บทที่ 3

วิธีการวิจัย

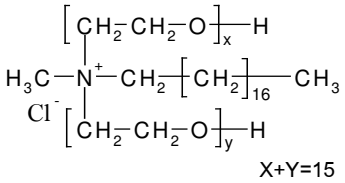
3.1 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองประกอบด้วย

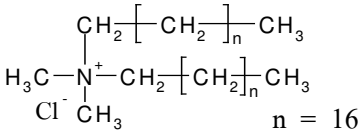
1. พอลิซัลโฟน (Udel® P-1700) จำหน่ายโดยบริษัท Solvay Advanced Polymers, L.LC. น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยเชิงจำนวน ($\overline{M}_n$) เท่ากับ 18,500 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยเชิงน้ำหนัก ($\overline{M}_w$) เท่ากับ 66,000 อุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (T_g) เท่ากับ 188°C และความหนาแน่นเท่ากับ 1.24 g/cm^3

2. สารลดแรงตึงผิว ผลิตโดยบริษัท Akzo Nobel มี 2 ชนิด คือ

2.1 เมทิลพอลิออกซีเอทิลีน (15) ออกตะเดกคะนะแอมโมเนียมคลอไรด์ (methyl polyoxyethylene (15) octadecanammonium chloride) น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 979.5 g/mol ใช้สำหรับการเตรียมดินเหนียวปรับสภาพชนิด B และมีสูตรโครงสร้างดังนี้



2.2 ไดออกตะเดกซิล ไดเมทิล แอมโมเนียมคลอไรด์ (dioctadecyl dimethyl ammonium chloride) น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 573.0 g/mol ใช้สำหรับการเตรียมดินเหนียวปรับสภาพชนิด BA และมีสูตรโครงสร้างดังนี้



3. ดินเหนียวเบนโทไนท์ (bentonite - clay) ผลิตโดยบริษัท Ceramic 'R' Us Co., Ltd. มีสูตรทางเคมี คือ $Na_{0.75}Ca_{0.07}K_{0.07}(Al_{2.82}Mg_{1.18}Fe_{0.21})Si_8O_{20}(OH)_4$ และองค์ประกอบทางเคมีของดินเหนียวเบนโทไนท์ชนิดนี้แสดงในตารางที่ 3.1

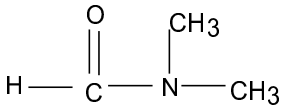
ตารางที่ 3.1 องค์ประกอบทางเคมีของดินเหนียวเบนโทไนท์

องค์ประกอบทางเคมี	สัดส่วนโดยน้ำหนัก (wt%)
Si	74.96
Al	13.04
MgO	3.54
Fe_2O_3	1.03
CaO	2.00
Na_2O	4.82
K_2O	0.23
TiO_2	0.23
ธาตุอื่นๆ	0.15

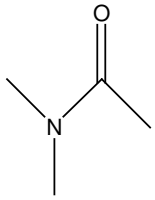
ที่มา : Limpanart *et al*., 2005

4. ตัวทำละลาย ผลิตโดยบริษัท Lab Scan Analytical Science มี 3 ชนิด คือ

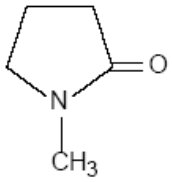
4.1 ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (dimethyformamide, DMF) จุดเดือดเท่ากับ 153°C ความหนาแน่นที่อุณหภูมิ 25°C เท่ากับ 0.95 g/cm^3 น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 73.10 g/mol มีสูตรทางเคมี คือ C_3H_7NO และมีสูตรโครงสร้างดังนี้



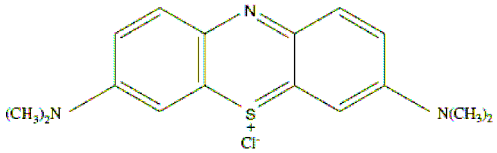
4.2 ไดเมทิลอะซีตาไมด์ (N,N-dimethylacetamide, DMAc) จุดเดือดเท่ากับ 165.5°C ความหนาแน่นที่อุณหภูมิ 15.6°C เท่ากับ 0.9448 g/cm^3 น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 87.12 g/mol มีสูตรทางเคมี คือ C_4H_9NO และมีสูตรโครงสร้างดังนี้



4.3 เมทิลไพรโรลิโดน (n-methyl-2-pyrrolidone, NMP) จุดเดือดเท่ากับ 204.3°C ความหนาแน่นที่อุณหภูมิ 25°C เท่ากับ 1.028 g/cm^3 น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 99.13 g/mol มีสูตรทางเคมี คือ C_5H_9NO และมีสูตรโครงสร้างดังนี้



5. สารละลายเมทิลลีนบลู (methylene blue) น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 320.0 g/mol และมีสูตรโครงสร้างดังนี้



