

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมี

ในหัวข้อนี้จะกล่าวถึงสารเคมี เครื่องมือ อุปกรณ์และวิธีการทดลองในขั้นตอนต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้องกับ การทำวิจัยครั้งนี้

3.1.1 วัตถุดิบ

- เส้นใยปาล์มจากผลปาล์ม (mesocarp oil palm fiber)

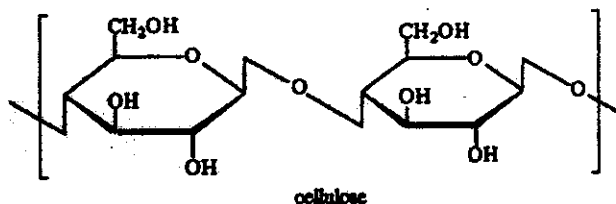
3.1.2 สารเคมี

- Acetone(Lab scan)
- NaOH (Lab scan)
- Ethanol (Lab scan)
- propionic anhydride 96% (Fluka)
- unsaturated polyester (POLYLITE P.C. 6005, MK Group)
- MEKPO PUTANOX M-60 (MK Group)
- COBALT(MK Group)
- Silicone resin (SILASTIC, MK Group)
- Hardener (MK Group)

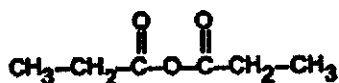
3.1.3 เครื่องมือและอุปกรณ์

- เครื่อง Universal Testing Machine (Model 5569, Instron)
- เครื่อง Impact Testing(Model 5102.202, Zwick/)
- เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR (Model Equinox 55, Bruker)
- เครื่อง Scanning electron Microscope (JSM-5200, Joel)
- เครื่องบากรับงาน
- เครื่องชั่งสารระบบดิจิทัล ทศนิยม 4 ตำแหน่ง(AB 204-S, Mettler Toledo)
- เครื่องชั่งสารระบบดิจิทัล ทศนิยม 2 ตำแหน่ง(PB 204-S, Mettler Toledo)
- เตาอบ (Memmert)
- Hotplate & Stirrer (Jenway 1000)
- เครื่องวัดความหนา(Thickness Gauge)

- เวอร์เนีย
- ชุดอุปกรณ์การรีฟลักซ์
- บีกเกอร์
- ขวดรูปหมฟู่ขนาด (Pyrex)

