

การพัฒนาคอมพอสิตอย่างธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสจากชานอ้อย



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2564

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

DEVELOPMENT OF NATURAL RUBBER COMPOSITES FILLED WITH CELLULOSE FIBER
FROM SUGARCANE BAGASSE



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science

Field of Study of Petrochemistry and Polymer Science

FACULTY OF SCIENCE

Chulalongkorn University

Academic Year 2021

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การพัฒนาคอมพอลิตรายธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลส จากชานอ้อย
โดย	นายเชาวลิต พูลพิพัฒน์
สาขาวิชา	ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร.กนกทิพย์ บุญเกิด

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

.....	คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	
.....	ประธานกรรมการ
(ศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โปธิยะราช)	
.....	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร.กนกทิพย์ บุญเกิด)	
.....	กรรมการ
(ศาสตราจารย์ ดร.นพิตา ทิพย์ธีระนันทน์)	
.....	กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิรัชญา แก้ววัฒนะ)	

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีเนื่องจากการได้รับความช่วยเหลือ ความร่วมมือ และได้รับ การสนับสนุนเป็นอย่างดีจากบุคคลากรหลายท่าน ข้าพเจ้าในฐานะผู้วิจัยจึงต้องกราบ ขอบพระคุณ อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก และอาจารย์ที่ปรึกษาร่วมที่ให้ความกรุณาในการให้คำแนะนำพร้อม ทั้งคำปรึกษา ตลอดไปจนถึงข้อเสนอแนะที่เป็นประโยชน์จนงานวิจัยนี้สามารถสำเร็จได้อย่างสมบูรณ์โดย มีรายชื่อดังต่อไปนี้ รองศาสตราจารย์ ดร.กนกทิพย์ บุญเกิด ได้ให้คำปรึกษาและแนะแนวทางในการทำ วิจัย รวมถึงการจัดหาสารเคมีและวัสดุอุปกรณ์ที่จำเป็นสำหรับการวิจัย อีกทั้งยังให้ความช่วยเหลือใน การตรวจทาน และแก้ไขให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ถูกต้องสมบูรณ์มาโดยตลอด

กราบขอบพระคุณศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โปธิยะราช ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ศาสตราจารย์ ดร.นพิตา ทิณชีระนนท์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิรัชญา แก้ววัฒนะ กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย ที่ได้สละเวลาอันมีค่าในการเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และให้คำแนะนำในการเขียนวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

ขอขอบคุณ ดร.เจี๊ยงซิติ หะยีเจี๊ยงและ ผู้ให้คำปรึกษาและให้ความช่วยเหลือตลอดในการ ดำเนินงาน และขอขอบคุณเพื่อนนักศึกษาในกลุ่มวิจัยในหลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ และเจ้าหน้าที่ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้ให้ความช่วยเหลือใน การทำวิจัย ทั้งในเรื่องการจัดหาสารเคมีที่ใช้ วิธีการทดลองและใช้งานเครื่องมือทดสอบ วิธีการเขียน วิทยานิพนธ์ และเรื่องอื่น ๆ ที่ส่งผลให้วิทยานิพนธ์นี้เสร็จสมบูรณ์ ขอขอบคุณหน่วยปฏิบัติการวิจัยวัสดุสี เขียวสำหรับการประยุกต์เชิงอุตสาหกรรม สำหรับทุนการศึกษา ขอขอบคุณทุนนำเสนองานวิชาการ ภายนอกประเทศจากจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้มอบทุนค่าใช้จ่าย ในการการนำเสนองานวิชาการ สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดาและบุคคลในครอบครัวทุกท่านที่ได้ให้การสนับสนุน และให้ กำลังใจในการศึกษาระดับมหาบัณฑิต งานวิจัยและการเขียนวิทยานิพนธ์ประกอบการศึกษาได้สำเร็จ ลุล่วงไปได้ด้วยดี

เขาวลิต พูลพิพัฒน์

สารบัญ

	หน้า
.....	ค
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูปภาพ.....	ฎ
บทที่ 1	1
1.1 มูลเหตุจูงใจ และที่มาของโครงการวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
บทที่ 2	4
2.1 ยาง (Rubber).....	4
2.1.1 ยางธรรมชาติ (Natural rubber, NR)	4
2.1.2 ยางสังเคราะห์ (Synthetic rubber).....	5
2.1.3 การวัลคาไนซ์ยาง (Vulcanization).....	5
2.1.4 สารเร่งปฏิกิริยายางคงรูป (Vulcanization accelerators).....	6
2.1.5 สารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยายางคงรูป (Accelerator activators).....	8
2.1.6 สารเสริมแรง (Reinforcing filler).....	9
2.2 เส้นใยเซลลูโลส (Cellulose fibers)	11

2.2.1 เส้นใยชานอ้อย	11
2.4 การแบ่งประเภทของเส้นใยเซลลูโลสตามลักษณะทางกายภาพ	13
2.4.1 เซลลูโลสนาโนคริสตัล (Cellulose nanocrystals, CNC)	13
2.4.2 เซลลูโลสนาโนไฟบริล (Cellulose nanofibrils, CNF).....	13
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	13
บทที่ 3	21
3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	21
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	23
3.3 แผนภูมิขั้นตอนการทดลอง	24
3.4 ขั้นตอนดำเนินงานวิจัย.....	27
3.4.1 การเตรียมเส้นใยเซลลูโลส	27
3.4.2 การตัดแปรรูปผิวของเส้นใยเซลลูโลส	27
3.4.3 การขึ้นรูปแผ่นฟิล์มผสมเส้นใยเซลลูโลสตัดแปรรูป	28
3.4.4 การเตรียมยางคอมพาวนด์.....	28
3.4.5 การวิเคราะห์ลักษณะการคงรูปของยาง	30
3.4.6 การขึ้นรูปยางวัลคาไนซ์	31
3.4.7 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติของเซลลูโลสและเซลลูโลสตัดแปรรูปผิว	31
3.4.8 การทดสอบสมบัติของยางวัลคาไนซ์	34
บทที่ 4	36
4.1 การเตรียมเส้นใยเซลลูโลสจากกากชานอ้อย	36
4.1.1 ลักษณะทางกายภาพของเส้นใยเซลลูโลสจากกากชานอ้อย.....	36
4.1.2 โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยเซลลูโลส	38
4.1.3 โครงสร้างผลึกของเส้นใยเซลลูโลส	40
4.1.4 โครงสร้างสัณฐานวิทยาของเส้นใยเซลลูโลส.....	41

4.2 การตัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลน	42
4.2.1 โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน.....	43
4.2.2 สมบัติทางความร้อนของเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน.....	44
4.2.3 โครงสร้างผลึกของเส้นใยเซลลูโลสก่อนและหลังการตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน	45
4.3 อิทธิพลของเส้นใยเซลลูโลสตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนต่อสมบัติของคอมพอสิตยาง ธรรมชาติ.....	49
4.3.1 พฤติกรรมการวัลคาไนซ์ของคอมพอสิตยางธรรมชาติ	49
4.3.2 สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติ.....	52
4.3.3 สมบัติการเชื่อมขวางของคอมพอสิตยางธรรมชาติ	53
4.3.4 ลักษณะสัญญาณวิทยาของคอมพอสิตยางธรรมชาติ.....	54
4.4 การตัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES.....	56
4.4.1 การตัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES	56
4.4.2 สมบัติเชิงความร้อนของเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES	57
4.4.3 ผลึกของเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES.....	58
4.4.4 ลักษณะสัญญาณวิทยาของเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES	60
4.5 ผลของชนิดสารคู่ควบไซเลนต่อสมบัติของคอมพอสิตยางธรรมชาติเสริมแรงด้วยเส้นใย เซลลูโลส.....	62
4.5.1 สมบัติการวัลคาไนซ์ของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิว ด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES	62
4.5.2 สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสาร คู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES	64
4.5.3 ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมขวางของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES	65

4.5.4 ลักษณะสัณฐานวิทยาของคอมพอสิตยางธรรมชาติ.....	66
บทที่ 5	68
5.1 สรุปผลการทดลอง	68
5.2 ข้อเสนอแนะ	69
บรรณานุกรม.....	70
ประวัติผู้เขียน.....	75



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สารบัญตาราง

ตารางที่ 2.1 สมบัติเชิงกลของเส้นใยชนิดต่างๆ [20].....	12
ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกลของยางสไตรีน-บิวทาไดอีน (SBR)/หน่วยคราเซลลูโลสจากแบคทีเรีย (BCW) นาโนคอมพอสิต[29].....	20
ตารางที่ 3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลองและหน้าที่ของสารเคมี	21
ตารางที่ 3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	23
ตารางที่ 3.3 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลองและหน้าที่ของสารเคมี	29
ตารางที่ 4.1 หมู่ฟังก์ชันทางเคมีชนิดต่าง ๆ กับตำแหน่งเลขคลื่นที่เกิดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด[24]	39
ตารางที่ 4.2 ปริมาณผลึกของกากขานอ้อยและเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการบำบัดด้วยกระบวนการทาง	41
ตารางที่ 4.3 ปริมาณความเป็นผลึกของเส้นใยจากกากขานอ้อยที่ตัดแปรและไม่ได้ตัดแปรพื้นผิวด้วย สารควบคู่ไซเลน	46
ตารางที่ 4.4 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลส	51
ตารางที่ 4.5 ดัชนีความเป็นผลึกของเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ตัดแปรและตัดแปรพื้นผิวด้วยสารควบคู่ไซเลนชนิด TESPT และ เทียบกับ TMPES	59
ตารางที่ 4.6 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิว	64

สารบัญรูปภาพ

รูปที่ 2.1 ประเภทของยาง	4
รูปที่ 2.2 สูตรโครงสร้างยางธรรมชาติ	4
รูปที่ 2.3 โครงสร้างดีไอทีจี	6
รูปที่ 2.4 โครงสร้างบีเอ	7
รูปที่ 2.5 โครงสร้างซีบีเอส.....	7
รูปที่ 2.6 โครงสร้างเอ็มบีทีเอส	7
รูปที่ 2.7 โครงสร้างทีเอ็มที	8
รูปที่ 2.8 โครงสร้างโซเดียมไดไฮโอคาร์บาเมต	8
รูปที่ 2.9 โครงสร้างกลุ่มโซเดียมไดไฮโอคาร์บาเมต	8
รูปที่ 2.10 ลักษณะของซิงค์ออกไซด์.....	9
รูปที่ 2.11 ลักษณะของกรดสเตียริก	9
รูปที่ 2.12 ลักษณะของเขม่าดำ	10
รูปที่ 2.13 ลักษณะของซิลิกา.....	10
รูปที่ 2.14 ลักษณะของแคลเซียมคาร์บอเนต	11
รูปที่ 2.15 ลักษณะของกากชานอ้อย	12
รูปที่ 2.16 ความแตกต่างของ CNC กับ CNF [20].....	13
รูปที่ 2.17 ลำดับชั้นของโครงสร้างเส้นใยเซลลูโลสที่ได้จากชานอ้อย[21]	14
รูปที่ 2.18 ทิศทางการจัดเรียงตัวของเส้นใยต่อสมบัติของคอมพอสิตยางธรรมชาติ[22]	14
รูปที่ 2.19 ลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของนาโนเซลลูโลก่อนและหลังการปรับพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเรน[23]	15
รูปที่ 2.20 ผลของดัดแปรพื้นผิวเซลลูโลสต่อสมบัติทางกลของคอมพอสิตยางผง[23].....	15
รูปที่ 2.21 ผลของดัดแปรพื้นผิวเซลลูโลสต่อสมบัติเชิงความร้อนของคอมพอสิตยางผง[23].....	16

รูปที่ 2.22	สัณฐานวิทยา (A) ชานอ้อยที่ไม่ผ่านการบำบัด (B) สกัดเซลลูโลสจากชานอ้อยที่ไม่ผ่านการบำบัด (C) สกัดเซลลูโลสจากของเหลวอัลคาไลและไอออนิกชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดแล้ว[25]	16
รูปที่ 2.23	สมบัติความต้านทานแรงดึงของ PMMA/Cellulose คอมพอสิต[26]	17
รูปที่ 2.24	กราฟความเค้น-ความเครียดของฟิล์มนาโนคอมพอสิตยาง/เซลลูโลสสวิสเกอร์ (CW) [26]	17
รูปที่ 2.25	ความต้านทานแรงกระทำของคอมพอสิต PP เสริมด้วยเส้นใยชานอ้อยอ้อยซึ่งแสดงเป็นฟังก์ชันของปริมาณเส้นใย สัญลักษณ์: (□) ไม่บำบัด, (■) ไม่บำบัด, MAPP, (o) บำบัดด้วยต่าง, (●) บำบัดด้วยต่าง, MAPP[27].....	18
รูปที่ 2.26	ความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานแรงดึงของคอมพอสิต PP เสริมด้วยเส้นใยชานอ้อยอ้อยซึ่งแสดงเป็นฟังก์ชันของปริมาณเส้นใย สัญลักษณ์: (□) ไม่บำบัด, (■) ไม่บำบัด, MAPP, (o) บำบัดด้วยต่าง, (●) บำบัดด้วยต่าง, MAPP[27]	18
รูปที่ 2.27	สัณฐานวิทยา (a) เส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการบำบัด และ (b) เส้นใยเซลลูโลสที่บำบัดด้วย Si69 / ซิลิกาคอมพอสิตยางธรรมชาติเสริมกำลังขยาย 400 เท่า[28].....	19
รูปที่ 3.1	แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมเส้นใยเซลลูโลสและเส้นใยเซลลูโลสตัดแปรพื้นผิวจากกากชานอ้อย	25
รูปที่ 3.2	แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมเส้นใยเซลลูโลส	26
รูปที่ 3.3	เครื่องเครื่องบดผสมยางแบบปิด	29
รูปที่ 3.4	เครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง	30
รูปที่ 3.5	เครื่องทดสอบลักษณะการคงรูปแบบไม่มีโรเตอร์	30
รูปที่ 3.6	เครื่องอัดขึ้นรูปแบบกดอัด	31
รูปที่ 3.7	เครื่องทดสอบฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปคโตรมิเตอร์.....	32
รูปที่ 3.8	เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์รุ่น D8 Advance.....	32
รูปที่ 3.9	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราดและอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุ	33
รูปที่ 3.10	เครื่องทดสอบการสลายตัวทางความร้อน	33
รูปที่ 4.1	ลักษณะทางกายภาพของ (a) กากชานอ้อย (b) กากชานอ้อยหลังจากแช่ในกรดซัลฟิวริก	37
รูปที่ 4.2	ลักษณะทางกายภาพของเส้นใยเซลลูโลสหลังจากฟอกขาวที่	38

รูปที่ 4.3	สเปกตรัมของ (a) กากชานอ้อย (b) เส้นใยกากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริก (c) เส้นใยกากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริกและต่าง และ (d) เส้นใยกากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริก/ต่าง/สารฟอกขาว	39
รูปที่ 4.4	XRD pattern (a) กากชานอ้อย (b) เส้นใยกากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริก (c) เส้นใยกากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริกและต่าง และ (d) เส้นใยกากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริก/ต่าง/สารฟอกขาว	40
รูปที่ 4.5	สัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 50 (= 1) และ 5000x (=2) ของ (a) กากชานอ้อย (b) เส้นใยกากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริก (c) เส้นใยกากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริกและต่าง และ .	42
รูปที่ 4.6	ปฏิกิริยาระหว่างเส้นใยเซลลูโลสกับไซเลนชนิด TESPT [33]	43
รูปที่ 4.7	สเปกตรัมของเส้นใยเซลลูโลส (a) ที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิวและ (b) ที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT	44
รูปที่ 4.8	การสลายตัวเนื่องจากความร้อนของ (a) เส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปร.....	45
รูปที่ 4.9	XRD patter ของเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิวและที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT	46
รูปที่ 4.10	สัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 50 (= 1) และ 5000x (=2) ของเส้นใยเซลลูโลส (a) ที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิวและ (b) ที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT	47
รูปที่ 4.11	ผลของการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิค EDS ของเส้นใยเซลลูโลส	48
รูปที่ 4.12	ลักษณะการวัดคาบของคอมพอสิตยางธรรมชาติเสริมแรงด้วยเส้นใยเซลลูโลส.....	50
รูปที่ 4.13	ปฏิกิริยาระหว่างสารคู่ควบไซเลน TESPT ที่เกาะติดบนพื้นผิวเส้นใยกับโมเลกุลยาง [33]	51
รูปที่ 4.14	สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติเติมเส้นใยเซลลูโลส (a) มอดูลัสที่ระยะยืด 100% (b) ความต้านทานต่อแรงดึง (c) ระยะยืดขาด และ (d) ความต้านทานต่อการฉีกขาด	53
รูปที่ 4.15	ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เสริมแรงด้วยเส้นใยเซลลูโลส	54
รูปที่ 4.16	สัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 50 (= 1), 500 (= 2), 5000x (=3) ของคอมพอสิตยางธรรมชาติ (a) ที่ไม่เติมเซลลูโลส (b), (c), (d) ที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ตัดแปรพื้นผิวที่ 1, 2 และ	

