแรงได้สูงสุด 10 kN มี load cell ทำ
 หน้าที่แปลงสัญญาณจากค่าแรงที่ได้ผ่านวงจรอิเล็กทรอนิกส์ เป็นค่าแรงดึงหรือแรงกดในหน่วย
 นิวตัน สามารถตั้งความเร็วในการเคลื่อนที่ 0.01 ถึง 1000 มิลลิเมตรต่อนาที ลักษณะของเครื่อง
 แสดงดังภาพที่ 3.6



ภาพที่ 3.6 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง

3.2.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน

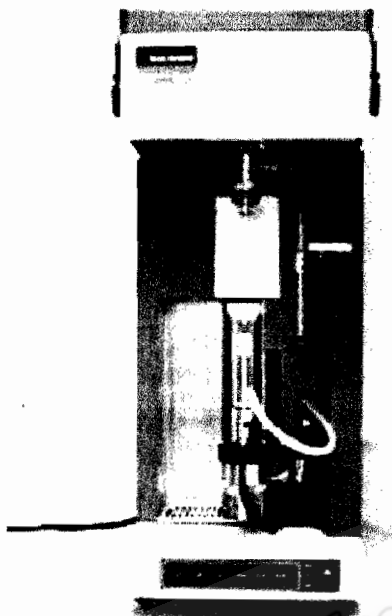
ใช้ในการศึกษาสมบัติด้านสัณฐานวิทยา เพื่อดูการกระจายตัวของพอลิเมอร์ชนิดต่าง ๆ ในพอลิเมอร์เบลนด์ เป็นเครื่องยี่ห้อ/รุ่น JEOL JSM-5800 LV (SEM5800) ติดตั้ง Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer (EDX) ของ Oxford ใช้ถ่ายภาพโครงสร้างพื้นผิวภายนอกของวัสดุต่างๆ สามารถขยายสูงสุดถึง 300,000 เท่า สามารถตรวจหาสิ่งผิดปกติบนชิ้นงาน วิเคราะห์หาชนิดและปริมาณของธาตุในวัสดุ และแสดงแผนภาพการกระจายของธาตุชนิดต่าง ๆ ในวัสดุ วิเคราะห์ตัวอย่างประเภทวัสดุต่าง ๆ ทางโลหะ เซรามิกส์ พอลิเมอร์ เซลล์พืช เซลล์สัตว์ และสามารถดูตัวอย่างที่มีความชื้นต่ำ ๆ ได้ ส่วนประกอบของเครื่องประกอบด้วย แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) ระบบเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (electro magnetic lens) หัวคักจับสัญญาณ (signal detectors) ลักษณะของเครื่องแสดงดังภาพ 3.7



ภาพที่ 3.7 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (SEM)

3.2.11 เครื่องวิเคราะห์สมบัติความเสถียรต่อความร้อน

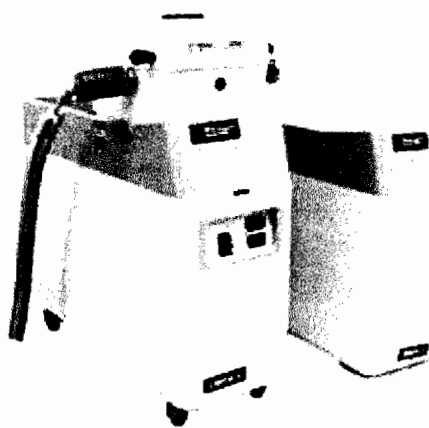
เป็นเครื่องยี่ห้อ/รุ่น Perkin Elmer TGA7 ใช้วิเคราะห์หาปริมาณน้ำหนักที่หายไป เนื่องจากการสลายตัวขององค์ประกอบในสารตัวอย่าง เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในช่วง 50 ถึง 1300 °C สามารถทดสอบได้ทั้งสภาวะบรรยากาศออกซิเจนและไนโตรเจน โดยสภาวะบรรยากาศออกซิเจน เป็นการสลายตัวที่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันภายใต้ความร้อน (thermooxidative degradation) ส่วนสภาวะบรรยากาศไนโตรเจน เป็นการสลายตัวของตัวที่มีผลมาจากความร้อน (thermal degradation) วัสดุต่างๆ ที่ศึกษาได้แก่ ดิน ยาง ไม้ เซรามิกส์ พลาสติก เป็นต้น ลักษณะของเครื่องแสดงดังในภาพที่ 3.8