3.2 อุปกรณ์การวิจัย

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองประกอบด้วย

1. กระจกใส ใช้ในการเตรียมแผ่นฟิล์ม ขนาด 40 x 30 cm
2. มีดปาดฟิล์ม (docter blade)
3. ตู้ดูดความชื้น
4. สว่านไฟฟ้า ขนาดกำลังรอบ 5,000 rpm
5. คาปิลลารีวิซโคมิเตอร์ ชนิดอับเบลลูดวิซโคมิเตอร์ (ubbelohde vicometers)
6. เครื่องวัดความหนา ความละเอียด 0.01 mm ผลิตโดยบริษัท Teclock® Co., Ltd. รุ่น SM-112
7. เครื่องชั่ง ความละเอียด 2 ตำแหน่ง และ 4 ตำแหน่ง ผลิตโดยบริษัท Mettler Co., Ltd.
8. กระบอกตวง ขนาด 100 ml
9. ปิเปต ขนาด 10 ml และบิวเรต ขนาด 100 ml
10. กระจกนาฬิกา
11. กระดาษกรอง เบอร์ 1
12. ตะแกรงร่อนผงดินเหนียว เบอร์ 200
13. ตัวกวนแท่งแม่เหล็ก
14. ตู้อบความร้อน ผลิตโดย MEMMERT Co., Ltd. รุ่น D06061
15. ตู้อบสุญญากาศ ผลิตโดย Precision Co., Ltd.

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

1. เครื่องตัดชิ้นทดสอบรูปดัมเบลล์ ตามมาตรฐาน ASTM D412 - 98a แบบ Die C
2. เครื่องตรวจสอบการกระเจิงด้วยรังสีเอกซ์ (X - ray diffractometer, XRD) ผลิตโดย Bruker Co., Ltd. รุ่น D8 หลอดรังสีเอกซ์ชนิด Cu Kα ความยาวคลื่น (λ) = 1.5406 Å
3. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope, TEM) ผลิตโดย JEOL Co., Ltd. รุ่น JEM – 2010
4. เครื่องทดสอบสมบัติแรงดึง (universal tesing machine) ผลิตโดย LLOYD Co., Ltd. รุ่น LR10K
5. เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงกระแทกแบบดึง (impact tensile property) ผลิตโดย ZWICK Co., Ltd.
6. เครื่องเทอร์โมกราวิเมตตริก (thermo gravimetric analyzer, TGA) ผลิตโดย Perkin Elmer Co., Ltd. รุ่น TGA7
7. เครื่องวิเคราะห์ทางกลศาสตร์ความร้อนเชิงพลวัต (dynamic mechanical thermal analysis, DMTA) ผลิตโดย Rheometric Scientific Co., Ltd. รุ่น DMTA V
8. เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (fourier transform infrared spectrophotometer, FT - IR) ผลิตโดย Perkin – Elmer Co., Ltd. รุ่น FTS 165

3.4 วิธีดำเนินการทดลอง

3.4.1 การหาค่าการแลกเปลี่ยนแคทไอออนของดินเหนียว

ทดสอบค่าการแลกเปลี่ยนแคทไอออนตามมาตรฐาน ASTM C837-81 (standard test method for methylene blue index of clay) โดยศึกษาจากค่าดัชนีเมทิลลีนบลูมีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

1. อบผงดินเหนียวเบนโทไนท์ที่อุณหภูมิ 105 ± 5°C นาน 24 h เพื่อไล่ความชื้นออกจากผงดินเหนียว หลังจากนั้นชั่งดินเหนียวปริมาณ 2 g และน้ำกลั่นปริมาตร 300 ml ลงในบีคเกอร์ขนาด 600 ml กวนสารละลายดินเหนียวด้วยแท่งแม่เหล็กความเร็วรอบ 1,000 rpm ที่อุณหภูมิห้อง
2. ตรวจสอบ pH ของสารละลายดินเหนียวด้วยกระดาษลิตมัส และปรับ pH ของสารละลายดินเหนียวให้อยู่ในช่วง 2.5 – 3.8 ด้วยสารละลายกรดซัลฟูริกที่มีความเข้มข้น 0.1 N

3. เติมสารละลายเมทิลลีนบลูลงในบิวเรต ทำการไตเตรตสารละลายเมทิลลีนบลูปริมาตร 5 ml ลงในสารละลายดินเหนียว พร้อมกวนด้วยแท่งแม่เหล็กความเร็วรอบ 1,000 rpm ให้สารละลายดินเหนียวและสารละลายเมทิลลีนบลูเข้ากันประมาณ 1- 2 min