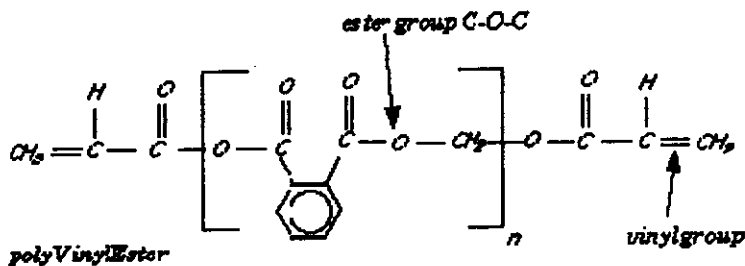


รูปที่ 3.1 โครงสร้างเซลลูโลส



=

รูปที่ 3.2 โครงสร้าง Propionic anhydride

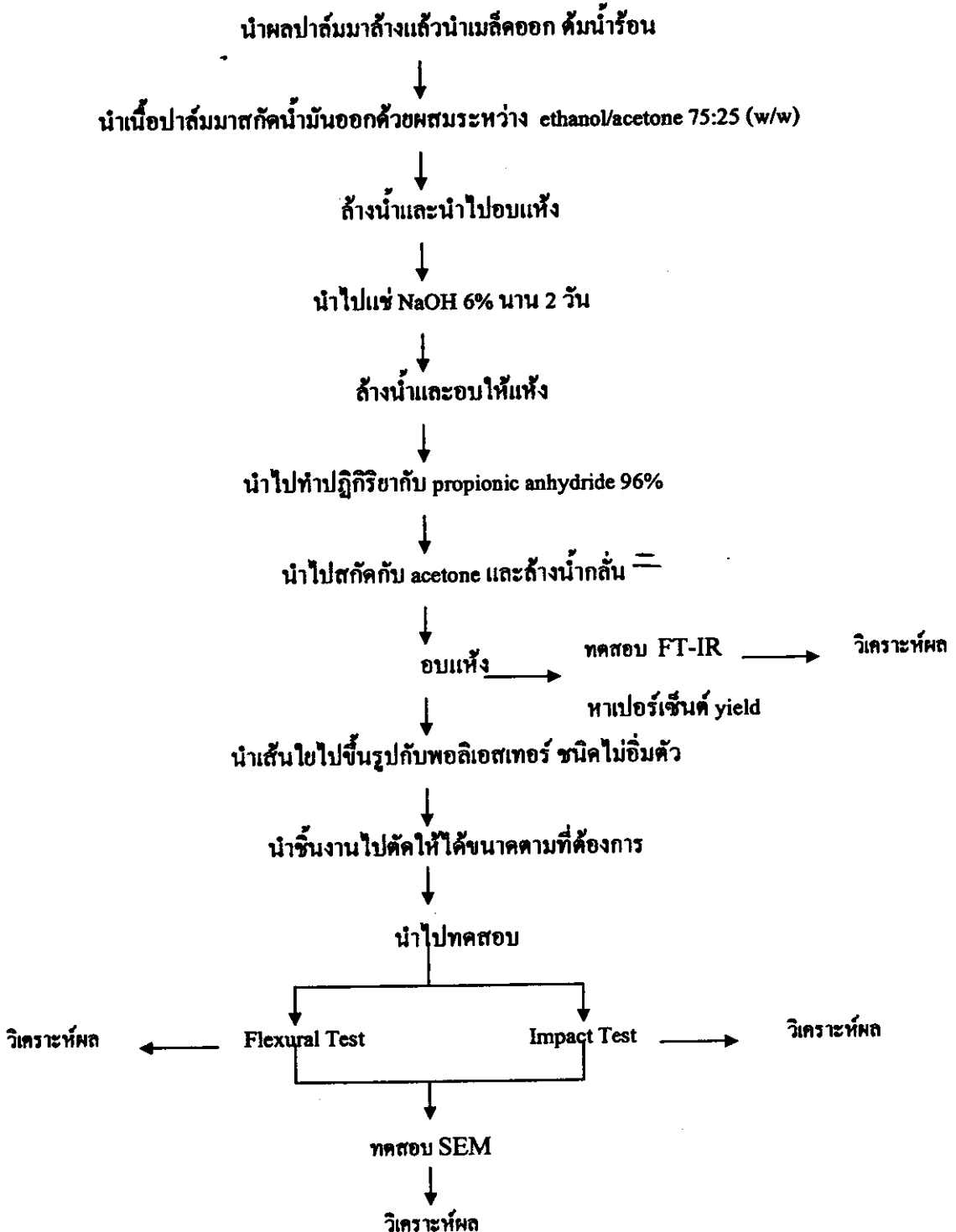


รูปที่ 3.3 โครงสร้าง Unsaturated polyester



รูปที่ 3.4 ปฏิกิริยาเคมีที่คาดว่าจะเกิดขึ้นได้

แผนภาพแสดงขั้นตอนการวิจัย



3.2 ขั้นตอนการทดลอง

สำหรับงานวิจัยได้แบ่งขั้นตอนการวิจัยเป็นสองขั้นตอนได้แก่

3.2.1 การดัดแปรผิวหน้าเส้นใยปาล์มโดยปฏิกิริยาโพรพอนิลเลชัน (propionylation)

3.2.2 การประยุกต์ใช้เส้นใยปาล์มที่ผ่านการดัดแปรผิวหน้าในวัสดุคอมพอสิตและการศึกษาการยึดเกาะระหว่างผิวหน้าเส้นใยปาล์มกับพอลิเอสเตอร์ชนิดไม่อิ่มตัวเมทริกซ์ในวัสดุคอมพอสิต

3.2.1 การศึกษาการดัดแปรผิวหน้าเส้นใยปาล์มโดยปฏิกิริยาโพรพอนิลเลชัน

วัตถุประสงค์

- 1 เพื่อศึกษาการเตรียมเส้นใยปาล์มก่อนนำไปทำปฏิกิริยาโพรพอนิลเลชัน (Propionylation)
- 2 เพื่อศึกษาการเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันบนเส้นใยปาล์ม โดยการวิเคราะห์หมู่ Functional group โดยใช้ FT-IR
- 3 เพื่อศึกษาเปรียบเทียบผลของอุณหภูมิและเวลาต่อปริมาณการเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันบนเส้นใยปาล์ม โดยการเปรียบเทียบระหว่างสัดส่วนระหว่างหมู่เอสเทอร์ต่อหมู่ไฮดรอกซิล

3.2.1.1 การดัดแปรผิวหน้าเส้นใย แบ่งได้เป็น 2 ขั้นตอน

3.2.1.1.1 การเตรียมเส้นใย

3.2.1.1.1.1 การสกัดน้ำมันปาล์มออกจากเส้นใยปาล์มจากผลปาล์ม (mesocarp oil palm fiber)