ภาพที่ 3.8 เครื่องวิเคราะห์ความเสถียรต่อความร้อน (TGA)

3.2.12 เครื่องวิเคราะห์สมบัติเชิงกลแบบพลวัต

เป็นเครื่องยี่ห้อ/รุ่น Rheometric Scientific DMTA V ใช้วิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของวัสดุที่สัมพันธ์กับอุณหภูมิและเวลา เช่น glass transition, temperature, storage modulus, loss modulus และ tangent delta สามารถวิเคราะห์สมบัติเชิงกลพลวัตของพอลิเมอร์ในรูปแบบต่าง ๆ เช่น การดึง (tension) การโค้งงอ (bending) การอัด (compression) และการเฉือน (shear) ในช่วงอุณหภูมิ -150 ถึง 500°C สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างประเภทวัสดุพลาสติก พอลิเมอร์ ยาง เป็นต้น ลักษณะของเครื่องแสดงดังภาพที่ 3.9



ภาพที่ 3.9 เครื่องวิเคราะห์สมบัติพลวัตเชิงกล (DMTA)

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียม เอ็น-(4-ไฮดรอกซีฟีนิล)มาลิอิมด์ (HPM)

นำมาลิอิกแอนไฮไดรด์ 21 g ละลายในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (DMF) ปริมาตร 25 ml จากนั้นเติมพาราอะมิโนฟีนอล 24 g ตามด้วยการเติมกรดพอลิฟอสฟอริก (PPA) 10 g พร้อมทั้งกวนตลอดเวลา รีฟลักซ์ขณะกวนผสมกันภายใต้สถานะไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 80°C ใช้เวลาในการกวนผสม 2 ชั่วโมง จนเกิดเป็นสารละลายสีส้ม จากนั้นทำการแยกผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยการเทสารละลายดังกล่าวลงในน้ำเย็นเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ตกตะกอนเป็นผลึกแยกตัวออกมา ได้ผลิตภัณฑ์เป็นผลึกสีส้ม นำมาอบด้วยตู้อบสุญญากาศที่ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำสารที่ได้มาทำให้บริสุทธิ์โดยการตกผลึกซ้ำด้วยไอโซโพรพานอล และนำไปอบให้แห้งด้วยตู้อบสุญญากาศที่ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.3.2 การเตรียมกราฟต์โคพอลิเมอร์ของยางธรรมชาติกับ HPM (NR-g-HPM)

3.3.2.1 อิทธิพลของปริมาณ HPM ต่อกราฟต์โคพอลิเมอร์ นำยางแท่ง STR 5L ริดเป็นแผ่นบาง ๆ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้ยางไม่มีความชื้น จากนั้นนำไปบดในเครื่องผสมแบบปิดด้วยความเร็วโรเตอร์ 60 rpm ที่อุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 2 นาที จากนั้นเติม HPM 2 phr แล้วบดต่อเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำยางออกมาทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ทำการทดลองเช่นเดียวกัน โดยแปรปริมาณ HPM ที่ 4, 6, 8 และ 10 phr นำยางที่ผ่านการกราฟต์โคพอลิเมอร์ไรซ์ไปทำให้บริสุทธิ์และทดสอบหาปริมาณเจล นำไปวิเคราะห์การเกาะติดของ HPM บนโมเลกุลยางธรรมชาติด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

3.3.2.2 อิทธิพลของอุณหภูมิต่อปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์ไรซ์ นำยางแท่ง STR 5L ริดเป็นแผ่นบาง ๆ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้ยางไม่มีความชื้น จากนั้นนำไปบดในเครื่องผสมแบบปิดด้วยความเร็วโรเตอร์ 60 rpm ที่อุณหภูมิ 170°C เป็นเวลา 2 นาที จากนั้นเติม HPM ที่ได้จากการแปรปริมาณที่เหมาะสมในหัวข้อ 3.3.2.1 แล้วบดต่อเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำยางออกมาทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ทำการทดลองเช่นเดียวกัน โดยแปรอุณหภูมิการทำปฏิกิริยาที่ 180, 190, 200 และ 210°C นำยางที่ผ่านการกราฟต์โคพอลิเมอร์ไรซ์ไปทำให้บริสุทธิ์และทดสอบหาปริมาณเจล แล้วนำไปวิเคราะห์การเกาะติดของ HPM บนโมเลกุลยางธรรมชาติด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