3 phr และ (e), (f), (g) ที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ 1, 2 และ 3 phr	56
รูปที่ 4.17 FTIR สเปกตรัมของเส้นใยเซลลูโลส (a) เซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรพื้นผิว, (b) เส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES และ (c) เซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรพื้นผิวที่ดัดแปรพื้นผิวด้วย TESPT	57
รูปที่ 4.18 การสลายตัวเนื่องจากความร้อนของ (a) เส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปร	58
รูปที่ 4.19 XRD pattern ของเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน	59
รูปที่ 4.20 สัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 50 (= 1) และ 5000x (=2) ของเส้นใยเซลลูโลส (a) ที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปรพื้นผิวและ (b) และ (c) ที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT และเทียบกับ TMPES	60
รูปที่ 4.21 EDS-SEM ของเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES	61
รูปที่ 4.22 ลักษณะการคงรูปของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES	63
รูปที่ 4.23 โครงสร้างทางเคมีของสารคู่ควบไซเลนชนิด (a) TESPT เทียบกับ (b) TMPES[33] [34] [34]	63
รูปที่ 4.24 สมบัติเชิงกล (a) มอดุลัสที่ระยะยืด 100% (b) ความต้านทานต่อแรงดึง (c) ระยะยืด ณ จุดขาด และ (d) ความต้านทานต่อการฉีกขาดของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรและที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES.....	65
รูปที่ 4.25 ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรและที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES.....	66
รูปที่ 4.26 สัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 50 (= 1), 500 (= 2), 5000x (=3) ของคอมพอสิตยางธรรมชาติ (a) ที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรพื้นผิวที่, (b) และ (c) ที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES	67

บทที่ 1

บทนำ

1.1 มูลเหตุจูงใจ และที่มาของโครงการวิจัย

จากอดีตจนถึงปัจจุบันยางถูกนำมาใช้เป็นผลิตภัณฑ์อย่างแพร่หลาย เนื่องจากยางมีสมบัติด้านความยืดหยุ่นที่เด่นกว่าวัสดุชนิดอื่น ยางสามารถแบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม ตามแหล่งที่มาได้เป็นยางธรรมชาติและยางสังเคราะห์ โดยยางธรรมชาติมีสมบัติเชิงกลสูงกว่ายางสังเคราะห์ ซึ่งเป็นผลมาจากโครงสร้างทางเคมีของยางธรรมชาติที่สม่ำเสมอ ทำให้สามารถตกผลึกได้เมื่อถูกดึงยืด เป็นผลทำให้เกิดการเสริมแรงด้วยตนเอง ด้วยเหตุนี้ยางธรรมชาติจึงเป็นยางที่ถูกนำมาใช้งานเป็นอันดับต้นๆ เมื่อเทียบกับยางชนิดอื่น แต่อย่างไรก็ตามยังคงต้องมีการใช้สารเสริมแรงในยางธรรมชาติเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลให้ดียิ่งขึ้น สารตัวเติมเสริมแรงที่นิยมใช้ในยางคือ สารตัวเติมประเภทอนุภาค เช่น เขม่าดำและซิลิกา แต่ข้อเสียของการใช้สารตัวเติมประเภทอนุภาคคือ จำเป็นต้องใช้ในปริมาณสูง ในปัจจุบันมีการศึกษาและวิจัยการใช้เส้นใยจากธรรมชาติเพื่อใช้เป็นสารตัวเติมเสริมแรงในยางมากขึ้น เช่น เส้นใยเซลลูโลสที่ได้จากพืช ซึ่งมีข้อดีคือ สามารถเสริมแรงได้ดีถึงแม้จะเติมในปริมาณเพียงเล็กน้อย เนื่องจากมีสัดส่วนความยาวต่อเส้นผ่าศูนย์กลางที่สูงซึ่งเป็นลักษณะที่สำคัญของวัสดุเสริมแรงที่ดี อีกทั้งเป็นสารตัวเติมจากธรรมชาติจึงถือเป็นวัสดุที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม มีอยู่ในปริมาณที่สูงและสามารถเกิดขึ้นทดแทนได้ง่าย

ประเทศไทยเป็นประเทศเกษตรกรรม หนึ่งในผลผลิตทางเกษตรที่สำคัญก็คือ อ้อย เมื่ออ้อยถูกแปรรูปเป็นน้ำตาลก็จะเหลือกากชานอ้อย (sugarcane bagasse, SCB) ทั้งเป็นจำนวนมาก ในชานอ้อย ประกอบด้วย ลิกนิน เฮมิเซลลูโลส และเซลลูโลสเป็นส่วนประกอบหลัก เส้นใยเซลลูโลสเป็นคาร์โบไฮเดรตที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่ ประกอบด้วยโมเลกุลกลูโคสที่ต่อกันเป็นโซ่ยาว มีความเป็นผลึกสูงจึงมีความแข็งแรงมาก ทำให้สามารถนำมาใช้เป็นสารตัวเติมเสริมแรงได้ อย่างไรก็ตาม เฮมิเซลลูโลสและลิกนินนั้นเป็นส่วนที่ไม่ได้เสริมแรง จึงจำเป็นต้องสกัดออกก่อนที่จะนำไปใช้เป็นสารตัวเติมเสริมแรงในยาง เมื่อพิจารณาโครงสร้างทางเคมีของยางธรรมชาติกับเส้นใยเซลลูโลส พบว่ามีความแตกต่างกัน กล่าวคือ ยางธรรมชาติมีโครงสร้างทางเคมีเป็นไฮโดรคาร์บอน ในขณะที่พื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสประกอบไปด้วยหมู่ไฮดรอกซิล ทำให้มีสภาพขั้วที่สูง ดังนั้นการใช้เส้นใยเซลลูโลสในการ

เสริมแรงยางธรรมชาติมักจะทำให้เกิดปัญหาในด้านการกระจายตัวของเส้นใย ทำให้สมบัติเชิงกลของยางที่ได้ค่อนข้างต่ำ จึงจำเป็นต้องปรับปรุงความเข้ากันได้ระหว่างยางกับเส้นใยเซลลูโลสก่อนที่จะนำไปใช้งาน

งานวิจัยนี้ ผู้วิจัยมีความประสงค์ที่จะทดลองนำเส้นใยเซลลูโลสจากกากชานอ้อยมาใช้เป็นสารตัวเติมเสริมแรงให้กับยางธรรมชาติ โดยจะเริ่มจากการเตรียมเส้นใยเซลลูโลสจากกากชานอ้อยด้วยกระบวนการเคมี จากนั้นทำการดัดแปรพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารควบคู่ไซเลนได้แก่ บิส[[3-ไตรเอทอกซีไซลิล)โพรพิล]เตตระซัลไฟด์ (bis[3-(triethoxysilyl)propyl] tetrasulfide (TESPT)) โดยสาเหตุที่เลือกสารควบคู่ไซเลนชนิดนี้ เนื่องจากสารชนิดนี้มีอะตอมกำมะถัน ซึ่งคาดว่าจะช่วยเพิ่มปริมาณพันธะเชื่อมขวาง ซึ่งคาดว่าจะช่วยเพิ่มสมบัติทางกลให้กับคอมพอสิตยางธรรมชาติได้ และ (3-เมอแคปโพรพิล)ไตรเอทอกซีไซเลน (3-Mercaptopropyl)triethoxysilane (TMPES)) ซึ่งสาเหตุที่เลือกสารควบคู่ไซเลนชนิดนี้เนื่องจากสารชนิดนี้มีหมู่เอมีนมีลักษณะเหมือนสารตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้กับคอมพอสิตยาง ซึ่งคาดว่าจะช่วยเพิ่มสมรรถนะการคงรูปและนำไปสู่การเพิ่มสมบัติทางกลให้กับคอมพอสิตยางธรรมชาติได้ โดยจะทำการเปรียบเทียบผลของการดัดแปรพื้นผิวและอิทธิพลของสารควบคู่ไซเลนต่อลักษณะการคงรูปและสมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เตรียมได้

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อให้ทราบถึงประสิทธิภาพการเสริมแรงของเส้นใยเซลลูโลสที่เตรียมจากกากชานอ้อยสำหรับคอมพอสิตยางธรรมชาติ
2. เพื่อให้ทราบถึงผลของการดัดแปรพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารควบคู่ไซเลนต่อประสิทธิภาพการเสริมแรงของเส้นใยเซลลูโลสที่เตรียมจากกากชานอ้อยสำหรับคอมพอสิตยางธรรมชาติ

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. เตรียมเส้นใยเซลลูโลสจากกากชานอ้อยและดัดแปรพื้นผิวด้วยสารควบคู่ไซเลน
2. เตรียมคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปรพื้นผิวและที่ดัดแปรพื้นผิวมาเติมในยางธรรมชาติ ในปริมาณ 1, 2, และ 3 phr
3. ศึกษาสมบัติการคงรูปและสมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปรพื้นผิวและที่ดัดแปรพื้นผิวมาเติมในยางธรรมชาติ ในปริมาณ 1, 2, และ 3 phr

4. วิเคราะห์ผลของปริมาณเส้นใยเซลลูโลสและชนิดของสารคู่ควบไซเรนต่อสมบัติการคงรูป และสมบัติเชิงกลและของคอมพอสิตยางธรรมชาติ

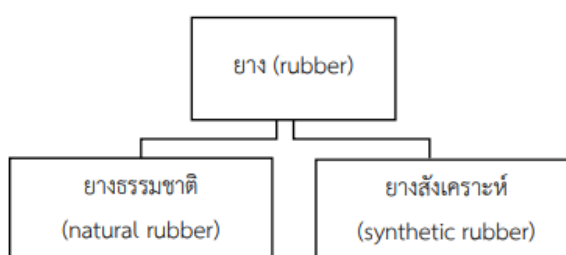


บทที่ 2

วารสารปริทัศน์

2.1 ยาง (Rubber)

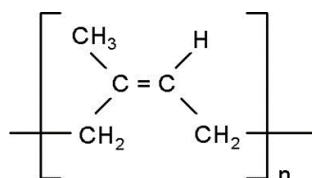
ยาง คือ พอลิเมอร์ชนิดหนึ่งที่มีสมบัติเฉพาะตัวที่วัสดุอื่นไม่สามารถทดแทนได้ ได้แก่ มีความหยุ่นสูง ดูดซับและระบายพลังงานได้ เก็บรักษาแรงอัดได้ มีความแข็งแรงสูง ทนต่อการฉีกขาด การพับงอและทนต่อการสึกกร่อน นอกจากนี้ยังเป็นฉนวนความร้อน ฉนวนไฟฟ้า ทนสารเคมี โดยทั่วไปยางสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภท ได้แก่ ยางธรรมชาติและยางสังเคราะห์ ดังรูปที่ 2.1 [1]



รูปที่ 2.1 ประเภทของยาง

2.1.1 ยางธรรมชาติ (Natural rubber, NR)

ยางธรรมชาติเป็นผลผลิตที่ได้จากต้นยางพารา (*Hevea brasiliensis*) โดยการกรีดลำต้นและนำเอาของเหลวสีขาวคล้ายน้ำนม เรียกว่า น้ำยางสด (field natural rubber (NR) latex) โดยโครงสร้างทางเคมีของยางธรรมชาติ คือ cis-1,4-isoprene ประกอบไปด้วยหน่วยของไอโซพรีน (C_5H_8) โดยสูตรโครงสร้างของยางธรรมชาติแสดงในรูปที่ 2.2 [2]



รูปที่ 2.2 สูตรโครงสร้างยางธรรมชาติ

โดยทั่วไปการเติมสารเคมีที่ใช้รักษาสภาพในน้ำยางสดให้ยังคงสภาพเป็นของเหลวคือ แอมโมเนีย เป็นสารรักษาสภาพน้ำยางที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน เพื่อยืดระยะเวลาการใช้งานน้ำยางสดให้นานขึ้น อีกทั้งยังมีการนำน้ำยางสดมาแปรรูปเป็นน้ำยางข้น (concentrated latex) ผ่านกระบวนการปั่นเหวี่ยง (centrifugation) และในรูปแบบของยางแห้ง ได้แก่ ยางแผ่นผึ่งแห้ง ยางแผ่นรมควัน และยางแห้ง เป็นต้น แม้ว่ายางธรรมชาติมีข้อดี คือ มีความต้านทานแรงดึง (tensile strength) สูง, ความทนทานต่อการฉีกขาด (tear strength) และมีความร้อนภายใน (low internal heat build-up) ที่เกิดขณะใช้งานต่ำ แต่ยางธรรมชาติก็มีสมบัติด้อยหลายประการ เช่น มีความทนทานต่อน้ำมัน (oil Resistant) ความต้านทานต่อสภาพอากาศ (weatherproof) และความทนทานต่อการขัดถู (abrasion resistance) รวมถึงความต้านทานต่อการสึกกร่อน (corrosion resistance) ต่ำ

2.1.2 ยางสังเคราะห์ (Synthetic rubber)

ยางสังเคราะห์ คือ ยางที่ได้จากการสังเคราะห์ทางเคมีเพื่อเลียนแบบยางธรรมชาติข้อดีคือสามารถปรับปรุง สมบัติต่าง ๆ ได้เช่น ความยืดหยุ่น ความทนทานต่อแรงดึงและการฉีกขาด ความทนต่อเปลวไฟ สภาพ อากาศ แสงแดด สารเคมีและน้ำมัน ยางสังเคราะห์มีหลายประเภท มีสมบัติที่แตกต่างกันไปตามความเหมาะสมในการใช้งาน อีกทั้งยางสังเคราะห์มีความทนทานต่อการใช้งานและเสื่อมสภาพได้ช้ากว่ายางธรรมชาติส่งผลให้ในปัจจุบันยางสังเคราะห์ได้รับความนิยมนำมาใช้งานเป็นอย่าง เช่น ยางพอลิบิวทาไดอิน (Polybutadiene Rubber, BR), ยางสไตรีนบิวทาไดอิน (Styrene-Butadiene Rubber, SBR), ยางซิลิโคน (Silicone Rubber), ยางคลอโรพรีน (Chloroprene Rubber, CR) และยางบิวไทล์ (Butyl Rubber, IIR) เป็นต้น [3]

2.1.3 การวัลคาไนซ์ยาง (Vulcanization)

การทำให้ยางคงรูป (vulcanization) โดยอาศัยความร้อนกระตุ้นให้สารเคมีเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโพลิเมอร์ให้เป็นโครงสร้างตาข่ายสามมิติ ซึ่งจะทำให้ยางคอมพาวด์ (หรือยางดิบที่ยังไม่สามารถใช้งานได้) เปลี่ยนสภาพเป็นยางคงรูป (หรือยางสุก) ที่มีความยืดหยุ่น ทนทาน มีสมบัติที่เสถียรไม่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิจึงจะสามารถนำผลิตภัณฑ์ยางดังกล่าวไปใช้งานได้ โดยการคงรูปที่ได้รับความนิยมในอุตสาหกรรม คือ การใช้สารเคมี (รวมกับความร้อน)

ระบบการคงรูปที่ใช้สารเคมีแบ่งออกเป็น 3 ระบบใหญ่ ๆ ได้แก่

1.ระบบการคงรูปด้วยกำมะถัน (sulfur vulcanization)

ระบบการคงรูปด้วยกำมะถันเป็นระบบที่ใช้กันมากที่สุดในปัจจุบัน เพราะเป็นระบบที่มีต้นทุนต่ำการคงรูปสามารถเกิดขึ้นได้เร็ว และยางคงรูปที่ได้มีสมบัติเชิงกลที่ดี ระบบนี้นิยมใช้กับยางทุกชนิดที่มีพันธะคู่อยู่ในโมเลกุลโดยเฉพาะยางธรรมชาติและยางสังเคราะห์ส่วนใหญ่ อย่างไรก็ตามระบบนี้ก็มีข้อจำกัดหลัก คือ ไม่สามารถใช้ในการคงรูปยางที่ไม่มีพันธะคู่อยู่ในโมเลกุล เช่น ยางซิลิโคน

2.ระบบการคงรูปด้วยเพอร์ออกไซด์ (peroxide vulcanization)