4. หยดสารละลายดินเหนียวที่ผ่านการไตเตรตกับสารละลายเมทิลลีนบลู ด้วยหลอดหยดหรือแท่งแก้วคนลงบนกระดาษกรองเพื่อตรวจสอบจุดยุติการดูดซับแคทไอออน สังเกตจุดยุติจากหยดสารละลายดินเหนียวบนกระดาษกรองเป็นสีน้ำเงิน ถ้าสารละลายดินเหนียวยังไม่ถึงจุดยุติให้เติมสารละลายเมทิลลีนบลูลงไปในสารละลายดินเหนียวในปริมาตรน้อยๆ ประมาณ 1 ml และกวนด้วยแท่งแม่เหล็กความเร็วรอบ 1,000 rpm ต่อเนื่องอีก 1- 2 min หลังจากนั้นตรวจสอบจุดยุติอีกครั้ง

5. ทดลองต่อเนื่องจนสารละลายดินเหนียวถึงจุดยุติ (ถ้าจุดยุติของสารละลายดินเหนียวมีค่าสูง ให้เติมสารละลายเมทิลลีนบลูลงไปครั้งละ 5 ml จนใกล้ถึงจุดยุติแล้วค่อยลดปริมาตรสารละลายเมทิลลีนบลูลงในปริมาณน้อยๆ)

6. หลังตรวจพบจุดยุติ ให้กวนสารละลายดินเหนียวอีกประมาณ 2 min และทำการทดสอบจุดยุติซ้ำอีกครั้ง เพื่อให้แน่ใจว่าสารละลายถึงจุดยุติ ก่อนนำปริมาตรของสารละลายเมทิลลีนบลูที่ได้จากการไตเตรตมาคำนวณค่าดัชนีเมทิลลีนบลูตามสมการที่ 3.1

$$MBI = \frac{E \times V}{w} \times 100 \qquad (3.1)$$

เมื่อ MBI = ดัชนีเมทิลลีนบลู

E = ความเข้มข้นของสารละลายเมทิลลีนบลูในหน่วย meq/ml (1 ml = 0.01 meq)

V = ปริมาตรของสารละลายเมทิลลีนบลูจากการไตเตรต (ml)

w = น้ำหนักของดินเหนียวในการทดลอง (g)

ตัวอย่าง การคำนวณค่าดัชนีเมทิลลีนบลูของดินเหนียว โดยใช้ดินเหนียวในการทดลองเท่ากับ 2 g และสารละลายเมทิลลีนบลูมีความเข้มข้น 0.01 meq/ml เมื่อทำการไตเตรตเพื่อหาจุดยุติจะต้องใช้สาร ละลายเมทิลลีนบลูปริมาตร 146 ml สารละลายดินเหนียวจึงพบจุดยุติ คำนวณค่าดัชนีเมทิลลีนบลูตามสมการ 3.1 ดังนี้

วิธีการคำนวณ

$$MBI = \frac{0.01 \times V}{2} \times 100$$

$$= 0.5V$$

$$= 0.5 \times 146$$

$$= 73$$

ดังนั้น ค่าดัชนีเมทิลลีนบลูของดินเหนียวมีค่าเท่ากับ 73 meq ต่อดินเหนียว 100 g

3.4.2 การทดสอบดัชนีการบวมตัวของดินเหนียว

ทดสอบดัชนีการบวมตัวของดินเหนียว (swelling index) ตามมาตรฐาน ASTM D5890 - 95 (Standard Test Method for Swell Index of Clay Mineral Component of Geosynthetic Clay Liners) โดยมีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

1. อบผงดินเหนียวเบนโทไนท์ที่อุณหภูมิ 105 ± 5°C นาน 24 h เพื่อไล่ความชื้นออกจากผงดินเหนียว หลังจากนั้นชั่งดินเหนียวลงในกระดาษกรองหรือถ้วยใส่สารปริมาณ 2.00 ± 0.01 g

2. เติมน้ำกลั่นปริมาตร 90 ml ลงในกระบอกตวงขนาด 100 ml นำผงดินเหนียวปริมาณ 0.1 g โรยลงบนผิวของน้ำที่อยู่ภายในกระบอกตวง รอให้ดินเหนียวเกิดการบวมตัวในน้ำประมาณ 30 sec และตกลงสู่พื้นล่างของกระบอกตวง หลังจากนั้นโรยผงดินเหนียวลงไปเรื่อยๆ จนผงดินเหนียวที่ใช้ครบ 2 g ปรับปริมาตรน้ำภายในกระบอกตวงให้มีปริมาตรครบ 100 ml

3. ปิดฝากระบอกตวงด้วยกระจกนาฬิกา เมื่อเวลาผ่านไป 2 h เขย่ากระบอกตวงให้เอียงทำมุม 45° เพื่อให้ดินเหนียวเกิดการกระจายตัวในน้ำได้ดีขึ้น หลังจากนั้นตั้งสารละลายดินเหนียวทิ้งไว้ 16 h