3.3.3 การวิเคราะห์การเกาะติดของ HPM บนโมเลกุลยางธรรมชาติ

3.3.3.1 การเตรียมกราฟต์โคพอลิเมอร์ให้บริสุทธิ์ การเตรียมกราฟต์โคพอลิเมอร์ให้บริสุทธิ์ทำได้โดยการนำยางที่ผ่านการกราฟต์โคพอลิเมอร์ไรซ์ มากำจัดมอนอเมอร์ที่ไม่เกิดปฏิกิริยา และ โซโมพอลิเมอร์ที่เกิดจากการพอลิเมอร์ไรซ์ของมอนอเมอร์

หรือสารปนเปื้อนอื่น ๆ ออก เพื่อให้เหลือแต่กราฟต์โคพอลิเมอร์ที่ต้องการ ทำได้โดยนำยางที่ผ่านการทำปฏิกิริยาตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ 3 g แล้วนำไปละลายด้วยโทลูอีนในปริมาตร 100 ml เป็นเวลา 48-72 ชั่วโมง หรือจนยางละลายหมด กวนทุก ๆ 12 ชั่วโมง เป็นเวลา 5-10 นาที (ถ้าละลายไม่หมด แสดงว่าเกิดการเจล จะต้องทำการกรองแยกส่วนที่ไม่ละลายออก เพื่อหาปริมาณเจลที่เกิดขึ้นตามสมการ 3.1) โดยทิ้งยางส่วนที่ละลายให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำสารละลายยางจับตัวด้วยเอทานอล ล้างด้วยเอทานอลซ้ำอีก 3 ครั้ง ทำให้เป็นแผ่นบาง ๆ แล้วอบด้วยตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำยางที่ได้ไปวิเคราะห์การเกาะติดของ HPM บนโมเลกุลยางธรรมชาติด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี นำยางส่วนที่ไม่ละลายในโทลูอีนมาหาปริมาณการเจล โดยนำยางไปอบที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วนำมาชั่งน้ำหนัก เพื่อดำเนินหาปริมาณการเจลดังนี้

$$\text{ปริมาณเจล (\%)} = (\text{น้ำหนักยางที่ไม่ละลาย} / \text{น้ำหนักยางที่นำมาละลาย}) \times 100 \quad (3.1)$$

3.3.3.2 การวิเคราะห์การเกาะติดของ HPM บนโมเลกุลยางธรรมชาติ นำกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ 0.3 กรัม ละลายด้วยคลอโรฟอร์มปริมาตร 10 มิลลิลิตร ในภาชนะปิด ตั้งทิ้งไว้ในที่มีดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง เพื่อป้องกันการทำปฏิกิริยากับแสงจากนั้นนำสารละลายที่ได้หยดลงบนผลึกโบรไมด์ กำจัดตัวทำละลายด้วยการเป่าลมให้ระเหยออก แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ในช่วงเลขคลื่น 400–4000 cm^{-1}

3.3.4 การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนของยางธรรมชาติกราฟต์ด้วย HPM

นำยางธรรมชาติที่กราฟต์ด้วย HPM มาทำการศึกษาสมบัติเชิงความร้อนและความต้านทานต่อการออกซิเดชัน โดยเทคนิค TGA การทดสอบกระทำภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน อัตราการไหลของก๊าซเท่ากับ 20 ml/min ทดสอบที่อุณหภูมิ 50-800°C อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 10°C/min และบันทึกการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักในระหว่างการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ

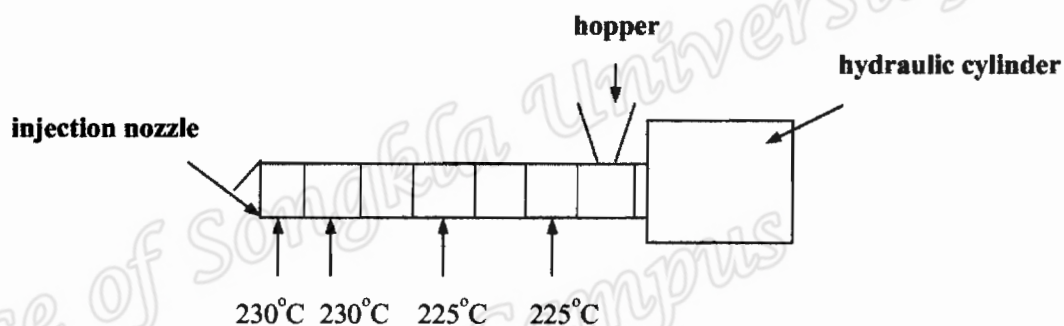
3.3.5 การเตรียมพอลิเมอร์เบลนด์โดยกระบวนการรีแอกทีฟเบลนด์

