

## บทที่ 3

### วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการ

#### 3.1 สารเคมี

##### 3.1.1 สารเคมีสำหรับเตรียมน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์

- น้ำยางชั้นชนิดแอมโมเนียสูง  
(HA Latex, บริษัทไทยรับเบอร์ลาเท็กซ์กรุ๊ป จำกัด)
- ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์,  $H_2O_2$  (50%, Commercial Grade, Peroxythai)
- กรดฟอร์มิก,  $CHOOH$  (98-100%, Merck )
- เมทานอล,  $CH_3OH$  (99.9%, Lab-Scan)
- Teric N30

##### 3.1.2 สารเคมีสำหรับเตรียมกาวยาง

- โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์,  $KOH$  (85%, A.R.Grade, Lab-Scan)
- ซิงค์ออกไซด์,  $ZnO$  (50%, Lucky Four Co.,Ltd.)
- กำมะถัน,  $S$  (50%, Lucky Four Co.,Ltd.)
- แซลลิไซลิก,  $ZDEC$  (50%, Lucky Four Co.,Ltd.)
- วิงสเตย์ แอล (50%, Lucky Four Co.,Ltd.)
- ไททานเนียมไดออกไซด์,  $TiO_2$  (50%, Lucky Four Co.,Ltd.)
- Potassium oleate (10%, Lucky Four Co.,Ltd.)
- Carboxymethylcellulose Sodium salt, CMC  
(1,500-4,500 mPa.s, Fluka)
- Salicylic acid

### 3.1.3 สารเคมีสำหรับเตรียมสารเพิ่มการยึดติด

- สารเพิ่มการยึดติดตามขอบเขตการวิจัย
  1. แป้งข้าวเหนียว (ชนิดไม่น้ำ ตราช้างทะเล)
  2. คิวมาโรน อินดีน เรซิน (Coumarone indene resin)
- สารเพิ่มการยึดติดนอกขอบเขตการวิจัย
  1. Petroleum resin
  2. Terpene phenolic resin
  3. ชัน (Dammar)
- โทลูอิน (99.5%, A.R. Grade, Lab-Scan)
- กรดโอเลอิก
- พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol, PVA )

## 3.2 อุปกรณ์

3.2.1 ปฏิกรณ์ (Reactor) เป็นอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซค์ แสดงดังภาพประกอบที่ 23 ประกอบด้วย

- ขวดแก้วขนาดความจุ 5 ลิตร สำหรับทำปฏิกิริยา
- ชุดไบพัดกววนต่อเข้ากับมอเตอร์
- อ่างน้ำร้อน (Water bath) สำหรับควบคุมอุณหภูมิ สามารถปรับอุณหภูมิในอ่างน้ำได้สูงสุด 110 องศาเซลเซียส



ภาพประกอบที่ 23 แสดงชุดอุปกรณ์สำหรับเตรียมน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซค์

### 3.2.2 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier

#### Transform Infrared spectrophotometer, FT-IR)

ยี่ห้อ Bruker รุ่น EQUINOX55 ใช้ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของสาร โดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงอินฟราเรดที่ความยาวคลื่น 0.8-200 ไมโครเมตร หรือรังสีที่มีเลขคลื่น 12,500-50  $\text{cm}^{-1}$  ลักษณะของเครื่องแสดงดังภาพประกอบที่ 24