1. นำผลปาล์มมาแกะเอาเมล็ดออก นำเฉพาะส่วนที่เป็นกาบปาล์มซึ่งมีเส้นใยปาล์ม (mesocarp oil palm fiber) มาล้างทำความสะอาด จากนั้นนำไปต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
2. นำส่วนเส้นใยปาล์ม (mesocarp oil palm fiber) ที่ได้ไปสกัดเอาน้ำมันออกโดยวิธีการรีฟลักซ์ด้วยอุปกรณ์ Soxhlet (soxhlet apparatus method) โดยใช้ตัวทำละลายผสม เอทานอล/อะซิโตน 75:25 (w/w) ทำหน้าที่เป็นตัวสกัดน้ำมันปาล์มออกจากเส้นใย สีของตัวทำละลายในช่วงแรกจะเปลี่ยนเป็นสีเหลืองเนื่องจากเป็นสีน้ำมันปาล์มที่สกัดออกมา สกัดจนกระทั่งน้ำมันออกจากเส้นใยปาล์มจนหมดสังเกตจากตัวทำละลายที่สกัดได้ใสไม่มีสี

3. จากนั้นนำเส้นใยปาล์มที่ได้ไปล้างด้วยน้ำกลั่นอีกครั้ง นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิเพื่อไล่ความชื้น

3.2.1.1.1.2 การทำทริตเมนต์ผิวหน้าเส้นใยปาล์ม (Surface treatment)

1. นำเส้นใยปาล์มที่ได้ไปทำการทริตเมนต์ผิวหน้าเพื่อกำจัดแวกซ์ (wax) ที่อยู่บนเส้นใยปาล์ม โดยการนำไปแช่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 % w/w เป็นเวลานาน 48 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิห้อง
2. หลังจากนั้นนำเส้นใยปาล์มที่ได้ไปล้างด้วยน้ำกลั่นเพื่อกำจัดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ออกจากเส้นใยปาล์ม และนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 80°C นาน 12 ชั่วโมง
3. นำเส้นใยที่ได้ไปเก็บไว้ในเคซิเคเตอร์ เพื่อควบคุมความชื้นของเส้นใย

3.2.1.1.2 การทำปฏิกิริยาโพพอนิลเลชัน

1. นำเส้นใยปาล์มมาชั่งน้ำหนักก่อนทำปฏิกิริยา แล้วนำเส้นใยมาทำปฏิกิริยาโพพอนิลเลชัน โดยการนำเส้นใยมาแช่ในโพพอนิคแอนไฮไดรด์ ความเข้มข้น 96 % ในบีกเกอร์และปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระดาษฟรอยด์

2. นำไปอบในตู้อบ โดยแปรค่าอุณหภูมิและเวลาดังนี้คือ

2.1 ทำปฏิกิริยาที่เวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อุณหภูมิ 80, 100, 120, 130, 140 และ 150 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

2.2 ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5, 1, 2, 4 และ 8 ชั่วโมงตามลำดับ

3. นำเส้นใยที่ผ่านการทำปฏิกิริยาแล้วไปสกัดด้วยอะซิโตน (acetone) เพื่อแยกเอาโพพอนิคแอนไฮไดรด์ ที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยาออกจากเส้นใย โดยวิธีการรีฟลักซ์ด้วยอุปกรณ์ Soxhlet (soxhlet apparatus method) เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4. นำเส้นใยไปล้างด้วยน้ำกลั่น และนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 80°C นาน 12 ชั่วโมง

3.2.1.2 การวิเคราะห์ผลการดัดแปรเส้นใยปาล์ม แบ่งได้เป็น

3.2.1.2.1 การหาเปอร์เซ็นต์ yield

1. ชั่งน้ำหนักเส้นใยก่อนการทำปฏิกิริยาโพพอนิลเลชันด้วยเครื่องชั่งดิจิตอล 4 ตำแหน่ง จดบันทึกน้ำหนักที่ได้ หลังจากนั้นนำเส้นใยไปทำปฏิกิริยาภายใต้สภาวะอุณหภูมิและเวลาที่กำหนด .