เตรียมพอลิเมอร์เบลนด์โดยกระบวนการรีแอกทีฟเบลนด์จากการเบลนด์ยางธรรมชาติตัดแปลงโมเลกุลด้วย HPM กับไนลอน 6 โดยแปรอัตราส่วนการเบลนด์ NR-g-HPM/PA6 ที่ 50/50 40/60 และ 30/70 โดยใช้ระบบ simple blends และ reactive blends นำยางกราฟต์โคพอลิเมอร์มาเบลนด์กับไนลอน 6 ในเครื่องผสมแบบปิดด้วยความเร็วโรเตอร์ 60 rpm ใช้ fill factor เท่ากับ 0.70 โดยแปรสารเพิ่มความเข้ากันได้ที่ระดับ 0.5 และ 1% โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ทั้งหมด เต็ม Perkadox 14 ที่ 0.1 phr เพื่อเป็นสารริเริ่มในการกราฟต์มาลิกแอนไฮโดรคาร์บอนยางธรรมชาติ

ตัดแปลง โดยแปรอุณหภูมิเบลดนค์ที่ 230 240 และ 250°C ใช้เวลาในการบดผสม 12 นาที จากนั้นนำออกมาทำให้เย็นด้วยอุณหภูมิห้อง ตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องตัดพลาสติก ทำการขึ้นรูปชิ้นทดสอบ โดยใช้เครื่องฉีดพลาสติก ทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงพลวัต ลักษณะพื้นฐานวิทยา และสมบัติเชิงความร้อน

3.3.6 การเตรียมชิ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติก

ตั้งอุณหภูมิที่ตำแหน่งต่างๆของเครื่องแสดงดังในภาพที่ 3.10 โดยทำการฉีดขึ้นรูปชิ้นทดสอบรูปคัมเบลและแสดงค่าต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.1



ภาพที่ 3.10 การตั้งอุณหภูมิที่ใช้ในการฉีด

ตารางที่ 3.1 การตั้งค่าของเครื่องฉีด

Pressure		Speed		Stroke	
ปิดพิมพ์	110	ปิดพิมพ์	20	กำลังถอยสกรู	500
ปิดพิมพ์กำลังต่ำ	80	ปิดพิมพ์กำลังต่ำ	20	ฉีดสุด	50
ปิดพิมพ์กำลังสูง	100	ปิดพิมพ์กำลังสูง	15	เปิดพิมพ์สุด	3000
เปิดพิมพ์	100	เปิดพิมพ์ช้า	15	เปิดพิมพ์ช้า	2000
เปิดพิมพ์ 1	100	เปิดพิมพ์เร็ว	20	เปิดพิมพ์กำลังต่ำ	1000
เปิดพิมพ์ 2	100	เปิดพิมพ์ช้า 2	15	เปิดพิมพ์เร็ว	200
ฉีดจังหวะ 1	115	เคลื่อนแท่นฉีด	8		
ฉีดจังหวะ 2	110	ตั้งพิมพ์	40		
ฉีดแช่	120	ฉีดจังหวะ 1	65		
หมุนสกรู	45	ฉีดจังหวะ 2	55		
กระตุกสกรู	5	ฉีดแช่	100		
เคลื่อนแท่นฉีด	8	หมุนสกรู	90		
กระทุ้ง	40	กระตุกสกรู	10		
คลายเกลียว	16	ความเร็วกระทุ้ง	5		
ตั้งพิมพ์	60	คลายเกลียว	0		
		เคลื่อนพิมพ์ช้า	2		

3.3.7 การทดสอบสมบัติต่างๆ

3.3.7.1 การทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (tensile strength) ทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000) โดยขึ้นทดสอบเป็นรูปดัมเบลล์ (dumb-bell) ขนาดความยาว 115 มิลลิเมตร กว้าง 6 ± 0.4 มิลลิเมตร หนาไม่ต่ำกว่า 1.5 มิลลิเมตร และไม่เกิน 3 มิลลิเมตร วัดความหนา 3 จุด นำไปทดสอบด้วยเครื่องเทนโซมิเตอร์ ที่อัตราการดึง 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อนาที รายงานผลเป็น N/mm^2 หรือ MPa ใช้สูตรคำนวณดังนี้

$$\text{True stress (N/mm}^2 \text{ or MPa)} = \frac{F(t)}{A(t)} \quad (3.2)$$

โดยที่ F = แรงที่ใช้ในการดึงจนชิ้นทดสอบขาด (N)