แม้ว่าระบบการคงรูปด้วยเพอร์ออกไซด์จะสามารถใช้ได้ดีกับยางส่วนใหญ่ (ทั้งที่มีพันธะคู่ และไม่มีพันธะคู่ในโมเลกุล) แต่เนื่องจากระบบนี้มีต้นทุนสูงกว่าระบบการคงรูปด้วยกำมะถันและยาง คงรูปที่ได้มีสมบัติทั้งเชิงกลและเชิงพลวัตต่ำกว่าที่ได้จากการคงรูปด้วยกำมะถันประกอบกับเพอร์ ออกไซด์จัดเป็นสารเคมีที่ค่อนข้างอันตราย การขนย้ายและการเก็บรักษาต้องทำด้วยความระมัดระวัง ดังนั้นการคงรูปด้วยเพอร์ออกไซด์นั้นจึงนิยมใช้กับยางที่ไม่มีพันธะคู่ในโมเลกุล หรือยางที่มีปริมาณ พันธะคู่ในโมเลกุลต่ำมาก สำหรับยางอื่น ๆ นิยมคงรูปด้วยกำมะถันมากกว่า ยกเว้นกรณีที่ต้องการ ผลิตผลิตภัณฑ์ที่ทนต่อความร้อนได้ดีและ/หรือมีค่าการเสีรูปถาวรหลังกด (compression set) ต่ำ เท่านั้น

3.ระบบการคงรูปด้วยสารเคมีอื่น ๆ

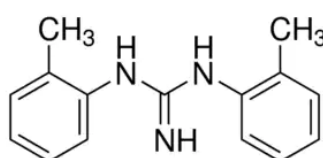
นอกจากระบบหลัก ๆ 2 ระบบดังกล่าวมาแล้ว ยังมีกรนำสารทำให้ยางคงรูปชนิดอื่นๆ มาใช้ในการ คงรูปด้วยเช่นกัน แต่มีการใช้น้อยหรือใช้ในกรณีที่จำ เป็น เช่น การคงรูปของยางคลอโรพรีน (chloroprene; CR) เป็นต้น สารเคมีอื่น ๆ ได้แก่ ซิลิเนียม เทลลูเรียม โลหะออกไซด์ (ซิงก์ออกไซด์ แมกนีเซียมออกไซด์ออกไซด์ของตะกั่ว) สารประกอบที่มีหมู่ฟังก์ชัน 2 หมู่ (difunctional compounds) [4]

2.1.4 สารเร่งปฏิกิริยาการคงรูป (Vulcanization accelerators)

เป็นสารที่ช่วยเร่งปฏิกิริยาการคงรูปหรือปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ของยางให้เกิดเร็วขึ้น นอกจากนั้น ยังช่วยลดการใช้กำมะถันให้น้อยลงและให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพสม่ำเสมอยิ่งขึ้น

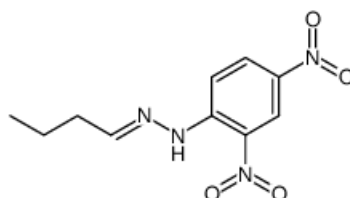
สารเร่งที่ดี จะสามารถทำให้ยางคงรูปได้เร็ว มีความไวในการเร่งให้เกิดการเชื่อมโยงของ โมเลกุล ยางสูง ละลายได้ดีในยางมีความปลอดภัยในกระบวนการผลิต สามารถเก็บรักษาได้นานโดยไม่เสื่อม ใช้งานได้ ช่วงอุณหภูมิกว้าง เข้ากันได้ดีกับสารเคมีอื่น ๆ ที่ใส่เข้าไปในยาง และไม่เป็น อันตรายต่อผู้ใช้ สารเร่งจัดเป็นกลุ่มตามลักษณะโครงสร้างทางเคมี ได้ 7 ประเภท คือ

2.1.4.1 กลุ่มกวานิดีน (Guanidine) ได้แก่ ดีพีจี (Diphenyl guanidine; DPG), ดีโอทีจี (Di-o-tolyl guanidine; DOTG) โครงสร้างของดีโอทีจี แสดงดังรูป 2.3 [5]



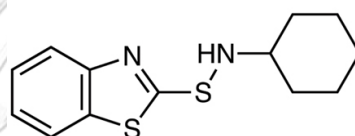
รูปที่ 2.3 โครงสร้างดีโอทีจี

2.1.4.2 กลุ่มอัลดีไฮด์อะมีน (Aldehyde amine) ได้แก่ บียูเอ (Butyraldehyde aniline; BA), เฮกซะเอ็มที (Hexamethylene tetramine; HMT) โครงสร้างของบียูเอ แสดงดังรูปที่ 2.4 [6]



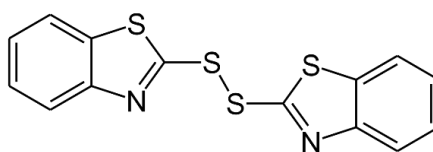
รูปที่ 2.4 โครงสร้างบียูเอ

2.1.4.3 กลุ่มซัลฟิनाไมด์ (Sulphenamide) ได้แก่ ซีบีเอส (N-cyclohexyl-2-benzthiazyl sulphenamide; CBS), ทีบีบีเอส (N-tert-butyl-2-benzthiazyl sulphenamide; TBBS) โครงสร้างของซีบีเอส แสดงดังรูปที่ 2.5 [7]



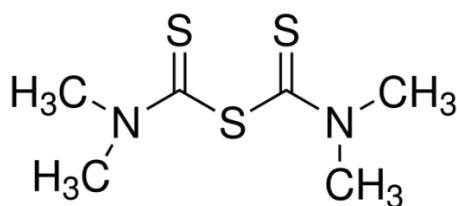
รูปที่ 2.5 โครงสร้างซีบีเอส

2.1.4.4 กลุ่มไธอาโซล (Thiazole) ได้แก่ เอ็มบีที (2-mercaptobenzthiazole; MBT), เอ็มบีทีเอส (2,2' dibenzthiazyl disulphide; MBTS), แซดเอ็มบีที (Zinc-2-mercaptobenzthiazole; ZMBT) โครงสร้างของเอ็มบีทีเอส แสดงดังรูปที่ 2.6 [8]



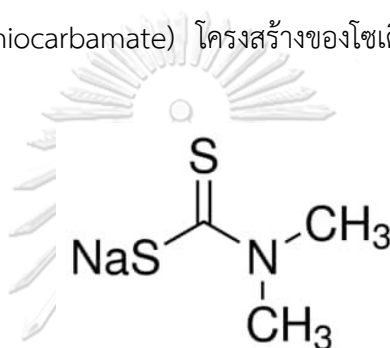
รูปที่ 2.6 โครงสร้างเอ็มบีทีเอส

2.1.4.5 กลุ่มไธยูรัม (Thiuram) ได้แก่ ทีเอ็มทีเอ็ม (Tetramethyl thiuram monosulphide; TMTM), ทีเอ็มที หรือ ทีเอ็มทีดี (Tetramethyl thiuram disulphide; TMT หรือ TMTD), ทีอีที หรือ ทีอีทีดี (Tetraethyl thiuram disulphide; TET หรือ TETD) โครงสร้างของทีเอ็มที แสดงดังรูปที่ 2.7 [9]



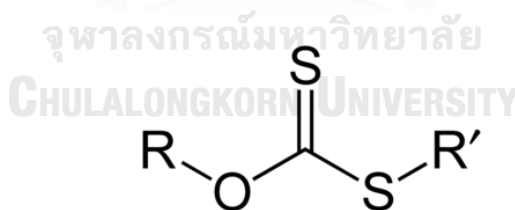
รูปที่ 2.7 โครงสร้างทีเอมที

2.1.4.6 กลุ่มไดไธโอคาร์บาเมต (Dithiocarbamate) ได้แก่ แอมโมเนียมไดไธโอคาร์บาเมต (Ammonium dithiocarbamate), โซเดียมไดไธโอคาร์บาเมต (Sodium dithiocarbamate), ซิงค์ไดไธโอคาร์บาเมต (Zinc dithiocarbamate) โครงสร้างของโซเดียมไดไธโอคาร์บาเมต แสดงดังรูปที่ 2.8 [10]



รูปที่ 2.8 โครงสร้างโซเดียมไดไธโอคาร์บาเมต

2.1.4.7 กลุ่มแซนเทท (Xanthate) เป็นสารเร่งที่มีปฏิกิริยาเร็วมาก นิยมใช้ในน้ำยาง โครงสร้างของกลุ่มแซนเทท แสดงดังรูปที่ 2.9 [11]



รูปที่ 2.9 โครงสร้างกลุ่มโซเดียมไดไธโอคาร์บาเมต

2.1.5 สารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาขงรูป (Accelerator activators)

สารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาขงรูป เป็นสารที่ช่วยเร่งอัตราการวัลคาไนซ์ยางให้เร็วขึ้น โดยการทำให้สารเร่งมีความว่องไวต่อปฏิกิริยา เพื่อจะได้เกิดประสิทธิภาพมากขึ้น จะไปเร่งอัตราการวัลคาไนซ์ยางให้เร็วขึ้น และปรับปรุงสมบัติของผลิตภัณฑ์ให้ดียิ่งขึ้น โดยทำให้ยางมีโมดูลัส (Modulus) สูงขึ้น สารกระตุ้นมี 2 ประเภทคือ

2.1.5.1 พวกอินทรีย์ ส่วนใหญ่เป็นพวกโลหะออกไซด์ ได้แก่ ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO) แมกนีเซียมออกไซด์ (Magnesium oxide, MgO) ลักษณะของซิงค์ออกไซด์ แสดงดังรูปที่

2.10 [12]



รูปที่ 2.10 ลักษณะของซิงค์ออกไซด์

2.1.5.2 พวกอินทรีย์ ที่สำคัญคือ กรดไขมัน เช่น กรดสเตียริก (Stearic acid), กรดลอริก (Lauric acid) เป็นต้น ลักษณะของซิงค์ออกไซด์ แสดงดังรูปที่ 2.11 [13]



รูปที่ 2.11 ลักษณะของกรดสเตียริก

2.1.6 สารเสริมแรง (Reinforcing filler)

สารตัวเติมเสริมแรง คือ สารตัวเติมที่ใส่เข้าไปในยาง เพื่อจุดประสงค์หลายอย่าง เช่น ช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลของยางวัลคาไนซ์ ได้แก่ ความต้านทานต่อแรงดึง ต่อการสึกหรอ และต่อการฉีกขาดสูง เป็นต้น โดยสารตัวเติมเสริมแรงที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมยาง ได้แก่

เขม่าดำเป็นสารตัวเติมเสริมแรงที่ใช้กันค่อนข้างมากในอุตสาหกรรมยาง เนื่องจากความสามารถในการเสริมแรงให้แก่ยาง อีกทั้งช่วยลดต้นทุนในการผลิตลง ซึ่งประสิทธิภาพการเสริมแรงของเขม่าดำในยางขึ้นอยู่กับขนาดอนุภาคปฐมภูมิของเขม่าดำ กล่าวคือ เขม่าดำเกรดที่มีขนาดอนุภาคปฐมภูมิเล็กจะมีประสิทธิภาพเสริมแรงสูงกว่าเขม่าดำที่มีขนาดอนุภาคปฐมภูมิใหญ่นอกจากขนาดอนุภาคปฐมภูมิแล้ว โครงสร้างของเขม่าดำมีผลต่อสมบัติบางประการของยางซึ่งเขม่าดำที่มี โครงสร้างแบบสูง คือ มีรูพรุนหรือช่องว่างระหว่างอนุภาคมาก จะทำให้ยางมีความแข็ง

โมดูลัสและความหนืดสูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับเขม่าดำที่มีโครงสร้างแบบต่ำ คือ มีรูพรุนหรือมีช่องว่างระหว่างอนุภาคน้อย โดยลักษณะทางกายภาพของเขม่าดำแสดงดังรูปที่ 2.12 [14] [15]



รูปที่ 2.12 ลักษณะของเขม่าดำ

ซิลิกาที่ใช้ในอุตสาหกรรมยางจะมีขนาดอนุภาคปฐมภูมิอยู่ในช่วง 10-40 นาโนเมตร ซิลิกาเป็นสารตัวเติมเสริมแรงที่มีขี้สูง ผสมเข้ากับยางที่ไม่มีขี้ได้ค่อนข้างยาก จึงต้องมีการใช้สารคู่ควบไซเลน (silane coupling agent) ซึ่งสารคู่ควบไซเลนจึงทำหน้าที่เสมือนสะพานเชื่อมระหว่างยางกับซิลิกาทำให้อันตรกิริยาระหว่างยางกับซิลิกามีค่าสูงขึ้น ส่งผลให้ยางคงรูปมีสมบัติเชิงกลต่าง ๆ ดีขึ้น โดยลักษณะทางกายภาพของซิลิกา แสดงดังรูปที่ 2.13 [16]



รูปที่ 2.13 ลักษณะของซิลิกา

แต่อย่างไรก็ตามพบว่ากระบวนการในการได้มาซึ่งสารตัวเติมทั้งสองประเภทต้องผ่านการเผาไหม้ซึ่งก่อให้เกิดมลพิษทางอากาศ อีกทั้งเมื่อพิจารณาในอุตสาหกรรมยางต้องใช้สารตัวเติมดังกล่าวในปริมาณที่มาก และต้องอาศัยความชำนาญในการผสม

สำหรับแคลเซียมคาร์บอเนต สารตัวเติมชนิดนี้มีหลากหลายเกรดหลายขนาดนิยมใช้ในการลดต้นทุน และในแต่ละเกรดก็มีสีต่างกันอีกด้วย บางเกรดมีการเคลือบผิว (coat) ด้วยแคลเซียมสเตียเรสประมาณ 1-3% เพื่อให้สารตัวเติมชนิดนี้ผสมเข้าไปในเนื้อยางได้ง่าย ถ้าอนุภาคใหญ่ก็จะไม่

เสริมแรง แต่ถ้านุภาคเล็กกลงก็ใช้เป็นสารตัวกึ่งเสริมแรงได้ ซึ่งลักษณะของแคลเซียมคาร์บอเนต แสดงดังรูปที่ 2.14 [17]



รูปที่ 2.14 ลักษณะของแคลเซียมคาร์บอเนต

2.2 เส้นใยเซลลูโลส (Cellulose fibers)

เส้นใยเซลลูโลสธรรมชาติ (natural cellulose fibers) เป็นกลุ่มเส้นใยที่ได้จากพืช โครงสร้างของโมเลกุลเป็นสายโซ่ยาว และมีลักษณะเป็นโมเลกุลใหญ่ มีผลทำให้เซลลูโลสมีความเหนียวมากขึ้น โดยความยาวสายโซ่โมเลกุลของเส้นใยเซลลูโลสจะขึ้นอยู่กับจำนวนโมเลกุลกลูโคส การจัดเรียงตัวของโมเลกุลเซลลูโลสนั้นมีความเป็นระเบียบ ทำให้มีความเป็นผลึก (high crystalline) สูง ประมาณ 60-80 ทำให้เส้นใย มีความแข็งแรงดี และเนื่องจากเซลลูโลสมีหมู่ไฮดรอกซิล จำนวนมาก ทำให้เซลลูโลสเกิดพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bond) ทั้งภายในและภายนอกโมเลกุล (Intramolecular and intermolecular hydrogen bonds) ตัวอย่างเส้นใยเซลลูโลส ได้แก่ เส้นใยชานอ้อย เส้นใยจากปอหรือป่าน เป็นต้น [18]

2.2.1 เส้นใยชานอ้อย

เส้นใยชานอ้อยได้จากต้นอ้อยเป็นพืชใบเลี้ยงเดี่ยว จำพวกหญ้าที่อยู่ในสกุล (genus) Saccharum ซึ่งเป็นตระกูลเดียวกับข้าวฟ่าง ข้าวโพดและหญ้าจอห์นสัน (Saccharum officinarum) ชอบอากาศร้อนแสงแดดจัดและชุ่มชื้น นิยมปลูกพื้นที่ระหว่างเส้นรุ้งที่ 25 องศาเหนือและใต้ ในประเทศไทยสามารถปลูกได้ทุกภาคยกเว้นภาคใต้ การปลูกขยายพันธุ์โดยใช้ท่อนพันธุ์ อ้อยที่ปลูกในประเทศไทยมี 2 ชนิดคือ อ้อยชนิดเปลือกแข็ง ใช้ในอุตสาหกรรมผลิตน้ำตาลและเปลือกอ่อน

เส้นใยชานอ้อยมีองค์ประกอบส่วนใหญ่ เป็นเซลลูโลส (Cellulose) อยู่ในช่วง 68.50% เฮมิเซลลูโลส (Hemicellulose) 18.80% ลิกนิน (Lignin) 6.4% เพคติน (Pectin) 1.1% ไขมัน (lipids) และแว็กซ์ (wax) 3.2% รวมถึงมีปริมาณเถ้า (ash) ประมาณ 0.9% โดยปริมาณองค์ประกอบเหล่านี้จะแตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับแหล่งที่มา, อายุ, สภาวะอากาศ และวิธีการสกัด ทำให้เส้นใยที่ได้จากกระบวนการ แยกเส้นใยมีลักษณะค่อนข้างใหญ่ และหยาบกระด้าง เส้นใยติดเป็นแพ 2-8 เส้น โดย

เส้นใยชานอ้อยมีความแข็งแรง จับโค้งงอได้ดี ไม่หักง่าย เหนียวทนน้ำได้ดี ใยมีสีเหลืองอ่อน ๆ ดังแสดงในรูปที่ 2.15 [19]