4. เมื่อครบ 16 h สังเกตการบวมตัวของดินเหนียว โดยดูจากระดับขีดปริมาตรของดินเหนียวภายในกระบอกตวงก่อนตั้งทิ้งไว้ และระดับขีดปริมาตรของดินเหนียวที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อตั้งทิ้งไว้นาน 16 h

5. คำนวณค่าดัชนีการบวมตัวของดินเหนียวโดยเลือกใช้ปริมาตรดินเหนียวที่มีการเปลี่ยนแปลงสุดท้ายที่อ่านค่าได้ รายงานผลในหน่วย ml ต่อดินเหนียว 2 g

3.4.3 การสังเคราะห์ดินเหนียวปรับสภาพ

สังเคราะห์ดินเหนียวปรับสภาพตามวิธีการของ เยท และคณะ (Yeh *et al.,* 2004) โดยแปรชนิดของสารลดแรงตึงผิว 2 ชนิด คือ เมทิลพอลิออกซีเอทิลีน (15) ออกตะเดกคะนะ

แอมโมเนียมคลอไรด์และไดออกตะเดกซิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ ในปริมาณ 0.5, 1 และ 1.5 เท่าของค่า CEC มีขั้นตอนการสังเคราะห์ดังนี้

1. เตรียมสารละลายดินเหนียวชนิดโซเดียมเบนโทไนท์ในน้ำกลั่น โดยใช้ดินเหนียวปริมาณ 2 g และน้ำปริมาณ 98 g (สารละลายดินเหนียวมีความเข้มข้นเท่ากับ 2 %wt/wt) กวนสารละลายดินเหนียวด้วยแท่งแม่เหล็กความเร็วรอบ 1,000 rpm ที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 30 min

2. เตรียมสารละลายสารลดแรงตึงผิวในน้ำกลั่น โดยคำนวณปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการทดลองตามสมการที่ 3.2 วิธีการคำนวณน้ำหนักของสารลดแรงตึงผิวมีดังนี้

สูตรการคำนวณ

$$CEC \times Y \times Z = (X / M_w \text{ of Intercalating agent}) \times 1000$$

เมื่อ CEC = ความสามารถในการแลกเปลี่ยนประจุต่อ 100 g ของ MMT

Y = ปริมาณมอนท์โมริลโลไนท์ (g)

Z = ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว

X = ปริมาณสารลดแรงตึงผิว (g)

M_w = น้ำหนักโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิว

ตัวอย่าง ต้องการสังเคราะห์ดินเหนียวปรับสภาพปริมาณ 2 g และดินเหนียวมีค่า CEC เท่ากับ 73 meq/100 g ของดินเหนียว โดยเลือกใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดเมทิลพอลิออกซีเอทิลีน (15) ออกตะเดกคะนะแอมโมเนียมคลอไรด์ที่มีน้ำหนักโมเลกุล (M_w) เท่ากับ 979.5 g/mol ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวชนิดนี้เท่ากับ 0.95 (95 %) และต้องการเติมปริมาณสารลดแรงตึงผิวลงไปในดินเหนียวในปริมาณ 0.5 เท่าของค่า CEC คำนวณน้ำหนักของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการทดลองได้ ดังนี้

วิธีการคำนวณ

$$\frac{0.73 \times 0.5 \times 979.5 \times 10^{-3} \times 100 \times 2}{95} = 0.75 \text{ g}$$

ดังนั้น น้ำหนักของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการสังเคราะห์ เท่ากับ 0.75 g

ในกรณีที่ต้องการเพิ่มปริมาณสารลดแรงตึงผิวเป็น 1 เท่าของค่า CEC และ 1.5 เท่าของค่า CEC สามารถคำนวณน้ำหนักสารลดแรงตึงผิวได้ในทำนองเดียวกันนี้

3. นำสารลดแรงตึงผิวละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 50 ml และกวนด้วยแท่งแม่เหล็กความเร็วรอบ 1,000 rpm ที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 30 min

4. เติมสารละลายสารลดแรงตึงผิวลงในสารละลายดินเหนียวอย่างช้าๆ ภายใต้การกวนด้วยแท่งแม่เหล็กความเร็วรอบ 1,000 rpm ที่อุณหภูมิ 70°C ให้ปฏิกิริยาเกิดต่อเนื่องนาน 6 - 8 h หลังจากนั้นหยุดการกวนสารละลายดินเหนียวปรับสภาพ และตั้งสารละลายทิ้งไว้ข้ามคืนให้ผงดินเหนียวเกิดการตกตะกอน

5. กรองผงดินเหนียวปรับสภาพด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 และล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้ง นำผงดินเหนียวปรับสภาพอบในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 110°C นาน 24 h