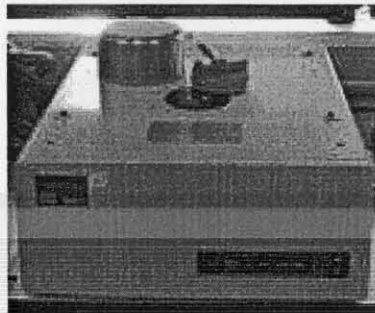


ภาพประกอบที่ 24 แสดงเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

### 3.2.3 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning

#### Calorimeter, DSC)

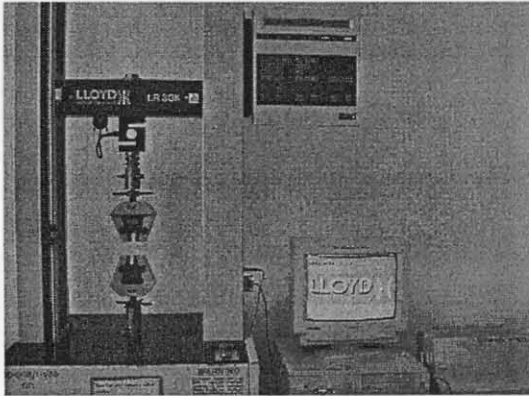
ใช้ศึกษาสมบัติด้านความร้อนของสาร ซึ่งสามารถลดอุณหภูมิให้ต่ำลง เพื่อหาค่าอุณหภูมิคล้ายแก้ว (Glass transition temperature,  $T_g$ ) โดยใช้ในโครเจนเหลว ลักษณะของเครื่องแสดงดังภาพประกอบที่ 25



ภาพประกอบที่ 25 แสดงเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์

### 3.2.4 เครื่องทดสอบสมบัติด้านการดึง (Universal testing machine)

ยี่ห้อ LLOYD รุ่น LR 30 K หัวจับทดสอบแรงดึงแบบ Parallel wedge grip TG.28 (30 KN) ลักษณะของเครื่องแสดงดังภาพประกอบที่ 26



ภาพประกอบที่ 26 แสดงเครื่องทดสอบสมบัติด้านการดึง

### 3.2.5 ตู้อบอากาศร้อน (Hot air oven)

ยี่ห้อ EYELA รุ่น NDO-600 N สามารถปรับอุณหภูมิการใช้งานได้สูงสุด 250 องศาเซลเซียส

### 3.2.6 เครื่องชั่งไฟฟ้า (Electrical balance)

ยี่ห้อ METTLER รุ่น TOLEDO ชั่งได้ละเอียด 0.01 กรัม สามารถรับน้ำหนักได้สูงสุด 5,000 กรัม

### 3.2.7 เครื่องวัดความหนืด อาร์ วี บรูคฟิลด์ (RV Brook-field viscometer)

รุ่น LVT สามารถใช้ความเร็วในการหมุนได้สูงสุดที่ 60 รอบต่อนาที ลักษณะของเครื่องแสดงดังภาพประกอบที่ 27



ภาพประกอบที่ 27 แสดงเครื่องวัดความหนืด อาร์ วี บรูคฟิลด์

### 3.2.8 เครื่องหมุนเหวี่ยงแบบควบคุมอุณหภูมิ (Centrifuging refrigerated )

ยี่ห้อ SORVALL รุ่น RC 5B plus สามารถปรับอุณหภูมิการใช้งานได้ในช่วง -20 ถึง 40 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบในการหมุนสูงสุดที่ 25,000 รอบต่อนาที ลักษณะของเครื่อง แสดงดังภาพประกอบที่ 28



ภาพประกอบที่ 28 แสดงเครื่องหมุนเหวี่ยง

### 3.2.9 เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH-meter)

ยี่ห้อ ORION รุ่น 420A

## 3.3 วิธีกรวิจัย

### 3.3.1 การเตรียมน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์จากปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน [10]