รูปที่ 2.15 ลักษณะของกากชานอ้อย

สำหรับสมบัติทางกายภาพและเชิงกลของเส้นใยชนิดต่าง ๆ สามารถแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สมบัติเชิงกลของเส้นใยชนิดต่างๆ [20]

ชนิดเส้นใย	ความหนาแน่น (g/cm ³)	เส้นผ่านศูนย์กลาง (μm)	ความทนแรงดึงสูงสุด(MPa)	มอดูลัสของยัง (GPa)	ระยะยืด ณ จุดขาด(%)
Ramie	1.5	-	400-938	61.4-128	1.2-3.8
PALF	1.44	20-80	413-1627	34.5-82.5	1.6
Flax	1.5-3	-	450-1100	27.6	2.7-3.2
Jute	1.3-1.45	20-200	393-773	13-26.5	7.0-8.0
Hemp	-	-	690	-	1.6
Sisal	1.45	50-200	468-640	9.4-22	3.0-7.0
Cotton	1.5-1.6	-	287-800	5.5-12.6	7.0-8.0
Coir	1.15	100-450	131-175	4.0-6.0	15-40
E-glass	2.5	-	2000-3500	70	2.5
S-glass	2.5	-	4570	86	2.8
Aramid	1.4	-	3000-3150	63-67	3.3-3.7
Carbon	1.7	-	4000	230-240	1.-1.8

2.4 การแบ่งประเภทของเส้นใยเซลลูโลสตามลักษณะทางกายภาพ

เป็นการแบ่งนาโนเซลลูโลสตามลักษณะทางกายภาพ สามารถอาศัยการแบ่งตามวิธีการผลิต โดยแบ่งเป็น 2 แบบ คือ cellulose nanocrystals (CNC) และ cellulose nanofibrils (CNF)

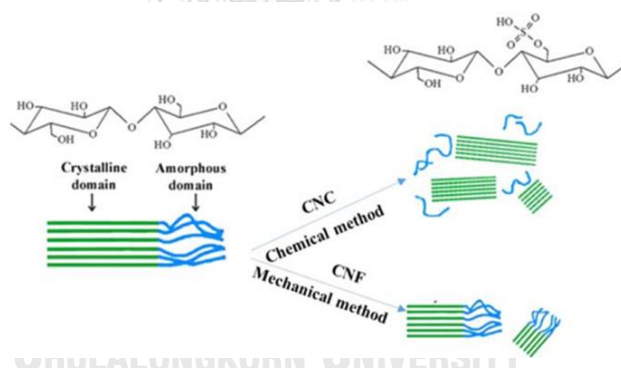
2.4.1 เซลลูโลสนาโนคริสตัล (Cellulose nanocrystals, CNC)

เป็นเซลลูโลสที่ได้จากการใช้สารเคมีเข้าทำปฏิกิริยาเพื่อทำการตัดสายโซ่โมเลกุลระหว่างโครงสร้างที่เป็นผลึก (crystals) และโครงสร้างอสัณฐาน (amorphous) โดยสารเคมีที่ใช้จะเป็น เอนไซม์ กรดหรือด่าง เช่น กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นต้น ซึ่ง CNC ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาข้างต้นนี้จะมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2-20 นาโนเมตร ความยาวของเซลลูโลสมากกว่า 100-600 นาโนเมตร [20]

2.4.2 เซลลูโลสนาโนไฟบริล (Cellulose nanofibrils, CNF)

เป็นนาโนเซลลูโลสที่เกิดจากการอาศัยปฏิกิริยาเชิงกล (mechanical method) ในการทำให้โครงสร้างเกิดการแตกหักระหว่างโครงสร้างที่เป็นผลึกกับผลึก ทำให้ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของ CNF ที่ได้อยู่ในช่วงประมาณ 5-30 นาโนเมตร ความยาวของเซลลูโลสมากกว่า 1 ไมโครเมตร

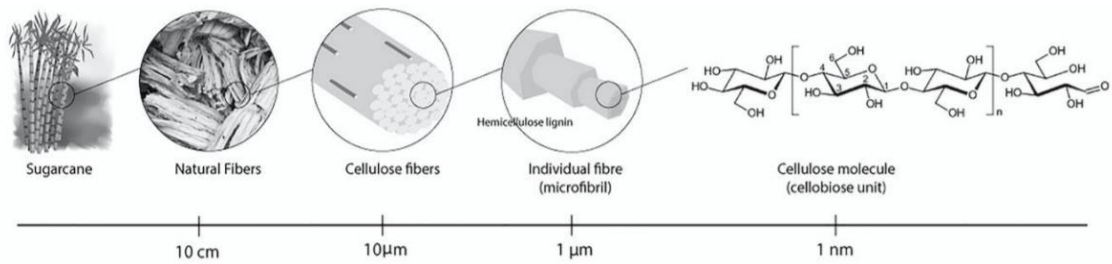
โดยลักษณะความแตกต่างระหว่าง CNC กับ CNF แสดงดังรูปที่ 2.16 [20]



รูปที่ 2.16 ความแตกต่างของ CNC กับ CNF [20]

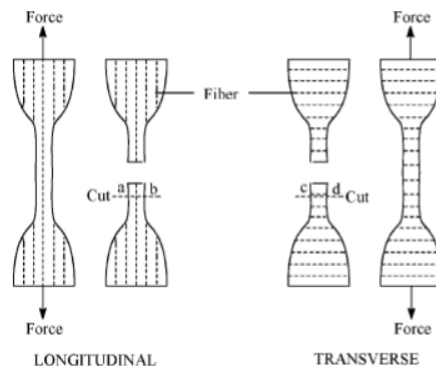
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Ramirez และคณะ (2019) ได้รายงานถึงสัณฐานวิทยาของเส้นใยเซลลูโลสที่ได้จากชานอ้อย ดังแสดงในรูปที่ 2.17 ซึ่งเส้นใยเซลลูโลสเป็นการรวมตัวของเซลลูโลสหลาย ๆ แห่งมารวมกัน โดยที่แต่ละเซลลูโลสนั้นจะมีการล้อมรอบด้วยลิกนินและเฮมิเซลลูโลสบริเวณภายนอก โดยที่เส้นใยเซลลูโลสจะมีขนาดในช่วง 10 μm และแต่ละเซลลูโลสจะมีขนาดในช่วง 1 μm [21]



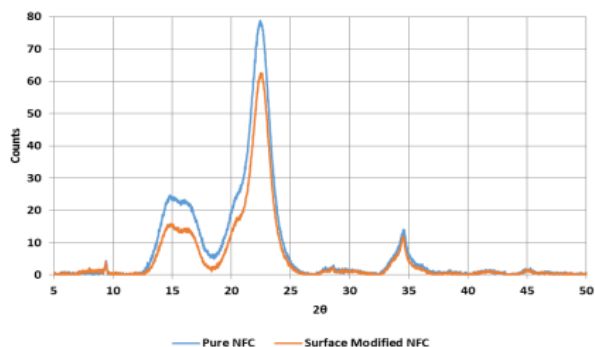
รูปที่ 2.17 ลำดับชั้นของโครงสร้างเส้นใยเซลลูโลสที่ได้จากชานอ้อย [21]

Joseph และคณะ (2006) ได้ศึกษาสมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เสริมแรงด้วยเส้นใยที่ได้จากต้นปาล์มน้ำมัน โดยศึกษาผลของทิศทางการจัดเรียงตัวของเส้นใยต่อสมบัติของคอมพอสิตยางธรรมชาติ ดังแสดงในรูปที่ 2.18 จากผลการทดลองพบว่าการจัดเรียงตัวของเส้นใยในแนวเดียวกันกับการดึง (longitudinal) จะให้สมบัติเชิงกล เช่น โมดูลัสที่ระยะยืด 200% ความต้านทานต่อแรงดึง ระยะยืดขาด และความต้านทานต่อการฉีกขาดดีกว่า เมื่อเทียบกับการจัดเรียงตัวของเส้นใยในแนวตั้งฉากกับการดึง (transverse) [22]



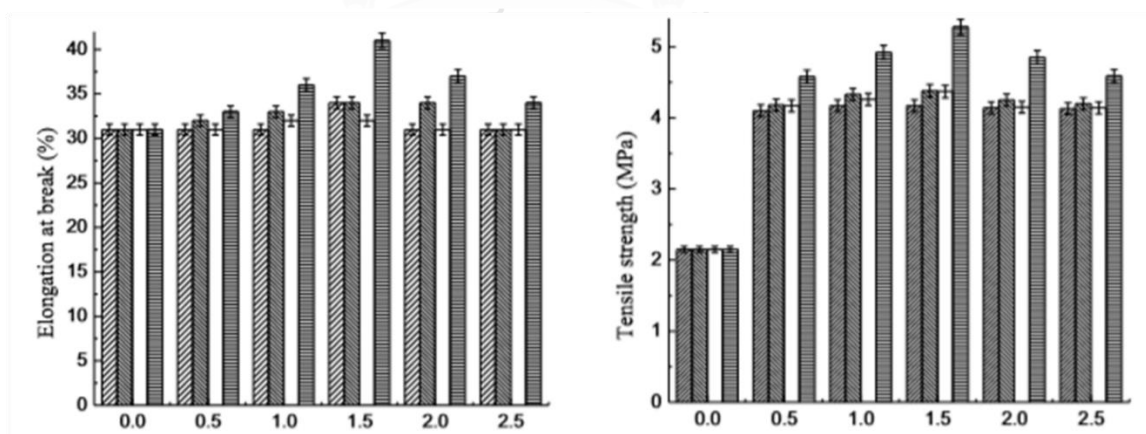
รูปที่ 2.18 ทิศทางการจัดเรียงตัวของเส้นใยต่อสมบัติของคอมพอสิตยางธรรมชาติ [22]

Kahawita และคณะ (2019) ได้ศึกษาสมบัติทางกลของคอมพอสิตพอลิโพรพิลีนที่เสริมแรงด้วยนาโนเซลลูโลส ในการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าเมื่อเปรียบเทียบกับเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการดัดแปร ค่าความเป็นผลึกของเซลลูโลสที่ผ่านการดัดแปรด้วยสารคู่ควบไซเรนมีแนวโน้มลดลง จาก 74.5 เปอร์เซ็นต์ เหลือเพียง 70.2 เปอร์เซ็นต์ ดังรูปที่ 2.19 ซึ่งเป็นผลจากการดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเรน ทำให้สารคู่ควบไซเรนนั้นมาปกคลุมในส่วนที่เป็นผลึก กล่าวคือ กลุ่มของสารคู่ควบไซเรนที่มีขนาดใหญ่จะเข้ามาแทนที่ กลุ่มของ -OH ที่มีขนาดเล็กบนพื้นผิวของเซลลูโลส ทำให้ระยะห่างระหว่างโมเลกุลในสายโซ่หลักจะเพิ่มขึ้น ดังนั้นอาจส่งผลต่อการลดลงของเปอร์เซ็นต์ผลึกของเซลลูโลส [22, 23]

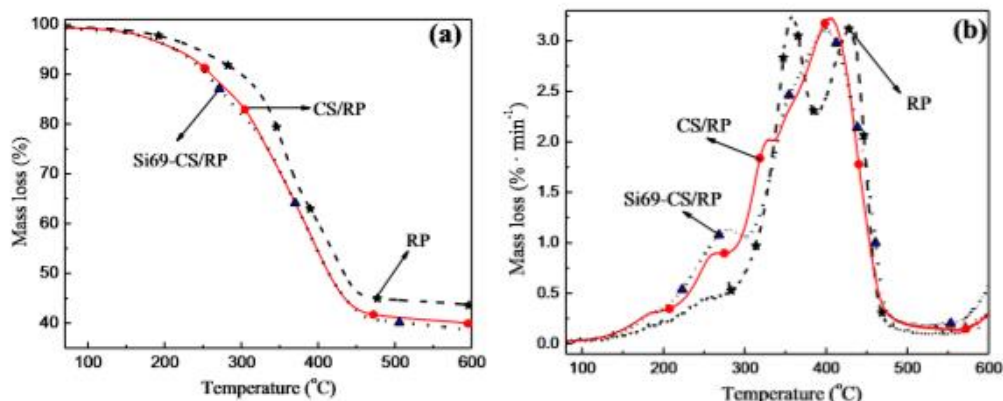


รูปที่ 2.19 ลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของนาโนเซลลูโลสก่อนและหลังการปรับพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน [23]

Wu และ Chen (2020) ได้ศึกษาผลของการใช้สารคู่ควบไซเลนดัดแปรพื้นผิวเซลลูโลสที่ได้จากต้นข้าวโพดเพื่อเสริมแรงยางพาราที่ผ่านการใช้งานแล้ว (used rubber powder) โดยเปรียบเทียบระหว่างชนิดของสารคู่ควบไซเลนทั้งหมด 4 ชนิด ได้แก่ 3-mercaptopropyl trimethoxysilane (KH90), γ -amino propyltriethoxysilane (KH550), isopropyl dioleic (dioctylphosphate) titanate (HY101) และ bis-(3-triethoxysilylpropyl)-tetrasulfide (Si69) การดัดแปรพื้นผิวเซลลูโลสจะเพิ่มความเข้ากันได้ระหว่างยางพาราและเซลลูโลสให้ดีขึ้น จากผลการทดลองพบว่าการดัดแปรพื้นผิวด้วยไซเลนช่วยในการปรับปรุงสมบัติเชิงกลและสมบัติเชิงความร้อนของยางพาราได้ แสดงดังรูปที่ 2.20 และ 2.21 โดยที่ใช้ไซเลน Si69 จะให้สมบัติที่ดีที่สุด ตามด้วย KH90, KH550 และ HY101 ตามลำดับ[23]

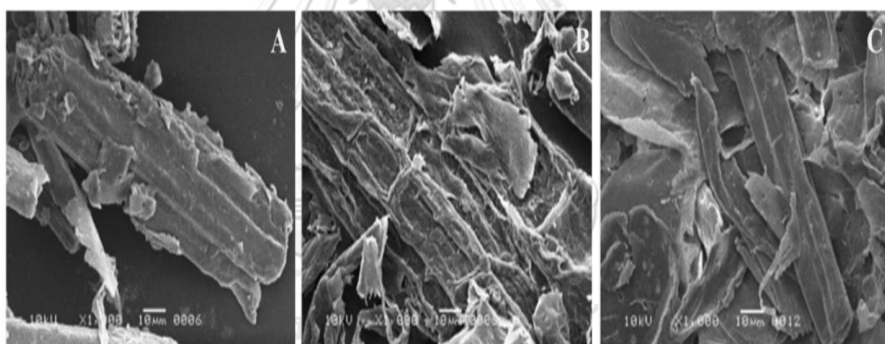


รูปที่ 2.20 ผลของดัดแปรพื้นผิวเซลลูโลสต่อสมบัติทางกลของคอมพอสิตยางพารา [23]



รูปที่ 2.21 ผลของดัดแปรพื้นผิวเซลลูโลสต่อสมบัติเชิงความร้อนของคอมพอสิตยางพวง [23]

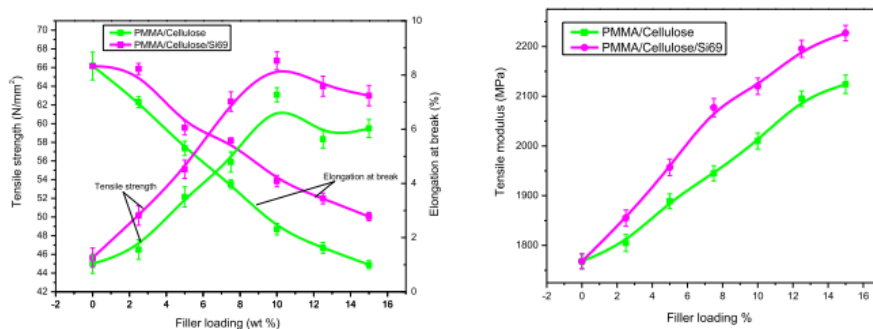
Ejaz และคณะ (2020) ได้ศึกษาผลของการบำบัดเส้นใยเซลลูโลสจากชานอ้อยด้วยสารอัลคาไลน์ และไอออนิก ดังรูปที่ 2.22 พบว่าสัณฐานวิทยาของเส้นใยจากชานอ้อย มีผิวเรียบเนียนและสะอาดมากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยที่ไม่ได้ผ่านการบำบัด [24]



รูปที่ 2.22 สัณฐานวิทยา (A) ชานอ้อยที่ไม่ผ่านการบำบัด (B) สกัดเซลลูโลสจากชานอ้อยที่ไม่ผ่านการบำบัด (C) สกัดเซลลูโลสจากของเหลวอัลคาไลและไอออนิกชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดแล้ว[25]