6. ร่อนผงดินเหนียวปรับสภาพด้วยตะแกรงเบอร์ 200 และนำผงดินเหนียวปรับสภาพเก็บในตู้ดูดความชื้น ก่อนนำไปใช้

กรณีแปรปริมาณสารลดแรงตึงผิว (0.5, 1 และ 1.5 เท่าของค่า CEC) และการแปรชนิดสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ทำการทดลองในทำนองเดียวกัน โดยให้สัญลักษณ์คำย่อแทนดินเหนียวปรับสภาพกลุ่มที่เติมสารลดแรงตึงผิวชนิดเมทิล พอลิออกซีเอทิลีนออกตะเดกคะนะแอมโมเนียมคลอไรด์ คือ ดินเหนียวกลุ่ม B ให้สัญลักษณ์คำย่อแทนดินเหนียวปรับสภาพกลุ่มที่เติมสารลดแรงตึงผิวชนิดไดออกตะเดกซิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ คือ ดินเหนียวกลุ่ม BA ดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สัญลักษณ์คำย่อของดินเหนียวปรับสภาพกลุ่ม B และ BA

ดินเหนียวปรับสภาพ	ปริมาณเท่าสารลดแรงตึงผิว	สัญลักษณ์คำย่อ
-	-	B_0
B	0.5	$B_{0.5}$
	1	B_1
	1.5	$B_{1.5}$
BA	0.5	$BA_{0.5}$
	1	BA_1
	1.5	$BA_{1.5}$

3.4.4 การทดสอบการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลาย

ทดสอบการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลาย DMF DMAc และ NMP มีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

1. เตรียมสารละลายดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลาย DMF ให้มีความเข้มข้น 5 %w/w โดยชั่งดินเหนียวปรับสภาพปริมาณ 1 g และตัวทำละลาย DMF ปริมาณ 20 g ลงในบีคเกอร์

2. กวนสารละลายดินเหนียวปรับสภาพด้วยสว่านไฟฟ้าความเร็วรอบ 5,000 rpm เป็นเวลานาน 1 h หลังจากนั้นหยุดการกวนสารละลายดินเหนียวปรับสภาพและตั้งสารละลายดินเหนียวปรับสภาพทิ้งไว้นาน 4 h

3. สังเกตลักษณะทางกายภาพและการกระจายตัวของสารละลายดินเหนียวปรับสภาพ

กรณีทดสอบการกระจายตัวของดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลายชนิดอื่นๆ ทำการทดลองในทำนองเดียวกัน

3.4.5 การวัดความหนืดของสารละลายดินเหนียวปรับสภาพ

ทดสอบความหนืดของตัวทำละลายและสารละลายดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลาย DMF, DMAc และ NMP มีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

1. เติมน้ำกลั่นลงในโถแก้วให้เต็ม วัดอุณหภูมิของน้ำกลั่นด้วยเทอร์โมมิเตอร์และนำคาปิลลารีวิซโคมิเตอร์ยึดติดกับตัวยึดและขาตั้งให้แน่น

2. ทำการวัดความหนืดของตัวทำละลายบริสุทธิ์ โดยเติมตัวทำละลายปริมาตร 20 ml ในคาปิลลารีวิซโคมิเตอร์ ติดตั้งและปรับคาปิลลารีวิซโคมิเตอร์ให้อยู่ในแนวตรงภายในโถแก้ว รอให้อุณหภูมิของตัวทำละลายภายในวิซโคมิเตอร์และอุณหภูมิของน้ำที่อยู่ภายนอกเท่ากันประมาณ 15 - 20 min

3. ดูดสารละลายตัวทำละลายด้วยลูกยางปิเปต ให้ระดับสารละลายไหลเข้าสู่คาปิลลารีวิซโคมิเตอร์ที่มีกะเปาะแสดงขีดวัดปริมาตรขีดบนและขีดล่าง โดยดูดสารละลายให้สูงถึงขีดวัดปริมาตรบนสุด หลังจากนั้นปล่อยลูกยางปิเปตออกให้สารละลายตัวทำละลายไหลกลับ จับเวลาการไหลของตัวทำละลายจากขีดวัดปริมาตรบนสุดจนถึงขีดวัดปริมาตรด้านล่างภายในกะเปาะของคาปิลลารีวิซโคมิเตอร์

4. ทำการทดสอบจำนวน 3 ครั้ง เวลาที่ได้แทนด้วย t_0 ความหนืดของตัวทำละลายที่ได้ เมื่อคำนวณตามสมการ 2.11 แทนด้วย η_0

5. เตรียมสารละลายดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลาย ให้มีความเข้มข้น 5 %w/w โดยชั่งดินเหนียวปรับสภาพปริมาณ 1 g ลงในบีคเกอร์และเติมตัวทำละลายปริมาณ 20 g กวนด้วยตัวกวนแม่เหล็กความเร็วรอบ 1,000 rpm นาน 12 h