การเตรียมน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์ โดยใช้สารเคมีตามอัตราส่วนที่แสดงดังตาราง ที่ 8 นำน้ำยางชันชนิดแอมโมเนียสูงมาเจือจางปริมาณเนื้อยางแห้ง (Dry Rubber Content, DRC) เป็น 20 % โดยน้ำหนัก แล้วเติมลงในปฏิกรณ์ที่มีเครื่องกวน ปรับอุณหภูมิให้ได้ 50 องศาเซลเซียส แล้วเติมสบู่ Teric N30 เข้มข้น 10% โดยน้ำหนัก เพื่อป้องกันไม่ให้น้ำยางจับตัว กวนให้เข้ากันประมาณ 20 นาที เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และกรดฟอร์มิคแล้วปล่อยให้เกิดปฏิกิริยา 9 ชั่วโมง เก็บตัวอย่างประมาณ 10 มิลลิลิตร เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อีพอกไซด์ด้วยเครื่องอินฟราเรด สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR) และค่าอุณหภูมิคล้ายแก้วด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่ง แคลอริมิเตอร์ โดยนำตัวอย่างที่ได้ไปจับตัวด้วยเมทานอล ริดให้เป็นแผ่นบางๆ ล้างด้วยน้ำ หลายๆ ครั้ง หลังจากนั้นนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 36 ชั่วโมง

นำน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซค์ที่ได้ไปปั่นโดยเครื่องหมุนเหวี่ยงที่อุณหภูมิ 2 องศาเซลเซียส ความเร็ว 7,000 - 8,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาทีเพื่อปรับค่า DRC ให้เป็น 60% โดยน้ำหนัก ก่อนที่จะนำไปทำกาา

ตารางที่ 8 แสดงอัตราส่วนของสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง [10]

สารเคมี	ปริมาณที่ใช้ (กรัม)
Latex, dry weight	115.6
Hydrogen peroxide	797
Formic acid	174
Teric N30	50

### 3.3.2 การวิเคราะห์สมบัติของน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซค์

#### 3.3.2.1 การวิเคราะห์ปริมาณหมู่อีพอกไซค์

นำตัวอย่างน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซค์ที่แห้งประมาณ 2 กรัม มาตัดเป็นชิ้นเล็กๆ แล้วละลายในคลอโรฟอร์มในหลอดทดลองขนาดกลาง ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 1 คืน หรือจนยางเกิดลักษณะเจล หลังจากนั้นนำเจลที่ได้ไปทาเป็นแผ่นฟิล์มบางๆ บนเซลล์โพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) นำไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จนกระทั่งตัวทำละลายระเหยหมด จึงนำไปวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อีพอกไซค์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR) และเทคนิคแมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโกปี ( $^1\text{H-NMR}$ )

#### 3.3.2.2 การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน

นำตัวอย่างน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซค์ที่แห้งแล้วประมาณ 10 มิลลิกรัม บรรจุลงในเซลล์อลูมิเนียม แล้วนำไปวางในตำแหน่งวางเซลล์ของเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (DSC) ทำการทดลองภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน โดยใช้ไนโตรเจนเหลวเป็นสารหล่อเย็น เพื่อลดอุณหภูมิของตัวอย่างลงจนมีอุณหภูมิต่ำกว่าค่าอุณหภูมิกว้างแก้วของยางธรรมชาติคงที่ที่อุณหภูมินั้นไว้ 10 นาที ให้ความร้อนแก่ตัวอย่างยางด้วยอัตราคงที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที บันทึกค่าอุณหภูมิกว้างแก้วของยางตัวอย่างที่ได้

### 3.3.3 การเตรียมสารเคมีสำหรับกาว

วิงสเคย์ แอล 50% โดยน้ำหนัก (สารป้องกันการเสื่อมสภาพ)

โททาเนียมไดออกไซด์ 50% โดยน้ำหนัก (สารให้สีขาว)

ซิงค์ออกไซด์ 50% โดยน้ำหนัก (สารกระตุ้น)

แซดดีอีซี 50% โดยน้ำหนัก (สารเร่งปฏิกิริยาให้ยางคงรูป)

กำมะถัน 50% โดยน้ำหนัก (สารทำให้ยางคงรูป)