A = พื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นของชิ้นทดสอบ (mm^2)

3.3.7.2 การทดสอบความสามารถในการยืดจนขาด (elongation at break) การทดสอบจะทำการทดสอบเหมือนการทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงตามหัวข้อ 3.3.5.3 ค่าที่ได้จะวัดโดยการอ่านระยะที่ชิ้นทดสอบสามารถยืดตัวได้จนขาด รายงานผลเป็น%ความสามารถในการยืดตัว จำนวนได้จากสมการดังนี้

$$\text{Elongation at Break (\%)} = \left[\frac{(L - L_0)}{L_0} \right] \times 100 \quad (3.3)$$

โดยที่ L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบเมื่อยืดจนขาด (cm)

L_0 = ระยะห่างระหว่างเส้นเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ (cm)

3.3.7.3 การทดสอบสมบัติเชิงกลแบบพลวัตด้วยเครื่อง DMTA โหมดการทดสอบที่ใช้งานคือ dual cantilever ความถี่ 1 Hz อุณหภูมิตั้งแต่ -100 ถึง 200°C อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ $5^\circ\text{C}/\text{min}$ โดยเครื่องจะรายงานออกมาเป็นค่ามอดูลัสที่เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิและค่า $\tan \delta$ ที่เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิ

3.3.7.4 การทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลาย (solvent resistance) ทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลาย โดยนำชิ้นทดสอบมาทำการทดสอบการบวมพองในตัวทำละลายผสมระหว่างน้ำมันเบนซินกับโทลูอินในอัตราส่วน 50/50 น้ำมันดีเซล และน้ำมันเครื่อง โดยจะทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D471-98 โดยนำชิ้นทดสอบมาตัดเป็นสี่เหลี่ยมจัตุรัสให้มีความกว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 1 เซนติเมตร มีความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร ชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบละเอียด 0.0001 กรัม แฉในตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ประมาณ 30 มิลลิลิตร ซึ่งบรรจุในบีกเกอร์ ปิดภาชนะให้มิดชิด ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 166 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นทดสอบมาชั่งน้ำหนักอีกครั้ง คำนวณหาเปอร์เซ็นต์การบวมพองเช่นเดียวกันกับสมการที่ 3.4

$$\text{Swelling (\%)} = \left(\frac{W_s - W_o}{W_o} \right) \times 100 \quad (3.4)$$

โดยที่ W_s = น้ำหนักของชิ้นทดสอบหลังแช่ในตัวทำละลาย (กรัม)

W_o = น้ำหนักของชิ้นทดสอบก่อนแช่ในตัวทำละลาย (กรัม)

3.3.7.5 การวิเคราะห์ลักษณะทางด้านสัณฐานวิทยา (morphological properties)

การทดสอบลักษณะทางด้านสัณฐานวิทยาโดยการทำให้ชิ้นตัวอย่างแตกหักในไนโตรเจนเหลว เพื่อให้ได้ผิวทดสอบใหม่ หลังจากนั้นทำการละลายเฟสพลาสติกออก โดยต้มในกรดฟอร์มิก ที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 15 วินาที แล้วทำการเคลือบด้วยทองคำโดยนำตัวอย่างวางในเครื่องสำหรับเคลือบทองคำภายใต้สุญญากาศ ปลดปล่อยก๊าซอาร์กอน (Ar) เข้ามาและปรับกระแสไฟฟ้า ก๊าซจะเกิดแตกตัวเป็นอิเล็กตรอนวิ่งไปชนแผ่นทองคำและลงมาเคลือบที่ชิ้นตัวอย่าง แล้วส่องชิ้นตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน ที่กำลังขยาย 600 1500 และ 3000 เท่า เพื่อสังเกตลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์เบลนด์

3.3.7.6 การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน (thermal analysis) ทำโดยการนำชิ้น

ตัวอย่างที่มีน้ำหนักอยู่ในช่วง 7 ถึง 12 มิลลิกรัม อัตราการไหลของก๊าซเท่ากับ 20 ml/min ทดสอบที่อุณหภูมิ $50\text{-}800^{\circ}\text{C}$ อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 10°C/min โดยวิเคราะห์สถานะก๊าซไนโตรเจน โดยให้ค่าอุณหภูมิการสลายตัวและเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักการสลายตัวของชิ้นตัวอย่าง