6. วัดความหนืดของสารละลายดินเหนียวปรับสภาพ จำนวน 3 ครั้ง เวลาที่ได้แทนด้วย t ความหนืดที่วัดได้ เมื่อคำนวณตามสมการ 2.11 แทนด้วย η

7. คำนวณค่าความหนืดจำเพาะของสารละลายดินเหนียวปรับสภาพได้ตามสมการที่ 2.12

กรณีทดสอบความหนืดของดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลายชนิดอื่นๆ ทำการทดลองในทำนองเดียวกัน

3.4.6 การเตรียมพอลิซัลโฟน - ดินเหนียวนาโนคอมโพสิทด้วยเทคนิคสารละลาย

เตรียมพอลิซัลโฟน - ดินเหนียวนาโนคอมโพสิท โดยแปรชนิดของดินเหนียวปรับสภาพที่มีสารลดแรงตึงผิวต่างกัน 2 กลุ่ม คือ ดินเหนียวปรับสภาพกลุ่ม B และดินเหนียวปรับสภาพกลุ่ม BA และแปรปริมาณของดินเหนียวปรับสภาพ (0, 1, 3 และ 5% โดยน้ำหนักของ PSF) ขั้นตอนการเตรียมพอลิซัลโฟน - ดินเหนียวนาโนคอมโพสิทด้วยเทคนิคสารละลาย ดังนี้

1. อบพอลิซัลโฟนที่อุณหภูมิ 100°C ในตู้อบสุญญากาศนาน 24 h เพื่อไล่ความชื้นก่อนนำไปใช้

2. เตรียมสารละลายพอลิซัลโฟน โดยชั่งพอลิซัลโฟนปริมาณ 15 g และเติมตัวทำละลายปริมาณ 75 g ลงในบีคเกอร์ กวนด้วยแท่งแม่เหล็กความเร็วรอบ 400 rpm นาน 12 h ที่อุณหภูมิห้อง

3. เตรียมสารละลายดินเหนียวปรับสภาพ โดยใช้ปริมาณดินเหนียวปรับสภาพตามสัดส่วนที่คำนวณไว้ ลงในบีคเกอร์และเติมตัวทำละลายปริมาณ 10 g แช่ดินเหนียวปรับสภาพในตัวทำละลายเป็นเวลานาน 12 h ที่อุณหภูมิห้อง

4. ผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน เติมสารละลายดินเหนียวปรับสภาพลงในสารละลายพอลิซัลโฟนอย่างช้าๆ กวนด้วยแท่งแม่เหล็กความเร็วรอบ 400 rpm นาน 12 h ที่อุณหภูมิห้อง

3.4.7 การเตรียมแผ่นฟิล์มพอลิซัลโฟน - ดินเหนียวนาโนคอมโพสิท

1. เทสารละลายพอลิซัลโฟน – ดินเหนียวนาโนคอมโพสิทบนแผ่นกระจก ใช้มีดปาดฟิล์มปาดสารละลายพอลิซัลโฟนนาโนคอมโพสิทให้เป็นแผ่นฟิล์ม

2. นำแผ่นฟิล์มที่อยู่บนกระจกอบในตู้อบความร้อนทันที ที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 2 h

3. อบฟิล์มพอลิซัลโฟน – ดินเหนียวนาโนคอมโพสิทในตู้อบสุญญากาศอีกครั้ง ที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 h เพื่อไล่ความชื้นและตัวทำละลายที่ตกค้าง

3.4.8 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของพอลิซัลโฟน – ดินเหนียวนาโนคอมโพสิท

3.4.8.1 การตรวจสอบโครงสร้างของดินเหนียวปรับสภาพในพอลิซัลโฟนด้วยเครื่อง XRD

วิธีการหาค่าระยะห่างระหว่างชั้น (d - spacing) ของดินเหนียวปรับสภาพด้วยเครื่อง XRD มีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

1. ตัดแผ่นฟิล์มพอลิซัลโฟน - ดินเหนียวนาโนคอมโพสิท ขนาดความกว้าง 2.5 cm และความยาว 2.5 cm วางทาบลงบนแผ่นกระจกขนาดเดียวกัน ติดแผ่นฟิล์มพอลิซัลโฟน - ดินเหนียวนาโนคอมโพสิทให้แน่นบนแผ่นกระจกด้วยเทปกาวสองหน้าโดยไม่ให้มีฟองอากาศระหว่างแผ่นฟิล์มและกระจก

2. นำแผ่นกระจกที่ติดแผ่นฟิล์มพอลิซัลโฟน - ดินเหนียวนาโนคอมโพสิท วางลงในช่องใส่ตัวอย่าง นำช่องใส่ตัวอย่างเข้าสู่แท่นวางตัวอย่างภายในเครื่อง XRD