สารเคมีที่ใช้ผสมกับกาวยางจะใช้ในรูปของคิสเพิสชัน โดยสารเคมีที่ใช้ 50 กรัมค่อนำ 48 กรัมต่อสารช่วยในการกระจาย 2 กรัม นำไปบดขยี้ด้วยเครื่องบอลมิลเป็นเวลา 48 ชั่วโมง ยกเว้น กำมะถันที่ต้องบดขยี้เป็นเวลา 72 ชั่วโมง

### 3.3.4 การเตรียมสารเพิ่มการยึดติด

#### 1. แป้งข้าวเหนียวเจลลาตินไนซ์

เตรียมแป้งข้าวเหนียวเจลลาตินไนซ์ 5, 10 และ 15% โดยน้ำหนัก ตัวอย่างการเตรียม แป้งข้าวเหนียวเจลลาตินไนซ์ 5% โดยน้ำหนัก ผสมแป้งข้าวเหนียว 5 กรัม กับน้ำกลั่น 95 กรัม ใน บีกเกอร์ กวนผสมบนเครื่องให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

#### 2. คิวมาโรนอิมัลชัน (Coumarone emulsion) (ซื้อแนะนำโดย รศ. ดร. เจริญ นาคะ สรรค์)

เตรียมในรูปอิมัลชันแสดงดังภาพประกอบที่ 29 โดยประกอบด้วย 4 ขั้นตอนคือ

**ขั้นตอนที่ 1**

ละลายคิวมาโรน อินคิน เรซินปริมาณ 40 กรัม ในโทลูอิน 43 กรัม ที่อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิอ่างน้ำร้อนที่ 75 องศาเซลเซียส 25 นาที เติมกรดโอเลอิก 1.4 กรัม โดยกวนตลอดเวลาจะได้ สารเคมีส่วนที่ 1 มีสีน้ำตาลใสและเหลว

#### **ขั้นตอนที่ 2**

ละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 0.34 กรัม ในน้ำปริมาณ 1.02 กรัม แล้ว กวนให้เข้ากันจะได้สารเคมีส่วนที่ 2

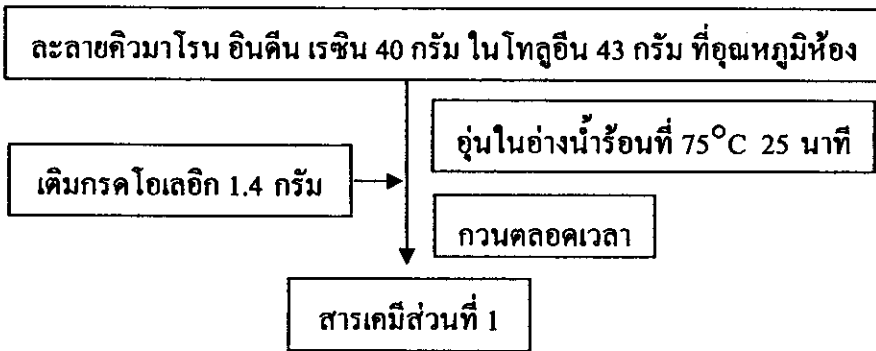
#### **ขั้นตอนที่ 3**

ละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (MW 93,000 g/mole) ปริมาณ 12 กรัม ในน้ำ ปริมาณ 86 กรัม ให้ความร้อนแล้วกวนให้เข้ากันจนละลายจะได้สารเคมีส่วนที่ 3