2. นำเส้นใยปาล์มที่ผ่านการทำปฏิกิริยาโพพอนิลเลชันมาอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำเส้นใยมาชั่งน้ำหนัก เปรียบเทียบน้ำหนักเส้นใยก่อนและหลังทำปฏิกิริยาหาเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นบนเส้นใย โดยใช้สูตรคำนวณ

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{weight of after modification} - \text{weight of before modification}}{\text{weight of before modification}} \times 100$$

3.2.1.2.2 การวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR

1. นำเส้นใยที่ผ่านการทำปฏิกิริยาโพพอนิลเลชันไปทดสอบหาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) โดยเตรียมตัวอย่างด้วยการอัดผสมกับโปแตสเซียมโบรไมด์ (KBr)

3.2.2 การประยุกต์ใช้เส้นใยปาล์มในวัสดุคอมพอสิตและการศึกษาการยึดเกาะระหว่างผิวหน้าเส้นใยปาล์มกับพอลิเอสเตอร์เมตริกซ์ในวัสดุคอมพอสิต

วัตถุประสงค์การทดลอง

- 1 เพื่อศึกษาความแข็งแรงต่อการคดงอ(Flexural Strength) ของวัสดุคอมพอสิตที่เสริมด้วยเส้นใยปาล์ม โดยวิธีการทดสอบ Flexural Strength โดยเครื่องทดสอบ Universal Testing Machine
- 2 เพื่อศึกษาความแข็งแรงต่อการกระแทก(Impact strength) ของวัสดุคอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยปาล์มโดยวิธีการทดสอบ Charpy impact test
- 3 เพื่อศึกษาลักษณะผิวหน้าของเส้นใยปาล์มทั้งก่อนและหลังการทำทรีดเมนต์ และลักษณะผิวหน้าเส้นใยปาล์มภายหลังการทำปฏิกิริยาโพธิออนิลเลชันโดย SEM (Scanning Electro Microscope)
- 4 เพื่อศึกษาลักษณะผิวหน้าแสดงการยึดเกาะระหว่างเส้นใยปาล์มทั้งที่ผ่านการตัดแปรและไม่ตัดแปรกับเมทริกซ์ในวัสดุคอมพอสิตด้วยเทคนิค Scanning Electro Microscope (SEM)

วิธีการทดลอง

การทดลองในขั้นตอนนี้แบ่งได้เป็น สามขั้นตอน

- 1 การเตรียมชิ้นงานทดสอบวัสดุคอมพอสิตโดยการใช้เส้นใยปาล์มเสริมร่วมในพอลิเอสเตอร์ชนิดไม่อิ่มตัว
- 2 การทดสอบสมบัติเชิงกล
- 3 ศึกษาลักษณะการยึดเกาะระหว่างผิวหน้าของเส้นใยปาล์มกับพอลิเอสเตอร์เมทริกซ์

3.2.2.1 การเตรียมชิ้นงานทดสอบ

แบ่งได้เป็น 2 ขั้นตอนได้แก่การเตรียมแม่พิมพ์(mould) สำหรับหล่อเรซิน โดยใช้ยางซิลิโคน

การเตรียมแม่พิมพ์ซิลิโคน

1. ชั่งซิลิโคน 100 กรัม ผสมกับสารแข็งตัว(hardener) 2 กรัม กวนให้เข้ากันเป็นเนื้อเดียว จากนั้นเทลงในตัวแบบ positive ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง จากนั้นแกะแม่พิมพ์ออกจากตัวแบบ

การเตรียมชิ้นงานพอลิเอสเตอร์

- 1 ชั่งเรซิน 100 กรัม นำไปอบที่อุณหภูมิ 80°C นานประมาณ 30 นาที เพื่อลดความชื้นของเรซิน ซึ่งจะช่วยให้พองอากาศได้ง่ายขณะหล่อ
- 2 เติม COBALT (Co) 0.1 g ลงไป ในระยะแรกให้คนเร็วๆเพื่อให้ COBALTผสมเข้ากันได้ดีกับเรซิน หลังจากนั้นให้คนช้าเพื่อไม่ให้เกิดพองอากาศ
- 3 เติมตัว MEKPO PUTANOX M-60 0.5 g คนให้เข้ากัน สังเกตจนสีของเรซินจางลง(เปลี่ยนจากชมพูเป็นไม่มีสี)
- 4 เทเรซินลงในแม่พิมพ์ซิลิโคน(mould)ที่เตรียมไว้ โดยจะเทผ่านแท่งที่ใช้คนเพื่อลดโอกาสการเกิดพองอากาศ จนเต็มแม่พิมพ์
- 5 ทิ้งไว้จนเรซินแห้งสนิทและปล่อยให้ชิ้นงานแข็งตัวประมาณ 48 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง

การเตรียมชิ้นงานคอมพอสิต

เตรียมชิ้นงานทดสอบคอมพอสิตที่มีปริมาณเส้นใยปาล์ม 1.25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักดังนี้