3. ทำการทดสอบโดยใช้อัตรามุมตกกระทบของรังสีเอกซ์ต่อเวลาเท่ากับ 0.01°/10 sec เลือกมุมองศาในการทดสอบตั้งแต่ 1° - 10° ใช้กำลังไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าในการทดสอบเท่ากับ 40 kV และ 30 mA ตามลำดับ

4. สเปกตรัม XRD ของสารที่ตรวจสอบได้ เป็นความสัมพันธ์ระหว่างมุมองศาที่รังสีเอกซ์เกิดการกระเจิงและผลึกของสารที่ทำการทดสอบ

5. นำค่ามุมองศาที่ได้จากการทดสอบจากเครื่อง XRD มาคำนวณค่าระยะห่างระหว่างชั้นของดินเหนียวตามสมการที่ 2.6

3.4.8.2 การตรวจสอบโครงสร้างของดินเหนียวปรับสภาพในพอลิซัลโฟนด้วยเครื่อง TEM

นำชิ้นตัวอย่างที่จะตรวจสอบโครงสร้างของดินเหนียวในพอลิซัลโฟนด้วยเครื่อง TEM ไปทำการตัดตามความหนาของชิ้นตัวอย่าง (cross section) ด้วยเครื่องอัลตราคัทไมโครโทม (ultracut microtome) และนำตัวอย่างมาตรวจสอบโครงสร้าง โดยใช้กำลังไฟฟ้าในการทดสอบ 100 kV และกำลังขยายตั้งแต่ 7,000 - 150,000 เท่า

3.4.9 การทดสอบสมบัติเชิงกลของพอลิซัลโฟน - ดินเหนียวนาโนคอมโพสิท

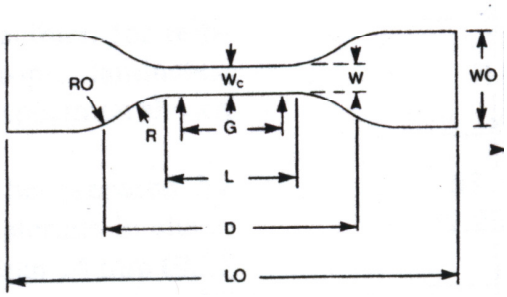
3.4.9.1 การทดสอบสมบัติการทนต่อแรงดึง

1. เตรียมตัวอย่างทดสอบโดยนำแผ่นฟิล์มพอลิซัลโฟน – ดินเหนียวนาโนคอมโพสิทตัดเป็นชิ้นทดสอบรูปดัมเบลล์ตามมาตรฐาน ASTM D412 ใช้เครื่องตัดชิ้นทดสอบแบบ die C แสดงในรูปที่ 3.1

2. วัดความหนาของชิ้นทดสอบ 3 ตำแหน่งในช่วงระยะ L และหาค่าเฉลี่ยของความหนา

3. นำชิ้นทดสอบไปทดสอบด้วยเครื่องทดสอบสมบัติการดึง โดยใช้ความเร็วในการดึง 5 mm/min พอลิซัลโฟน – ดินเหนียวนาโนคอมโพสิทหนึ่งสูตรจะใช้ชิ้นทดสอบจำนวน 8 ชิ้น บันทึกค่าความทนต่อแรงดึง (tensile strength) และค่าระยะยืด ณ จุดขาด (elongation at break)

4. คำนวณค่าความทนต่อแรงดึง ค่าระยะยืด ณ จุดขาดและค่าเปอร์เซ็นต์ความเครียดได้จากสมการที่ 2.7 – 2.9



รูปที่ 3.1 ชิ้นทดสอบรูปดัมเบลล์ ตามมาตรฐาน ASTM D412 แบบ die C สำหรับการทดสอบความทนต่อแรงดึง (จินตมัย, 2547)

3.4.9.2 การทดสอบความต้านทานต่อแรงกระแทกแบบดึงยืด

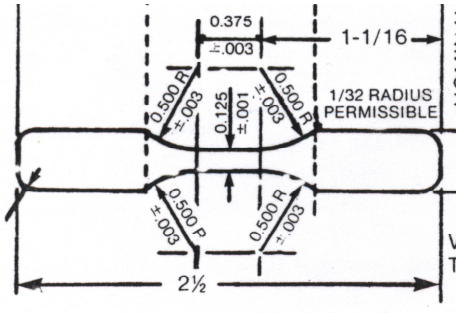
1. ตัดชิ้นตัวอย่างฟิล์มพอลิซัลโฟน – ดินเหนียวนาโนคอมโพสิทตามมาตรฐาน ASTM D1822 - 99 (Standard Test Method for Tensile-Impact Energy to Break Plastics and Electrical Insulating Materials) แสดงในรูปที่ 3.2