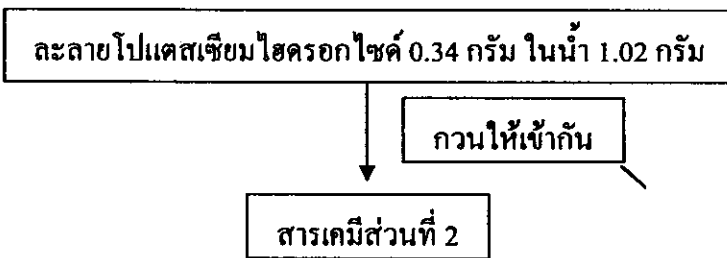
#### **ขั้นตอนที่ 4**

เตรียมสารเพิ่มการยึดติดในรูปอิมัลชันที่ 75 องศาเซลเซียส โดยนำสารเคมีส่วนที่ 2 หยอดผสมกับสารเคมีส่วนที่ 1 อย่างช้าๆ สารที่ได้จะเริ่มข้นขึ้น ระหว่างผสมต้องกวนอย่างแรง ตลอดเวลา หลังจากนั้นผสมสารเคมีส่วนที่ 3 จะได้คิวมาโรนอิมัลชัน

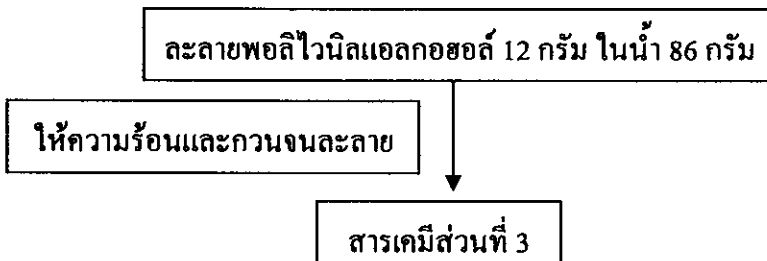
## ขั้นตอนที่ 1



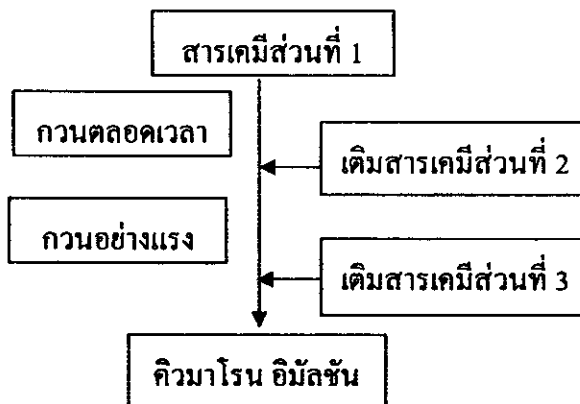
## ขั้นตอนที่ 2



## ขั้นตอนที่ 3



## ขั้นตอนที่ 4



ภาพประกอบที่ 29 แสดงวิธีการเตรียมคิวมาโรนอิมัลชัน (ข้อแนะนำ โดย รศ. ดร. เจริญ นาคะสรรค์)



3. ปิโตรเลียมและเทอร์พีนฟีนอลิกอิมัลชัน (Petroleum and Terpene phenolic emulsion) เตรียมในรูปอิมัลชันโดยใช้วิธีการเช่นเดียวกับการเตรียมคิวมาโรนอิมัลชัน

4. ชัน (Dammar) นำไปบดค้อยด้วยเครื่อง Ball mills เป็นเวลา 48 ชั่วโมงและผสมตามปริมาณที่กำหนด

### 3.3.5 การเตรียมกาวยาง

ในส่วนการศึกษาเบื้องต้นได้ใช้กาวยางธรรมชาติอีพอกไซค์สูตรพื้นฐานตามสูตรอ้างอิงการผลิตกาวยางจากน้ำยางเพื่อใช้ในงานทั่วไป [18] แสดงดังตารางที่ 9 โดยเลือกใช้เปอร์เซ็นต์โมลอีพอกไซค์ของน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซค์ที่เหมาะสมเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นสำหรับเตรียมกาวยางธรรมชาติอีพอกไซค์ และทำการ ศึกษาปริมาณของสารเพิ่มการยึดติดที่มีผลต่อสมบัติของกาวจากน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซค์ เมื่อได้สัดส่วนของสารเพิ่มการยึดติดที่เหมาะสมได้มีการปรับปรุงกาวยางสูตรพื้นฐาน โดยใช้ชื่อว่ากาวยางธรรมชาติ อีพอกไซค์สูตรปรับปรุงแสดงดังตารางที่ 10 โดยมีการเติม Carboxy methyl cellulose (CMC) 5% โดยน้ำหนัก เพื่อเพิ่มความหนืดของกาว Potassium oleate 10% โดยน้ำหนัก เพื่อเพิ่มความเสถียรและ Salicylic acid 15% โดยน้ำหนัก สำหรับการป้องกันเชื้อรา (ขอแนะนำโดย รศ. ดร. เจริญ นาคะสรรค์)