- 1 นำเส้นใย 1 กรัมมาเรียงแบบสุ่ม(randomly scattered fiber)ในแม่พิมพ์ซิลิโคนที่เตรียมไว้รีดเส้นใยให้เรียบสม่ำเสมอ
- 2 ชั่งพอลิเอสเทอร์ชนิดไม่อิ่มตัวน้ำหนัก 80 กรัม นำไปอบที่อุณหภูมิ 80°C นานประมาณ 30 นาที ซึ่งเป็นการลดความชื้นเพื่อไล่ฟองอากาศ
- 3 เติม COBALT (Co) 0.08 กรัม ลงไป ในระยะแรกให้คนเร็วๆเพื่อให้ COBALT ผสมเข้ากันได้ดีกับเรซิน หลังจากนั้นให้คนช้าๆเพื่อไม่ให้เกิดฟองอากาศ
- 4 เติมตัว MEKPO PUTANOX M-6 0.4 g คนให้เข้ากัน สังเกตจนสีของเรซินจางลง
- 5 เทเรซินลงในแม่พิมพ์ที่เตรียมไว้ โดยจะเทผ่านแท่งที่ใช้คนเพื่อลดโอกาสการเกิดฟองอากาศ จนเต็มแม่พิมพ์
- 6 ทิ้งไว้จนเรซินแห้งสนิทและปล่อยให้ชิ้นงานแข็งตัวประมาณ 48 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง

3.2.2.2 การทดสอบเชิงกล

การเตรียมชิ้นงานก่อนการทดสอบเชิงกล

- 1 นำชิ้นงานที่ได้จากการหล่อมาตัดให้ได้ขนาด กว้าง 1.5 เซนติเมตรยาว 6 เซนติเมตร และหนา 0.5-0.6 เซนติเมตร เพื่อนำไปใช้ในการทดสอบ
- 2 นำชิ้นงานที่ได้จากการตัดไปตกแต่งผิวหน้าเพื่อกำจัดตำหนิที่อาจเกิดขึ้นด้วยขัดกับกระดาษทรายละเอียด

3.2.2.2.1 การทดสอบความแข็งแรงต่อการคดงอ (Flexural strength)

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 790 เพื่อทดสอบความแข็งแรงต่อการคดงอของวัสดุคอมพอสิต

วิธีการทดสอบ

- 1 นำชิ้นงานที่เตรียมไว้ซึ่งมีความกว้างประมาณ 1.5 เซนติเมตร ความยาวประมาณ 6 เซนติเมตร และหนา ประมาณ 0.5-0.6 เซนติเมตร
- 2 นำชิ้นงานไปทำการทดสอบกับเครื่อง Universal Testing Machine (Instron) โดยใช้อัตราเร็วการกดเท่ากับ 5 มิลลิเมตร/นาที
- 3 จัดบันทึกผล

3.2.2.2.2 การทดสอบความแข็งแรงต่อแรงกระแทก(Impact strength)

การทดสอบแบบ Charpy ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 256 เพื่อทดสอบความแข็งแรงต่อการกระแทกของวัสดุคอมพอสิต

วิธีการทดสอบ

- 1 นำชิ้นงานที่ได้จากการเตรียมไปบากให้เป็นร่อง ด้วยเครื่องบากชิ้นงานก่อนการทดสอบความต้านทานต่อการกระแทก

- 2 วัดขนาดของชิ้นงานโดยวัดความกว้าง ความหนา ความยาว และความลึกของรอยบาก จดบันทึก
- 3 นำชิ้นงานไปทำการทดสอบกับเครื่อง Impact Testing
- 4 จดบันทึก

3.2.2.3 การวิเคราะห์ผิวหน้าด้วยเทคนิค SEM

ศึกษาและเปรียบเทียบลักษณะ :

- 1 เส้นใยที่ทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านการทำ Surface treatment
- 2 การยึดเกาะระหว่างผิวหน้า (Interfacial adhesion) ของเส้นใยปลัดัมกับพอลิเอสเตอร์เมคริกซ์

วิธีการทดลอง

การเตรียมตัวอย่างสำหรับเทคนิค SEM

- 1 ตัดชิ้นงานให้มีขนาดน้อยกว่า 1 เซนติเมตร
- 2 ทำความสะอาดอย่างระมัดระวัง เพื่อกำจัดฝุ่นละอองออกจากชิ้นงาน
- 3 นำชิ้นงานไปเคลือบทอง ด้วยเทคนิค sputtering
- 4 นำชิ้นงานไปทดสอบด้วยเครื่อง SEM