2. วัดความหนาและความกว้างของชิ้นตัวอย่างด้วยไมโครมิเตอร์ 3 ตำแหน่ง เพื่อหาความหนาเฉลี่ยของชิ้นตัวอย่าง

3. พอลิซัลโฟน – ดินเหนียวนาโนคอมโพสิทหนึ่งสูตรจะใช้ชิ้นทดสอบจำนวน 8 ชิ้น และเลือกใช้หัวค้อนฟาดกระทบขนาด 1.0 J

4. นำชิ้นทดสอบยึดติดกับลิ่มยึดที่สามารถเคลื่อนที่อิสระได้ก่อน แล้วยึดชิ้นทดสอบอีกข้างให้ยึดติดกับลิ่มยึดข้างที่ไม่สามารถเคลื่อนที่ได้ก่อนฟาดกระทบชิ้นทดสอบด้วยหัวค้อน

5. นำค่าความต้านทานที่อ่านได้จากเครื่องทดสอบมาคำนวณค่าความต้านทานต่อแรงกระแทกแบบดึงตามสมการที่ 2.10



รูปที่ 3.2 ชิ้นทดสอบความต้านทานต่อแรงกระแทกแบบดึงยืดตามมาตรฐาน ASTM D1822 Type L

3.4.10 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตตริก

เตรียมชิ้นตัวอย่างจากฟิล์มพอลิซัลโฟน – ดินเหนียวนาโนคอมโพสิท โดยเลือกช่วงอุณหภูมิการทดสอบตั้งแต่ 25°C ถึง 800°C อัตราการเพิ่มอุณหภูมิขณะทดสอบ 10°C/min ภายใต้การไหลเวียนของก๊าซไนโตรเจน (N_2) รายงานผลการทดสอบเป็นเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักที่หายไปเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นและอุณหภูมิการเสื่อมสลายของสสาร (thermal degradation temperature, T_d) โดยรายงานผลการทดสอบในรูปของ T_5, T_{10} และ T_{50} คือ อุณหภูมิเมื่อน้ำหนักหายไป 5% 10% และ 50% ตามลำดับ

3.4.11 การวิเคราะห์ทางกลศาสตร์ความร้อนเชิงพลวัต

ตัดชิ้นตัวอย่างฟิล์มพอลิซัลโฟน – ดินเหนียวนาโนคอมโพสิทให้มีความกว้าง 10 mm และความยาว 25 mm หนาประมาณ 0.5 mm ทำการทดสอบแบบดึง (tension) โดยใช้ความถี่ 1.0 Hz เปอร์เซ็นต์การยืด (strain control) 0.1% ช่วงอุณหภูมิการทดสอบตั้งแต่ 25°C ถึง 250°C และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C/min รายงานผลการทดสอบในรูปของพลังงานที่เกิดการสะสมภายในชิ้นตัวอย่าง (storage modulus, E') การสูญเสียพลังงานที่เกิดจากการทดสอบ (loss modulus, E'') และอัตราส่วนระหว่างค่าพลังงานที่เกิดการสูญเสียต่อพลังงานที่เก็บสะสมในชิ้นทดสอบ ($\tan\delta$)

3.4.12 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชั่นด้วยรังสีอินฟราเรด

วิธีการทดสอบหมู่ฟังก์ชั่นด้วยเครื่อง IR ทดสอบโดยใช้ช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 4000 - 400 cm^{-1} โดยนำแผ่นฟิล์มพอลิซัลโฟน – ดินเหนียวนาโนคอมโพสิทวางลงบนแท่นวางตัวอย่าง แนบตัวอย่างให้ติดแน่นด้วยแถบแม่เหล็ก นำแท่นวางตัวอย่างเข้าสู่เครื่อง IR ทดสอบและรายงานผลในรูปของสเปกตรัมของสาร

3.4.13 การทดสอบความต้านทานสารเคมี

1. ตัดชิ้นตัวอย่างพอลิซัลโฟน – ดินเหนียวนาโนคอมโพสิทเป็นแผ่นกลมขนาดเส้นผ่าน ศูนย์กลาง 8 mm หนาประมาณ 0.5 mm วัดความหนา เส้นผ่าศูนย์กลาง และชั่งน้ำหนักของชิ้นตัวอย่าง

2. แช่ชิ้นตัวอย่างในตัวทำละลาย 7 ชนิด คือ เอทานอล อะซีโตน กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 20 % และโซเดียมไฮดรอกไซด์ วัดความหนา เส้นผ่าศูนย์กลาง และชั่งน้ำหนักของชิ้นตัวอย่างหลังเวลาผ่านไป 24 h

3. คำนวณหาเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักของชิ้นตัวอย่างตามสมการที่ 2.14