ตารางที่ 9 แสดงอัตราส่วนของสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมกาวยางธรรมชาติอีพอกไซค์  
สูตรพื้นฐาน [18]

สารเคมี	น้ำหนักแห้ง (phr)
60% น้ำยางธรรมชาติอีพอกไซค์	100
10% โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์	0.5
50% วิงสเคย์ แอล	1.5
50% ไททานเนียมไดออกไซด์	1.5
50% ซิงค์ออกไซด์	2
50% แซคคิอีนี	1
50% กำมะถัน	2
สารเพิ่มการยึดติด ได้แก่ แป้งข้าวเหนียวเจลาตินไนซ์ และคิวมาโรนอิมัลชัน	อัตราส่วนต่างๆ

หมายเหตุ % คือ % โดยน้ำหนัก

### 3.3.6 การทดสอบสมบัติของกาวยางตามมาตรฐานต่างๆ

(รายละเอียดในบทที่ 2 หัวข้อ 3.5)

- ทดสอบสมบัติของกาวตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกาวยาง (มอก.521-2527) ได้แก่การหาปริมาณเนื้อกาว ความหนาแน่น และความหนืด
- ทดสอบสมบัติของกาวตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกาวโพลีไวนิล อะซิเตดอิมัลชัน (มอก.181-2530) ได้แก่ ความเป็นกรด-ด่าง
- ทดสอบความต้านแรงลอก (Cleavage peel strength) (ASTM D3807) ใช้ชั้นทดสอบจำนวน 5 ชั้นต่อหนึ่งตัวอย่าง
- ทดสอบความต้านแรงเฉือน (Shear strength) (ASTM D2339) ใช้ชั้นทดสอบจำนวน 10 ชั้นต่อหนึ่งตัวอย่าง
- ทดสอบความแข็งแรงของรอยต่อแบบนิ้วมือประสาน (ทำการทดสอบเฉพาะกาว สูตรผสมสารเพิ่มการยึดติดที่ให้ค่าความต้านแรงเฉือนสูงสุด)

1. การดึงขนานเสี้ยน (Tension parallel to grain)

(AITC Test 106. 1967) ใช้ชั้นทดสอบจำนวน 10 ชั้นต่อหนึ่งตัวอย่าง

2. การคดสถิตย์ (Static bending)

(ASTM 1989a) ใช้ชั้นทดสอบจำนวน 10 ชั้นต่อหนึ่งตัวอย่าง

ตารางที่ 10 แสดงอัตราส่วนของสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมกาวยางธรรมชาติอีพอกไซค์  
สูตรปรับปรุง

	น้ำหนักแห้ง (phr)
60% น้ำยางธรรมชาติอีพอกไซค์	100
10% โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์	0.5
50% วิงสเตย์ แอล	1.5
50% ไททานเนียมไดออกไซด์	1.5
50% ซิงค์ออกไซด์	2
50% แซคคีอ์ซี	1
50% กำมะถัน	2
5% CMC	3
10% Potassium oleate	3
15% Salicylic acid	0.3
สารเพิ่มการยึดติด ได้แก่ แป้งข้าวเหนียวเจลาตินไนซ์ และ คิวมาโรนอิมัลชัน	อัตราส่วนต่างๆ

หมายเหตุ % คือ % โดยน้ำหนัก