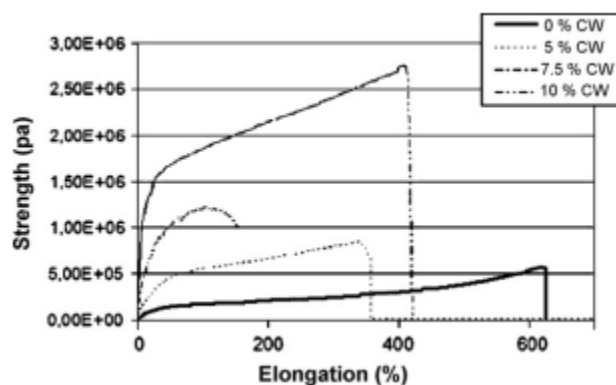
Anju และคณะ (2017) ได้ศึกษาผลกระทบของ Bis- (3-triethoxysilylpropyl) tetrasulphide (Si-69) ต่อคุณสมบัติของ PMMA/Cellulose คอมพอสิต พบว่า สำหรับความต้านทานแรงดึงและการยืดตัวที่จุดขาด เมื่อเพิ่มปริมาณเซลลูโลส ความต้านทานแรงดึงของคอมพอสิตจะเพิ่มขึ้น โดยมีปริมาณเซลลูโลสสูงถึง 10 % โดยน้ำหนัก แต่ความต้านทานแรงดึงมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณเซลลูโลสสูงเกินกว่า 10 % ดังรูปที่ 2.23 เนื่องจากสารตัวเติมไม่สามารถยึดติดกับเมทริกซ์ได้มากพอ ทำให้ช่องเกิดว่างระหว่างเส้นใยกับเมทริกซ์ ดังนั้นจึงไม่สามารถถ่ายโอนความเครียดได้อย่างมีประสิทธิภาพ จึงทำให้สมบัติความทนต่อแรงดึงลดลง การเติมเซลลูโลสส่งผลให้

ความสามารถในการยึดตัวของ PMMA ลดลงอย่างต่อเนื่องตามปริมาณเซลลูโลสที่เพิ่มขึ้น สำหรับความต้านทานต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่างหรือมอดูลัสของ PMMA/Cellulose คอมพอสิต มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องตามปริมาณเซลลูโลสที่เติม นอกจากนี้ผลการทดลองยังพบว่าการปรับพื้นผิวของเซลลูโลสด้วย Si-69 ส่งผลให้สมบัติความต้านทานแรงดึงของ PMMA/Cellulose คอมพอสิต มีค่าเพิ่มขึ้น [26]



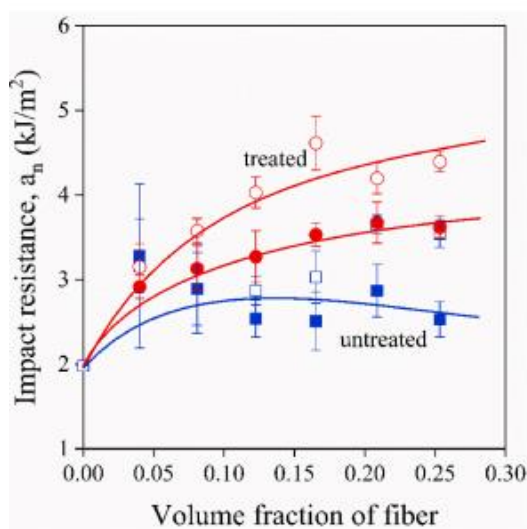
รูปที่ 2.23 สมบัติความต้านทานแรงดึงของ PMMA/Cellulose คอมพอสิต [26]

Bras และคณะ (2010) ศึกษาคุณสมบัติทางกล การขวางกั้น และความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพ ของนาโนคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เสริมความแข็งแรงด้วยเซลลูโลสวิสเกอร์ (CW) จากชานอ้อย จากลักษณะทางกลของนาโนคอมพอสิตของยางธรรมชาติซึ่งแสดงในรูปที่ 2.24 พบว่าทั้งมอดูลัสของยังและความแข็งแรงเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเติมเซลลูโลสวิสเกอร์ลงในยาง ในขณะที่ความเครียด ณ จุดขาดมีแนวโน้มลดลง ซึ่งเป็นผลมาจากการเติมเส้นใยเซลลูโลสจะทำให้ความเหนียวของนาโนคอมพอสิตเพิ่มขึ้น การยึดตัวภายใต้แรงดึงจึงลดลง แต่การเติมเส้นใยที่เพิ่มมากขึ้นจะส่งผลให้เกิดความชอบน้ำที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากเส้นใยมีความว่องไวต่อความชื้น จึงทำให้นาโนคอมพอสิตขาดง่ายขึ้น [26]

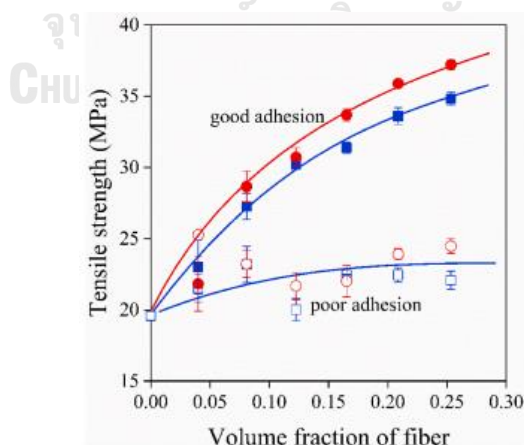


รูปที่ 2.24 กราฟความเค้น-ความเครียดของฟิล์มนาโนคอมพอสิตยาง/เซลลูโลสวิสเกอร์ (CW) [26]

Bartos และคณะ (2020) ศึกษาการเสริมแรงพอลิพรอพิลีนด้วยเส้นใยจากชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดพื้นผิวสารอัลคาไลน์ พบว่าการบำบัดด้วยสารอัลคาไลน์ส่งผลให้ความต้านทานต่อแรงกระแทก (รูปที่ 2.25) และความต้านทานต่อแรงดึง (รูปที่ 2.26) สูงกว่าเมื่อเทียบกับการใช้เส้นใยที่ไม่ได้ผ่านการบำบัด เนื่องจากการที่บำบัดเส้นใยด้วยสารอัลคาไลน์จะช่วยกำจัดสิ่งสกปรกในเส้นใยออกทำให้การยึดเกาะในเนื้อพอลิเมอร์สูงขึ้น [27]

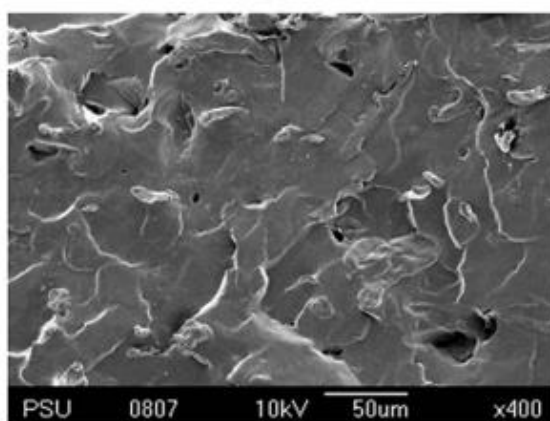


รูปที่ 2.25 ความต้านทานแรงกระแทกของคอมพอสิต PP เสริมด้วยเส้นใยชานอ้อยซึ่งแสดงเป็นฟังก์ชันของปริมาณเส้นใย สัญลักษณ์: (□) ไม่บำบัด, (■) ไม่บำบัด, MAPP, (○) บำบัดด้วยต่าง, (●) บำบัดด้วยต่าง, MAPP [27]

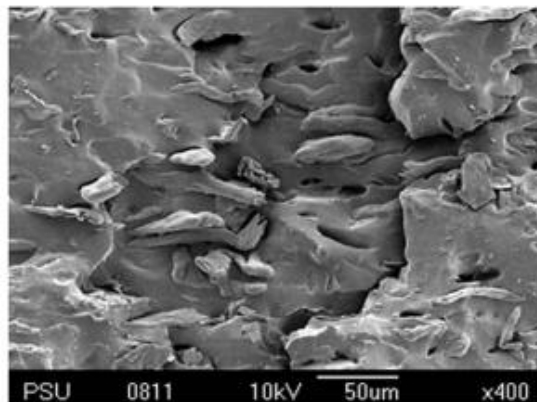


รูปที่ 2.26 ความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานแรงดึงของคอมพอสิต PP เสริมด้วยเส้นใยชานอ้อยซึ่งแสดงเป็นฟังก์ชันของปริมาณเส้นใย สัญลักษณ์: (□) ไม่บำบัด, (■) ไม่บำบัด, MAPP, (○) บำบัดด้วยต่าง, (●) บำบัดด้วยต่าง, MAPP [27]

Natinee และคณะ (2010) ได้ศึกษาการเสริมแรงแบบไฮบริดของยางธรรมชาติด้วยเส้นใยเซลลูโลสจากธรรมชาติที่ผ่านการตัดแปรรด้วยไซเลน (Si69) และซิลิกา จากการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของการเสริมแรงแบบไฮบริดของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ไม่ผ่านการตัดแปรร แสดงดังรูปที่ 2.27 (a) พบว่าเกิดการกระจายตัวของเส้นใยที่ไม่ดีเนื่องจากเส้นใยมีแนวโน้มรวมตัวกันซึ่งแตกต่างจากไฮบริดของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผ่านการตัดแปรรด้วยไซเลน แสดงดังรูปที่ 2.27 (b) จะเห็นได้ว่าการกระจายตัวของเส้นใยดีขึ้น ไม่รวมตัวกันมีการกระจายของเส้นใยในเนื้อยางที่ดี [28]



(b)



(a)

รูปที่ 2.27 สัณฐานวิทยา (a) เส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการบำบัด และ (b) เส้นใยเซลลูโลสที่บำบัดด้วย Si69 / ซิลิกาคอมพอสิตยางธรรมชาติเสริมกำลังขยาย 400 เท่า [28]

Yin และคณะ (2016) ได้ศึกษาสมบัติเชิงกลของยางสไตรีน-บิวทาไดอีน (SBR) ที่มีการเติมแบคทีเรียเซลลูโลสนาโนวิสเกอร์ (BCWs) ในปริมาณต่ำ จากการวิเคราะห์ค่าความต้านทานต่อแรงดึงยางสไตรีน-บิวทาไดอีน นาโนคอมพอสิต ดังตารางที่ 2.2 พบว่า ความต้านทานแรงดึง ค่าค่าโมดูลัสแรงดึงที่การยืด 100% โมดูลัสแรงดึงที่การยืดตัว 300% และค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดเพิ่มขึ้นอย่างมาก เมื่อปริมาณของ BCWs สูงขึ้นจนถึงปริมาณ 2.5 phr ซึ่งมากถึง 319%, 66%, 132% และ 182% ตามลำดับ เมื่อเทียบกับยางสไตรีนบิวตาไดอีนที่ไม่มีการเติม BCWs แต่เมื่อปริมาณการเติม

BCWs สูงเกินกว่า 2.5 phr จะเห็นได้ว่าค่าทั้งหมดมีแนวโน้มที่ลดลง เนื่องจากปริมาณที่เพิ่มขึ้นของ BCWs ทำให้เกิดการรวมตัวกันที่มากขึ้น ส่งผลให้สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตลดลง [29]

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกลของยางสไตรีน-บิวทาไดอีน (SBR)/หน่วยคราเซลลูโลสจากแบคทีเรีย (BCW) นาโนคอมพอสิต [29]

Sample	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	M_{100} (MPa)	M_{300} (MPa)	Tear strength (kN/m)
Neat SBR	2.37 ± 0.07	464 ± 35	0.96 ± 0.07	1.73 ± 0.13	12.50 ± 1.00
SBCW0.5	4.13 ± 0.89	484 ± 42	1.13 ± 0.05	2.29 ± 0.07	15.06 ± 3.10
SBCW1.0	5.08 ± 0.91	512 ± 40	1.09 ± 0.04	2.03 ± 0.17	16.66 ± 1.48
SBCW1.5	6.28 ± 1.42	513 ± 54	1.21 ± 0.06	2.65 ± 0.10	22.67 ± 1.39
SBCW2.0	6.62 ± 0.61	526 ± 23	1.26 ± 0.11	2.55 ± 0.17	23.52 ± 0.80
SBCW2.5	9.93 ± 0.53	507 ± 36	1.59 ± 0.25	4.01 ± 0.31	35.21 ± 3.88
SBCW3.0	7.05 ± 0.40	475 ± 15	1.50 ± 0.14	3.75 ± 0.30	33.49 ± 0.70
SBCW4.0	4.54 ± 0.08	338 ± 12	1.46 ± 0.05	4.06 ± 0.20	24.57 ± 2.00



บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

เพื่อให้ทราบถึงประสิทธิภาพการเสริมแรงของเส้นใยเซลลูโลสที่เตรียมจากกากชานอ้อยและอิทธิพลของสารดัดแปรพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลสชนิดสารคู่ควบไซเลนต่อประสิทธิภาพการเสริมแรงของเส้นใยเซลลูโลสสำหรับคอมพอสิตยางธรรมชาติ การดำเนินงานวิจัยในครั้งนี้ได้แบ่งการทดลองออกเป็น 2 ส่วนหลัก ๆ ได้แก่ การเตรียมและดัดแปรพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลสจากกากชานอ้อย และการเตรียมและทดสอบสมบัติของคอมพอสิตยางธรรมชาติ โดยจะศึกษาภาวะที่ใช้ในการเตรียมต่อขนาดและสัญญาณวิทยาของเซลลูโลสนาโนคริสตัล และดัดแปรเซลลูโลสนาโนคริสตัลที่ได้ด้วยสารดัดแปรพื้นผิว จากนั้นทำการเตรียมยางคอมพาวด์จากยางธรรมชาติผสมเส้นใยนาโนเซลลูโลสทั้งที่ดัดแปรและไม่ได้ดัดแปรในปริมาณที่แตกต่างกัน จากนั้นทำการทดสอบสมบัติทางกายภาพของยางคอมพาวด์ที่ได้ โดยรายละเอียดการทดลองแสดงดังต่อไปนี้

3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลองและหน้าที่ของสารเคมี แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลองและหน้าที่ของสารเคมี

ลำดับที่	สารเคมี	หน้าที่	แหล่งที่มา
1.	ชานอ้อย	วัตถุดิบตั้งต้นในการสกัดเซลลูโลส	ร้านค้าขายน้ำอ้อย
2.	กรดซัลฟิวริก เกรดวิเคราะห์ ความเข้มข้น 96% โดยปริมาตร	กำจัดออสัญฐานเซลลูโลสออกจากเซลลูโลส	บริษัท RCL LABSCA
3.	โซเดียมไฮดรอกไซด์ เกรดวิเคราะห์ ความเข้มข้น 97% โดยปริมาตร	กำจัดลิกนินออกจากเซลลูโลส	บริษัท KemAus™
4.	โซเดียมไฮโปคลอไรท์ เกรดวิเคราะห์ ความเข้มข้น 12% โดยปริมาตร	กำจัดลิกนินออกจากเซลลูโลส	บริษัท RCL LABSCA

ตารางที่ 3.1 (ต่อ)

5.	สารคู่ควบไซเลน N-[3-(trimethoxysilyl)propyl]ethylenediamine, TMPES)	ตัดแปรพื้นผิวของเซลลูโลส	บริษัท Sigma-Aldrich Chemie
6.	สารคู่ควบไซเลน (Bis[3-(triethoxysilyl)propyl] tetrasulfide, TESPT)	ตัดแปรพื้นผิวของเซลลูโลส	บริษัท Sigma-Aldrich Chemie
7.	ตัวทำละลายเอทานอล	ตัวทำละลายในการตัดแปรเซลลูโลส	บริษัท RCL LABSCA
8.	ซิลเฟอร์ เกรดใช้กับยาง	ทำให้เกิดการเชื่อมขวางระหว่างสายโซ่ยาง	บริษัท Microseen Company
9.	ซิงค์ออกไซด์ เกรดใช้กับยาง	ช่วยกระตุ้นปฏิกิริยาการคงรูป	บริษัท Microseen Company
10.	กรดสเตียริก	ช่วยกระตุ้นปฏิกิริยาการคงรูป	บริษัท Microseen Company
11.	เทอร์ริก	สารเพิ่มความเสถียรให้น้ำยาง	การยางแห่งประเทศไทย
12.	สารเร่งปฏิกิริยาการคงรูปทุติยภูมิทีบีแซดทีดี (tetrabenzylthiuram disulfide, TBzTD)	ช่วยเร่งปฏิกิริยาการคงรูป	บริษัท Microseen Company
13.	น้ำยางธรรมชาติ	เนื้อสารหลักของยางคอมพาวด์	การยางแห่งประเทศไทย
14.	น้ำปราศจากไอออน	ตัวกลางในการทำปฏิกิริยา	บริษัท RCL LABSCA
15.	โทลูอีน เกรดวิเคราะห์ ความบริสุทธิ์ 99.5%	ตัวทดสอบการบวมตัวของยางคอมพาวด์	บริษัท RCL LABSCA
16.	อะซิโตน เกรดวิเคราะห์ ความบริสุทธิ์ 99.5%	ตัวกลางในการตัดแปรพื้นผิวของเซลลูโลสด้วยสารควบคู่ไซเลน	บริษัท RCL LABSCA

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองและหน้าที่ของเครื่องมือและอุปกรณ์นั้นๆ แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

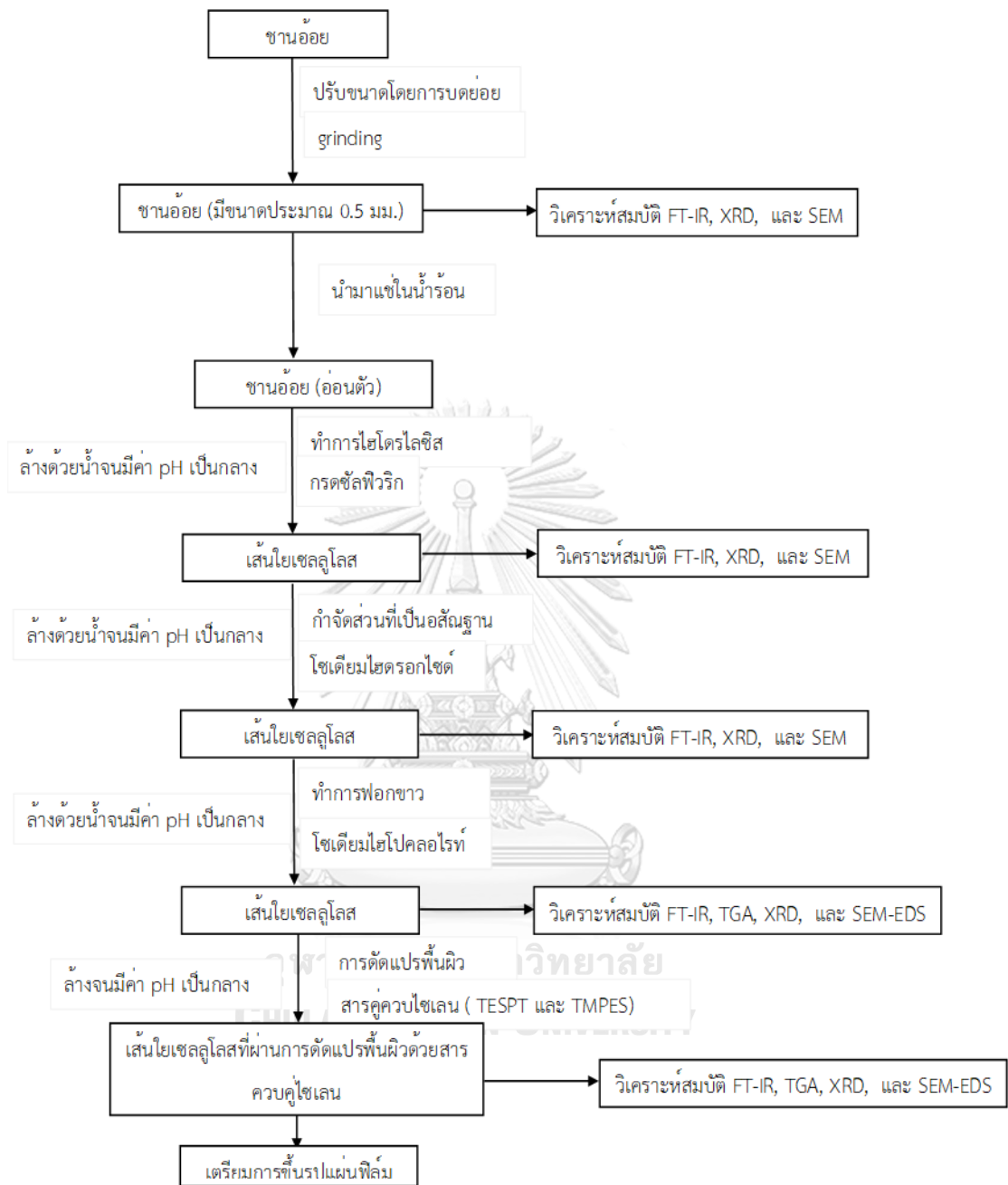
ลำดับที่	สารเคมี	หน้าที่
1.	ขวดก้นกลมแบบ 3 คอ	ภาชนะในการสกัดเซลล์โอสนาโนคริสตัล
2.	ก้านคนสารแบบใบพัด	อุปกรณ์คนสาร
3.	ปิเกตอร์	อุปกรณ์ชั่งตวง
4.	แท่งแก้ว	อุปกรณ์คนสาร
5.	กระบอกตวงสาร	อุปกรณ์ชั่งตวง
6.	ตะแกรงกรองสาร	อุปกรณ์แยกผลิตภัณฑ์ออกจากตัวทำละลาย
7.	เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง	อุปกรณ์ชั่งวัด
8.	เครื่องผสมความเร็วสูง	อุปกรณ์ช่วยเพิ่มการกระจายตัวของของแข็งในตัวกลาง
9.	เครื่องกวนสารแบบในกวน	อุปกรณ์ช่วยผสมสารในปริมาณมาก
10.	เครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง	เครื่องมือในการเตรียมยางคอมพาวด์
11.	เครื่องผสมแบบปิด	เครื่องมือในการเตรียมยางคอมพาวด์
12.	เครื่องขึ้นรูปแบบกดอัด	เครื่องมือในการเตรียมแผ่นยางคกรูป
13.	เครื่องทดสอบลักษณะการคงรูปแบบไม่มีโรเตอร์ (moving die rheometer, MDR)	เครื่องมือวิเคราะห์ลักษณะการคงรูปของยาง
14.	เครื่องทดสอบความทนต่อแรงดึง (tensile testing machine)	เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติความต้านทานต่อแรงดึงและความต้านทานต่อการฉีกขาด
15.	เครื่องบดย่อย (grinding machine)	เครื่องมือช่วยปรับขนาดสารตัวอย่างให้มีขนาดเล็กลง

ตารางที่ 3.2 (ต่อ)

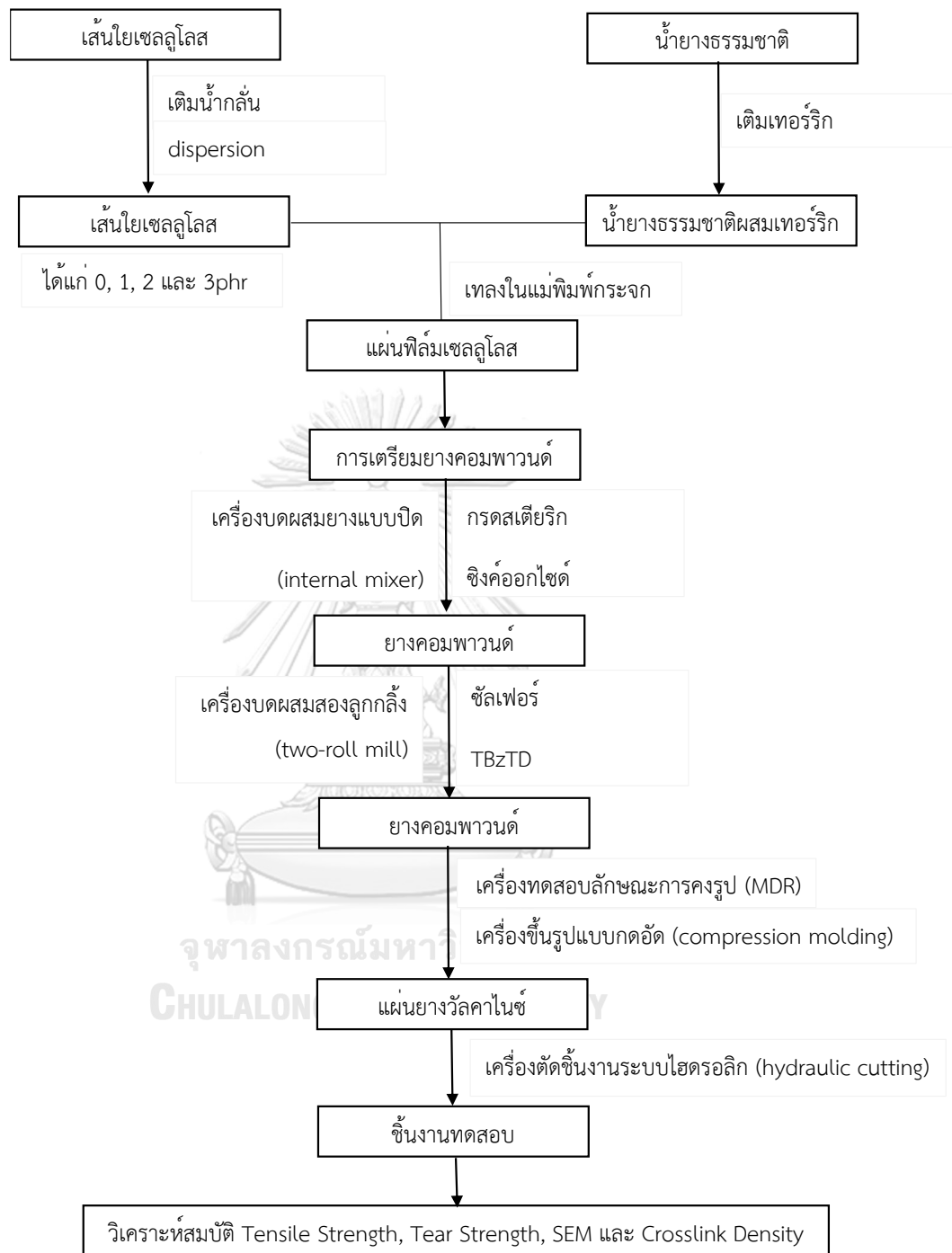
16.	เครื่องวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางโครงสร้างเคมีของสารโดยใช้ความยาวคลื่นช่วงอินฟราเรด (fourier transform infrared spectroscopy, FT-IR)	เครื่องมือการวิเคราะห์วัสดุที่เป็นสารอินทรีย์หรืออนินทรีย์ เพื่อตรวจวิเคราะห์หาโครงสร้างและองค์ประกอบของโมเลกุล
17.	เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนนาไลเซอร์ (thermogravimetric analyzer, TGA)	เครื่องมือวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน
18.	เครื่องวิเคราะห์ธาตุ (X-ray spectroscopy; XRD)	เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้าง โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัว
19.	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope -energy dispersive, SEM-EDS)	เครื่องมือวิเคราะห์โครงสร้างภายนอกหรือผิวของตัวอย่างเป็นภาพเสมือน 3 มิติ
20.	เครื่องตัดชิ้นงานระบบไฮดรอลิก (hydraulic cutting machine)	เครื่องมือตัดชิ้นงานทดสอบ
21.	เครื่องทดสอบความทนต่อแรงดึง (tensile testing machine)	เครื่องมือวิเคราะห์ทดสอบแรงดึง และความต้านทานต่อการฉีกขาดของชิ้นงานทดสอบ

3.3 แผนภูมิขั้นตอนการทดลอง

แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียม ทดสอบ และวิเคราะห์คุณลักษณะเส้นใยเซลลูโลสและเส้นใยเซลลูโลสตัดแปรพื้นผิวแสดงในรูปที่ 3.1 และแผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียม ทดสอบ และวิเคราะห์คุณลักษณะของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมเส้นใยเซลลูโลสแสดงในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมเส้นใยเซลลูโลสและเส้นใยเซลลูโลสดัดแปรพื้นผิวจากกากชานอ้อย



รูปที่ 3.2 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมเส้นใยเซลลูโลส

3.4 ขั้นตอนดำเนินงานวิจัย

3.4.1 การเตรียมเส้นใยเซลลูโลส

3.4.1.1 นำกากชานอ้อยแบบแห้งน้ำหนัก 100 กรัม มาใส่ในเครื่องบดย่อย เพื่อลดขนาดเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำมาพักทิ้งไว้ในถาด

3.4.1.2 นำกากชานอ้อยที่ผ่านการการบด (ข้อ 3.4.1.1) น้ำหนัก 20 กรัม ไปแช่ในน้ำอุ่น เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นบีบน้ำออกให้แห้งหมาด ๆ

3.4.1.3 ทำการไฮโดรไลซิสชานอ้อยที่ได้ในขวดก้นกลมแบบ 3 คอ ด้วยกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 4% v/v ปริมาตร 600 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง (ในระหว่างการทำปฏิกิริยาจะต้องกวนสารในขวดปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่อง) เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการล้างผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยน้ำปราศจากไอออน จนผลิตภัณฑ์ที่ได้มีค่า pH เป็นกลาง (ทดสอบความเป็นกรดต่างด้วยกระดาษลิตมัส)

3.4.1.4 ทำการกำจัดส่วนที่เป็นอสัณฐานของผลิตภัณฑ์ที่ได้ (ข้อ 3.4.1.3) ในขวดก้นกลมแบบ 3 คอ ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 10% w/v ปริมาตร 600 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง (ในระหว่างการทำปฏิกิริยาจะต้องกวนสารในขวดปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่อง) เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการล้างผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยน้ำปราศจากไอออน จนผลิตภัณฑ์ที่ได้มีค่า pH เป็นกลาง (ทดสอบความเป็นกรดต่างด้วยกระดาษลิตมัส)

3.4.1.5 ทำการฟอกขาวผลิตภัณฑ์ที่ได้ (ข้อ 3.4.1.4) ในขวดก้นกลมแบบ 3 คอ ด้วยโซเดียมไฮโปคลอไรท์ความเข้มข้น 10% v/v ปริมาตร 600 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (ในระหว่างการทำปฏิกิริยาจะต้องกวนสารในขวดปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่อง) เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการล้างผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยน้ำปราศจากไอออน จนผลิตภัณฑ์ที่ได้มีค่า pH เป็นกลาง (ทดสอบความเป็นกรดต่างด้วยกระดาษลิตมัส) หลังจากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปให้แรงเชิงกลด้วยเครื่องผสมความเร็วสูงด้วย 12000 rpm 10 นาที

3.4.1.6 กรองและล้างผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยน้ำกลั่น จนผลิตภัณฑ์ที่ได้มีค่า pH เป็นกลาง จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบลมร้อนที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.4.2 การตัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลส

3.4.2.1 เตรียมสารละลายอะซิโตนและน้ำโดยมีอัตราส่วนของอะซิโตนต่อสารคู่ควบไซเลน คือ 100:5 ปริมาตร 300 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันเป็นเวลา 10 นาที

3.4.2.2 นำเซลลูโลสที่เตรียมน้ำหนัก 3 กรัม ใส่ในสารละลายอะซิโตนและสารคู่ควบไซเลน ด้วยอัตราส่วนเซลลูโลส 1:5 ของปริมาณไซเลน นำไปผสมด้วยเครื่องผสมเร็วสูงด้วย 12000 rpm เป็นเวลา 10 นาที

3.4.2.3 นำสารแขวนลอยที่ได้บรรจุลงในขวดรูปชมพู่และนำไปต่อกับชุดกลั่น จากนั้นให้ความร้อนที่ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พร้อมทั้งทำการคนอย่างต่อเนื่อง

3.4.2.4 กรองและล้างผลิตภัณฑ์ด้วยสารละลายอะซิโตนที่ใช้ 4 ครั้ง

3.4.2.5 นำเซลลูโลสที่ผ่านการตัดแปรพื้นผิวไปอบให้แห้งในตู้อบลมร้อนที่อุณหภูมิ 24 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.4.3 การขึ้นรูปแผ่นฟิล์มผสมเส้นใยเซลลูโลสตัดแปร

3.4.3.1 นำเซลลูโลสทั้งที่ตัดแปร (และไม่ได้ตัดแปรพื้นผิว) ใส่ลงในบีกเกอร์ จากนั้นเติมน้ำปราศจากไอออนลงไป ทำการผสมให้เข้ากันเป็นเวลา 10 นาที โดยเตรียมเซลลูโลสให้อยู่ในภาวะสารละลาย (dispersion) ที่มีความเข้มข้น 5% โดยปริมาณ

3.4.3.2 นำน้ำยาลงที่มีเนื้อเยื่อประมาณ 60% โดยปริมาณ ใส่ลงในบีกเกอร์ จากนั้นเติมเทอร์ริก ลงไปผสม และทำการกวนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.4.3.3 จากนั้นเติมเซลลูโลสที่ปริมาณต่าง ๆ ได้แก่ 0, 1, 2 และ 3 phr ลงในน้ำยาลงที่มีการผสมเทอร์ริก และทำการกวนสารละลายอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง

3.4.3.4 นำน้ำยาลงที่ผสมเซลลูโลสแล้วเทลงในแม่พิมพ์กระจก จากนั้นปล่อยให้วางยาลงแห้ง และนำไปอบที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส จนกระทั่งฟิล์มยาลงมีลักษณะแห้ง (สังเกตจากฟิล์มยาลงมีลักษณะใส) ได้เป็นยาลงมาสเตอร์แบบทอออกมา การเตรียมเป็นมาสเตอร์แบบทจะช่วยในเรื่องการกระจายตัวของเส้นใยเซลลูโลสในยาลงให้ดีขึ้น เนื่องจากเส้นใยเซลลูโลสจะถูกนำมาตีให้กระจายตัวเป็นเส้น ๆ แยกจากกันไม่รวมกันเป็นก้อน (ถ้าไม่เตรียมด้วยวิธีนี้และนำเส้นใยที่เป็นก้อนมาผสมกับฟิล์มยาลง เส้นใยจะไม่กระจายตัว ซึ่งจะส่งผลทำให้สมบัติทางกลไม่เป็นไปตามที่คาดการณ์ไว้)

3.4.4 การเตรียมยางคอมพาวนด์

นำยาลงมาสเตอร์แบบทหรือฟิล์มยาลงที่ผสมเซลลูโลสที่เตรียมจากข้อ 3.4.3 จากนั้นนำมาบดผสมกับสารเคมี ดังแสดงในตารางที่ 3.3 โดยการบดผสมยาลงในตอนแรก จะใช้เครื่องบดผสมยาลงแบบปิด (Internal mixer) ซึ่งมีขนาดห้องผสม 1 กิโลกรัม แสดงดังรูปที่ 3.3 ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส และใช้ความเร็วรอบของโรเตอร์ที่ 50 rpm ในการบดผสม เวลาในการผสมอยู่ที่ 5 นาที

ตารางที่ 3.3 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลองและหน้าที่ของสารเคมี

สารเคมี	ปริมาณ (phr)
ยาง	100
เส้นใยเซลลูโลส	0-3
ซิงค์ออกไซด์	5
กรดสเตียริก	1
TBzTD	1
ซิลเฟอร์	2.5



รูปที่ 3.3 เครื่องเครื่องบดผสมยางแบบปิด

3.4.4.1 ขั้นตอนแรกเริ่มจากบดย่อยยางมาสเตอร์แบทหรือฟิล์มยางที่ผสมเซลลูโลสเป็นเวลา 3 นาที ด้วยเครื่องบดผสมแบบปิด จากนั้นเติมซิงค์ออกไซด์ และกรดสเตียริกตามลำดับ บดผสมต่อเป็นเวลา 2 นาที พักยางคอมพาวนด์ไว้ที่อุณหภูมิห้องก่อนนำไปบดผสมกับสารตัวเร่งและสารวัลคาไนซันบนเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้งในขั้นถัดไป

3.4.4.2 บดผสมยางคอมพาวนด์กับสารตัวเร่ง TBzTD กับกำมะถันด้วยเครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง (Two-roll mill) แสดงดังรูปที่ 3.4 ใช้เวลาในการบดผสมยางคอมพาวนด์ทั้งหมด 7 นาที จากนั้นทำการกรีดผสมยาง จำนวน 10 รอบ และรีดยางคอมพาวนด์ ให้เป็นแผ่น ที่ยางคอมพาวนด์ไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนนำไปศึกษาลักษณะการวัลคาไนซันหรือการคงรูปของยาง



รูปที่ 3.4 เครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง

3.4.5 การวิเคราะห์ลักษณะการคงรูปของยาง

ซึ่งตัวอย่างยาง (น้ำหนักโดยประมาณ 4 กรัม) นำแผ่นฟิล์มพลาสติกวางประกบด้านบนและล่าง จากนั้นนำไปวางในเครื่องทดสอบลักษณะการคงรูปแบบไม่มีโรเตอร์ (Moving Die Rheometer, MDR) แสดงดังรูปที่ 3.5 ทดสอบลักษณะการคงรูปของยางที่อุณหภูมิ 155 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นจึงนำค่าระยะเวลาในการคงรูปของยาง (t_{90}) ที่ได้ไปใช้ในการขึ้นรูปชิ้นตัวอย่างต่อไป



รูปที่ 3.5 เครื่องทดสอบลักษณะการคงรูปแบบไม่มีโรเตอร์

3.4.6 การขึ้นรูปยางวัลคาไนซ์

นำยางคอมพาวด์ที่ได้ไปขึ้นรูปเป็นแผ่นยางวัลคาไนซ์ ด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปแบบกดอัด (Compression molding) แสดงดังรูปที่ 3.6 ที่อุณหภูมิ 155 องศาเซลเซียส ทำการอัดขึ้นรูปยางวัลคาไนซ์ตามเวลาการคงรูปที่เหมาะสม (ที่ได้จากการทดสอบด้วยเครื่อง MDR) เมื่อครบตามเวลาการคงรูปที่ นำแผ่นยางวัลคาไนซ์ที่ได้ออกจากแม่พิมพ์ ซึ่งมีแผ่นยางวัลคาไนซ์ความหนาประมาณ 2.3 เซนติเมตร วางทิ้งไว้อย่างน้อย 16 ชั่วโมง ก่อนนำไปทดสอบสมบัติอื่น ๆ



รูปที่ 3.6 เครื่องอัดขึ้นรูปแบบกดอัด

3.4.7 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติของเซลลูโลสและเซลลูโลสดัดแปรพื้นผิว

3.4.7.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน และโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

นำขานอ้อย เซลลูโลสก่อนและหลังการดัดแปรด้วยสารคู่ควบไซเลนมาผสมกับโพแตสเซียมโบรมาйд (KBr) ในอัตราส่วน 100:1 อัดสารตัวอย่างให้เป็นแผ่นบางด้วยเครื่องอัดแบบกด จากนั้นนำไปใส่ใน sample holder และทำการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องทดสอบฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ รุ่น Nicolet 67000 แสดงดังรูปที่ 3.7 โดยศึกษาในช่วงความยาวคลื่น $500-4000\text{ cm}^{-1}$



รูปที่ 3.7 เครื่องทดสอบฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

3.4.7.2 วิเคราะห์โครงสร้างและปริมาณผลึกของสาร

โครงสร้างผลึก ปริมาณผลึกและระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของสารตัวอย่างเริ่มตั้งแต่ซันอ้อย เซลลูโลสก่อนและหลังการดัดแปรด้วยสารคู่ควบไซเลน ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction; XRD) ในงานวิจัยนี้ตัวอย่างถูกนำมาตรวจสอบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นเพื่อหาระยะห่างระหว่างระนาบที่ได้ โดยมีตัวอย่างเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการต่าง ๆ ถูกตรวจสอบโดยรังสีเอกซ์ตั้งแต่มุม 5 ถึง 50 องศา ที่อัตราความเร็ว 5 องศาต่อวินาที โดยใช้รังสีเอกซ์จากทองแดง ($\text{CuK}\alpha$) โดยระยะห่างระหว่างระนาบของสารตัวอย่างสามารถคำนวณได้ จากสมการที่ (1)

$$2d \times \sin \theta = n\lambda \quad (1)$$

เมื่อ

d คือ ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (nm)

θ คือ มุมที่เกิดพิกจากเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (องศา)

n คือ จำนวนเต็ม (ในที่นี้เท่ากับ 1)

และ

λ คือ ความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ที่ให้เท่ากับ 0.154 นาโนเมตร (nm)



รูปที่ 3.8 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์รุ่น D8 Advance

3.4.7.3 วิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาและตรวจสอบปริมาณองค์ประกอบของธาตุ
ลักษณะทางสัณฐานของเส้นใยเซลลูโลสที่เตรียมได้ ถูกตรวจสอบโดยใช้กล้อง
จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุ (scanning electron microscope -
energy dispersive X-ray spectroscopy; SEM-EDS) แสดงดังรูปที่ 3.9 โดยเริ่มจากนำตัวอย่าง
เส้นใยเซลลูโลสติดบนแท่งทองเหลือง และเคลือบด้วยทองเพื่อให้นำไฟฟ้าได้ดีขึ้น หลังจากนั้นนำเข้า
เครื่องเพื่อดูลักษณะสัณฐานวิทยาเซลลูโลสที่ได้ และปริมาณองค์ประกอบของธาตุ ที่กระแส 15 kV
กำลังขยาย 50, 500, 5000 และ 10000 เท่า



รูปที่ 3.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราดและอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุ

3.4.7.4 การศึกษาการสลายตัวทางความร้อน

วิเคราะห์และตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของเซลลูโลสก่อนและหลังการดัดแปร
ด้วยสารควบคู่ไซเลน โดยการวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน (Thermogravimetric analyzer,
TGA) ด้วยเครื่องทดสอบการสลายตัวทางความร้อน รุ่น TGA/DSC3+ แสดงดังรูป 3.10 โดยการ
วิเคราะห์นำเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวมาผ่านการอบที่ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำไปให้
ความร้อนแก่ตัวอย่างการทดสอบด้วยอัตราเร็ว 10°C/min โดยเริ่มให้อุณหภูมิจาก 25°C ไปจนถึง
700 °C ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน และทำการวิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของ
สารที่ได้จากเทคนิค TGA



รูปที่ 3.10 เครื่องทดสอบการสลายตัวทางความร้อน

3.4.8 การทดสอบสมบัติของยางวัลคาไนซ์

3.4.8.1 ทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึง

ทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึงของยางวัลคาไนซ์ ตามมาตรฐาน ISO 37 โดยเตรียมตัวอย่างขึ้นทดสอบเป็นรูปดัมเบลล์ อย่างน้อย 5 ชิ้นทดสอบต่อตัวอย่าง ขนาดความยาว 105 มิลลิเมตร ความกว้าง 4 ± 0.1 มิลลิเมตร ความหนา 2 ± 0.2 มิลลิเมตร และทำการทดสอบด้วยเครื่อง Universal tensile testing machine ที่อัตราเร็วในการดึง 500 มิลลิเมตร/นาที ใช้ load cell ขนาด 15 kN เพื่อหาค่าเฉลี่ยความทนต่อแรงดึง (Tensile Strength) ของชิ้นทดสอบ

3.4.8.2 ทดสอบความต้านทานต่อการฉีกขาด

เตรียมชิ้นงานตัวอย่างเพื่อทดสอบความต้านทานต่อการฉีกขาด ตามมาตรฐาน ASTM D 624 โดยตัดชิ้นงานด้วย die C นำชิ้นตัวอย่างไปทดสอบด้วย Universal tensile testing machine ที่อัตราเร็วในการดึง 500 มิลลิเมตร/นาที ใช้ load cell ขนาด 15 kN เพื่อหาค่าเฉลี่ยความทนต่อการฉีกขาด (Tear Strength) ของชิ้นทดสอบ

3.4.8.3 ลักษณะสัณฐานวิทยา

นำชิ้นงานตัวอย่างติดบนที่วางตัวอย่าง และเคลือบด้วยทองเพื่อให้นำไฟฟ้าได้ดีขึ้น หลังจากนั้นนำเข้าเครื่องเพื่อดูลักษณะสัณฐานวิทยาของที่กระแส 15 kV กำลังขยาย 50, 500, 5000 และ 10000 เท่า เพื่อตรวจสอบพื้นผิว และความเข้ากันของคอมพอลิเตียกธรรมชาติกับเส้นใยเซลลูโลส

3.4.8.4 ทดสอบหาความหนาแน่นของพันธะการเชื่อมขวาง

การทดสอบความหนาแน่นของพันธะการเชื่อมขวางโดยเตรียมชิ้นงานตัวอย่าง ขนาด 1×1 ตารางเซนติเมตร โดยขึ้นตัวอย่างมีความหนา 2.0 มิลลิเมตร จากนั้นนำชิ้นงานตัวอย่างแช่ในสารละลายโทลูอินเป็นเวลา 7 วัน โดยบันทึกผลน้ำหนักชิ้นงานก่อนและหลังแช่ในสารละลายโทลูอิน จากนั้นไปอบที่ 105 องศาเซลเซียส แล้วชั่งน้ำหนักจนกว่าน้ำหนักไม่เปลี่ยนแปลง จากนั้น บันทึกน้ำหนักแล้วนำไปคำนวณตามสมการของ Flory-Rehner ดังสมการที่ 2 [30]

$$V = \frac{-\ln(1-V_r) + V_r + X V_r^2}{V_s (V_s^{\frac{1}{3}} - 0.5 V_r)} \quad (2)$$

เมื่อ V คือ ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมขวาง (mol/cm^3)

V_r คือ สัดส่วนโดยปริมาตรของยางที่บวมตัว

V_s คือ ปริมาตรต่อโมลของตัวทำละลาย (cm^3/mol)

และ X คือ ค่าพารามิเตอร์ของแรงที่กระทำกันระหว่างยางกับตัวทำละลาย

ซึ่งการจะหาค่าของ V_r คือ สัดส่วนโดยปริมาตรของยางที่บวมตัวซึ่งสามารถหาได้จากสมการที่ 3 [30]

$$V_r = \frac{m_1/\rho_1}{(m_1/\rho_1)+(m_2/\rho_2)} \quad (3)$$

- เมื่อ m_1 คือ น้ำหนักของยางเริ่มต้น (g)
 ρ_1 คือ ความหนาแน่นของวัลคาไนซ์ยางที่ไม่บวม (g/cm^3)
 m_2 คือ น้ำหนักของยางหลังแช่ในตัวทำละลาย (g)
 และ ρ_2 คือ ความหนาแน่นของตัวทำละลาย (g/cm^3)



บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการเสริมแรงยางธรรมชาติด้วยเส้นใยเซลลูโลสที่ได้จากกากชานอ้อยและผ่านการดัดแปรพื้นผิวด้วยไซเลน ผลการทดลองแบ่งออกเป็น 4 หัวข้อย่อย ได้แก่ 1. การเตรียมเส้นใยเซลลูโลสจากชานอ้อย 2. การเสริมแรงยางธรรมชาติด้วยเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิดบิส[(3-ไทรเอทอกซีไซลิล)โพรพิล]เตตระซัลไฟด์ (bis[3-(triethoxysilyl)propyl] tetrasulfide (TESPT)) 3. การเสริมแรงยางธรรมชาติด้วยเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วย TESPT เปรียบเทียบกับไซเลนชนิด (3-เมอแคปโทโพรพิล)ไตรเอทอกซีไซเลน (3-Mercaptopropyl)triethoxysilane (TMPES))

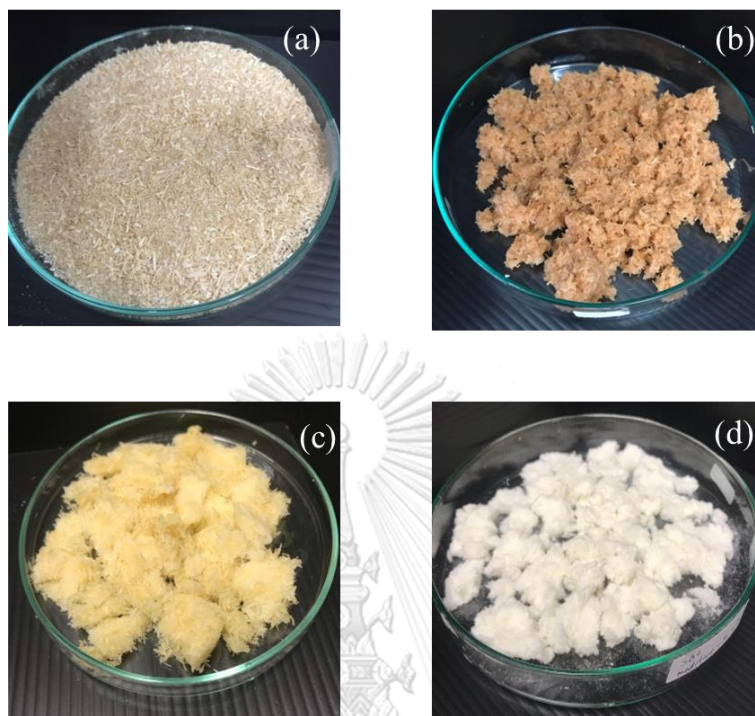
4.1 การเตรียมเส้นใยเซลลูโลสจากกากชานอ้อย

เนื่องจากกากชานอ้อยมีองค์ประกอบหลายชนิด เช่น เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส ลิกนิน เป็นต้น ซึ่งองค์ประกอบที่ไม่ใช่เซลลูโลสนั้นส่งผลให้สมบัติการเสริมแรงยางด้อยลง ดังนั้นจึงจำเป็นที่จะต้องนำกากชานอ้อยมาผ่านการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมีเพื่อกำจัดส่วนที่ไม่ใช่เซลลูโลสออก กระบวนการทางเคมีที่ใช้เตรียมเส้นใยเพื่อใช้เป็นสารเสริมแรงในยางมีทั้งหมด 3 ขั้นตอน ได้แก่ 1. การนำชานอ้อยมาแช่ในกรดซัลฟิวริก 2. การนำชานอ้อยหลังจากแช่ในกรดซัลฟิวริกมาแช่ในด่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ และ 3. การฟอกขาวชานอ้อยที่ผ่านการแช่ในกรดและด่างด้วยโซเดียมไฮโปคลอไรต์

4.1.1 ลักษณะทางกายภาพของเส้นใยเซลลูโลสจากกากชานอ้อย

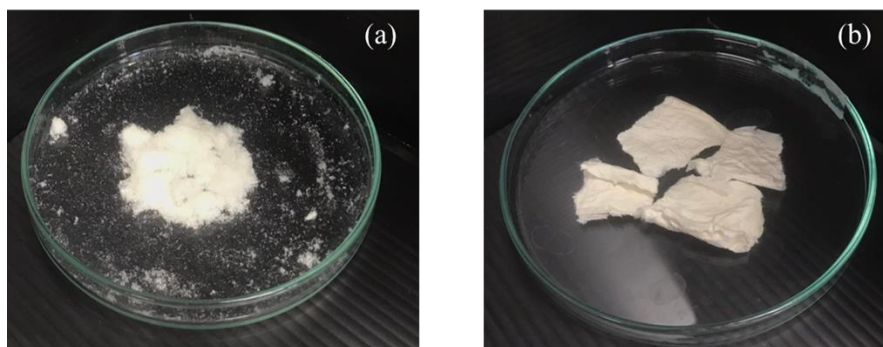
จากการศึกษาลักษณะทางกายภาพของเส้นใยชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมีแสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่าสีของชานอ้อยนั้นเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจน จะเห็นว่าสีของชานอ้อยก่อนที่จะผ่านกระบวนการทางเคมีนั้นมีสีขาวปนกับน้ำตาล เมื่อผ่านการแช่ด้วยกรดซัลฟิวริกสีของชานอ้อยจะเหลือแต่สีน้ำตาล หลังจากนั้นเมื่อนำไปแช่ในด่างในขั้นตอนที่ 2 พบว่าสีของชานอ้อยจะจางลงกลายเป็นสีเหลือง ซึ่งการแช่กรดและด่างนั้นเป็นการกำจัดส่วนที่ไม่ใช่เซลลูโลสออก ดังนั้นส่วนที่เป็นสีเหลืองที่เห็น คือเส้นใยเซลลูโลส [31] แต่อย่างไรก็ตามเส้นใยเซลลูโลสจะถูกนำไปฟอกขาวใน

ขั้นตอนสุดท้าย ซึ่งจะเห็นว่าสีของเส้นใยเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีขาว และการฟอกขาวยังช่วยให้เส้นใยมีขนาดเล็กลง เนื่องจากการให้แรงเชิงกลขณะทำการฟอกขาว



รูปที่ 4.1 ลักษณะทางกายภาพของ (a) กากชานอ้อย (b) กากชานอ้อยหลังจากแช่ในกรดซัลฟิวริก (c) กากชานอ้อยหลังจากแช่กรดซัลฟิวริกและด่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ และ (d) เส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการฟอกขาว

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาถึงวิธีการฟอกขาวเส้นใย 2 วิธี ได้แก่การฟอกขาวด้วยโซเดียมไฮโปคลอไรต์ที่ไม่ใช้แรงเชิงกลกับใช้ร่วมกับแรงเชิงกล ซึ่งแรงเชิงกลที่ใช้ในครั้งนี่คือ การกวนด้วยใบพัดที่ความเร็ว 12000 รอบต่อนาทีพบว่าการให้แรงเชิงกลในระหว่างการฟอกขาวนั้น ทำให้เส้นใยที่ได้มีขนาดเล็ก พื้นผิวหยาบ และไม่เป็นเนื้อเดียวกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.2 (a) จะต่างกับวิธีที่ไม่ผ่านแรงเชิงกล พบว่าเส้นใยที่ได้มีขนาดเล็กลง เป็นเนื้อละเอียด ผิวเรียบเนียนและอัดตัวกันเป็นแผ่น ดังแสดงในรูปที่ 4.2 (b) เมื่อเปรียบเทียบระหว่าง 2 วิธีพบว่าการฟอกขาวร่วมกับการใช้แรงเชิงกลส่งผลให้เส้นใยที่ได้เหมาะแก่การนำไปใช้เป็นสารตัวเติมในยางมากกว่า



รูปที่ 4.2 ลักษณะทางกายภาพของเส้นใยเซลลูโลสหลังจากฟอกขาวที่

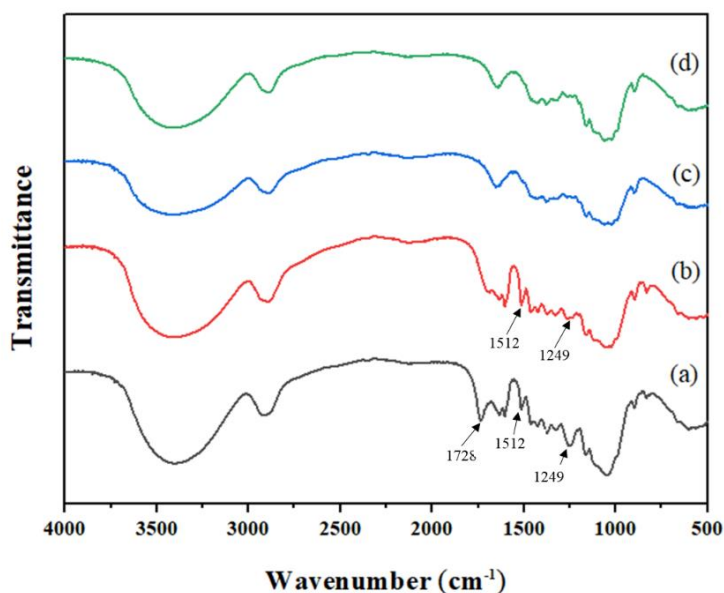
(a) ไม่ใช้แรงเชิงกล และ (b) ร่วมกับการใช้แรงเชิงกล

4.1.2 โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยเซลลูโลส

รูปที่ 4.3 แสดงสเปกตรัมที่ทดสอบด้วยเครื่องฟูเรียทรานสฟอร์มสเปกโตรสโกปี (Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)) ของเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมีทั้ง 3 ขั้นตอน เปรียบเทียบกับกากชานอ้อยที่ใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้น พบว่ากากชานอ้อยที่ยังไม่ผ่านกระบวนการทางเคมีแสดงพีคหลัก ๆ ที่ 3300 , 2900 , 1738 , 1512 และ 1249 cm^{-1} โดยปกติแล้วการสั่นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซิล ($-\text{OH}$) จะแสดงพีคอยู่ในช่วง 3600 - 3000 cm^{-1} ซึ่งในการทดสอบนี้พีคจะอยู่ในตำแหน่ง 3300 cm^{-1} นอกจากนี้ยังแสดงการเกิดการสั่นแบบยืดของหมู่ฟังก์ชัน $-\text{CH}_2$ ทั้งแบบสมมาตรและอสมมาตรที่ตำแหน่งพีค 2900 และ 1423 cm^{-1} ตามลำดับ พีคที่ตำแหน่ง 1728 cm^{-1} แสดงถึงการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน $\text{C}=\text{O}$ ซึ่งเป็นโครงสร้างทางเคมีของเฮมิเซลลูโลส พีคที่ตำแหน่ง 1512 และ 1249 cm^{-1} แสดงถึงการสั่นแบบยืดของหมู่ฟีนอล ซึ่งเป็นโครงสร้างทางเคมีของลิกนิน ส่วนพีคที่ตำแหน่ง 1243 และ 1155 cm^{-1} แสดงถึงการสั่นแบบยืดของหมู่ฟังก์ชัน $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ ทั้งแบบสมมาตรและอสมมาตรตามลำดับซึ่งเป็นโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลส ตำแหน่งพีคกับหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของกากชานอ้อยแสดงดัง ตารางที่ 4.1 [24]

เปรียบเทียบสเปกตรัมของกากชานอ้อยกับเส้นใยที่ได้หลังการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมีพบว่าเมื่อกากชานอ้อยผ่านการแช่ในกรดซัลฟิวริก ทำให้ความเข้มของพีคที่ตำแหน่ง 1728 cm^{-1} ลดลงอย่างเห็นได้ชัด พีคที่ตำแหน่งนี้เป็นการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน $\text{C}=\text{O}$ ซึ่งเป็นโครงสร้างทางเคมีของเฮมิเซลลูโลส และยังพบว่าความเข้มของพีคที่ตำแหน่ง 1512 และ 1249 cm^{-1} ลดลงเช่นเดียวกัน ซึ่งพีคทั้งสองตำแหน่งนี้เกิดจากการสั่นของหมู่ฟีนอลที่เป็นโครงสร้างทางเคมีของลิกนิน ดังนั้นจะเห็นว่าการแช่กากชานอ้อยในกรดซัลฟิวริกนั้นสามารถกำจัดส่วนของเฮมิเซลลูโลสและลิกนินได้ เมื่อเทียบกับกากชานอ้อยที่ผ่านในขั้นตอนของการแช่ด้วยต่างพบว่าพีคที่ตำแหน่งเหล่านี้ได้หายไป ซึ่งเป็นการยืนยันว่าเมื่อนำกากชานอ้อยผ่านกระบวนการทางเคมีด้วยการแช่กรดและต่างเป็นการกำจัดเฮมิ

เซลลูโลสและลิกนินออกไป นอกจากนี้ขั้นตอนสุดท้ายของการเตรียมเส้นใยเป็นขั้นตอนของการฟอกขาว ดังนั้นจะเห็นว่าสเปกตรัมของทั้งสองจะไม่มี การเปลี่ยนแปลง การฟอกสีเส้นใยเป็นขั้นตอนเพื่อให้ได้เส้นใยเซลลูโลสสีขาวที่เหมาะสมแก่การนำไปใช้เป็นสารตัวเติมเสริมแรงต่อไป



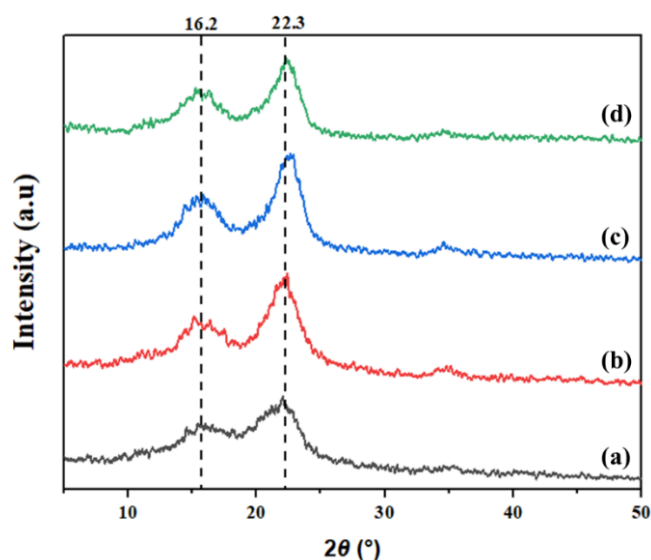
รูปที่ 4.3 สเปกตรัมของ (a) กากชานอ้อย (b) เส้นใยกากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริก (c) เส้นใยกากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริกและต่าง และ (d) เส้นใยกากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริก/ต่าง/สารฟอกขาว

ตารางที่ 4.1 หมู่ฟังก์ชันทางเคมีชนิดต่าง ๆ กับตำแหน่งเลขคลื่นที่เกิดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด[24]

Wavenumber (cm ⁻¹)	Functional group	Detail
3300	-OH	Hemicellulose and cellulose
2947	-C-H	Cellulose
2900	-CH ₂	Cellulose
1728	C=O	Hemicellulose
1512	Phenol	Lignin
1249	Phenol	Lignin

4.1.3 โครงสร้างผลึกของเส้นใยเซลลูโลส

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของกากของขานอ้อยและเส้นใยที่ได้หลังจากการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมี ซึ่งงานวิจัยนี้ทำการทดสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดย XRD pattern ของตัวอย่างทั้งหมดแสดงในรูปที่ 4.4 จากผลการวิเคราะห์พบว่า กราฟปรากฏพีคสองตำแหน่งที่ 2θ เท่ากับ 16.2° และ 22.3° ซึ่งพีคทั้งสองนั้นแสดงถึงระนาบของโครงสร้างที่เป็นผลึกของเซลลูโลส โดยพีคที่ตำแหน่ง 16.2° คือ ผลึกระนาบที่ 110 และตำแหน่ง 22.3° คือผลึกระนาบที่ 002 แสดงให้เห็นว่าการปรับสภาพด้วยกระบวนการทางเคมีเหล่านี้ไม่ได้เปลี่ยนแปลงสัณฐานวิทยาความเป็นผลึกของเซลลูโลส เนื่องจากเส้นใยทั้งหมดทั้งก่อนและหลังการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมีแสดงพีคที่ตำแหน่งเดียวกัน แต่อย่างไรก็ตามการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมีมีผลต่อความเข้มของพีคที่เกิดขึ้น จะเห็นได้ว่าความเข้มของพีคจะเพิ่มขึ้นเมื่อเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมีตามลำดับชั้น ซึ่งความเข้มพีคที่ได้บ่งบอกถึงปริมาณผลึกที่อยู่ในเส้นใยเซลลูโลส ตารางที่ 4.2 แสดงถึงปริมาณผลึกของเส้นใยเซลลูโลสก่อนและหลังการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมี การบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมีเป็นการกำจัดส่วนที่ไม่ใช่ผลึกของเซลลูโลสออกจากเส้นใย จะเห็นว่ากากขานอ้อยจะมีปริมาณผลึกของเซลลูโลส 52.25% และเมื่อผ่านการบำบัดด้วยกรด ต่าง และการฟอกขาว เส้นใยที่ได้มีปริมาณผลึก 59.51, 65.59 และ 71.25% ตามลำดับ



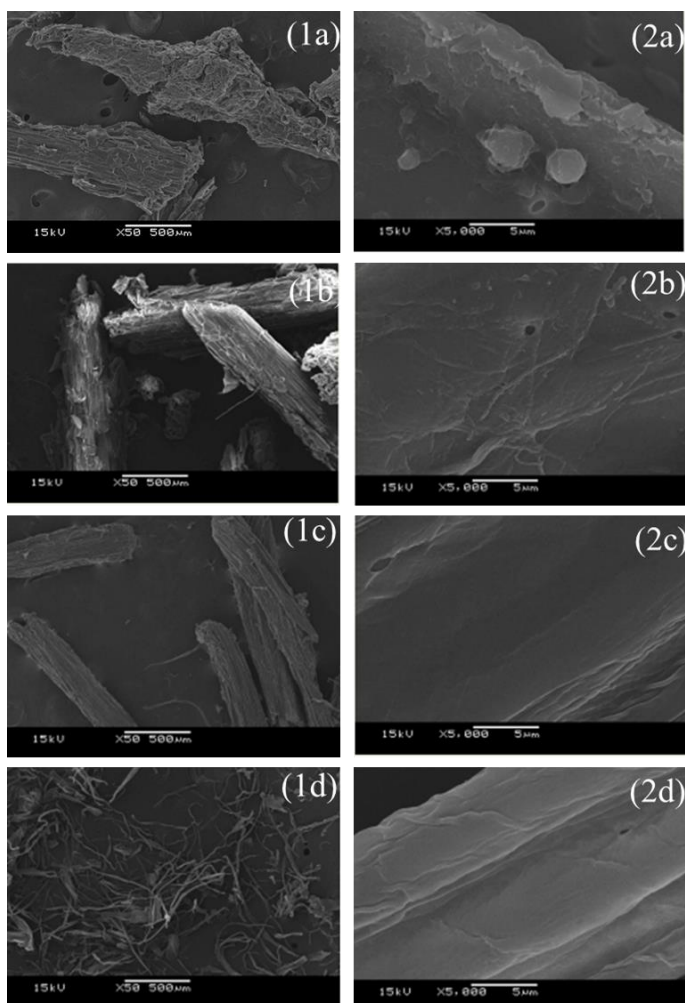
รูปที่ 4.4 XRD pattern (a) กากขานอ้อย (b) เส้นใยกากขานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริก (c) เส้นใยกากขานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริกและต่าง และ (d) เส้นใยกากขานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริก/ต่าง/สารฟอกขาว

ตารางที่ 4.2 ปริมาณผลึกของกากชานอ้อยและเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการบำบัดด้วยกระบวนการทาง

กระบวนการปรับสภาพพื้นผิว	ปริมาณผลึก (%)
กากชานอ้อย	52.25
เส้นใยเซลลูโลสหลังแช่ในกรด	59.51
เส้นใยเซลลูโลสหลังแช่ในกรดและต่าง	65.59
เส้นใยเซลลูโลสหลังแช่ในกรดและต่างและผ่านการฟอกขาว	71.25

4.1.4 โครงสร้างสัณฐานวิทยาของกากชานอ้อยและเส้นใยเซลลูโลส

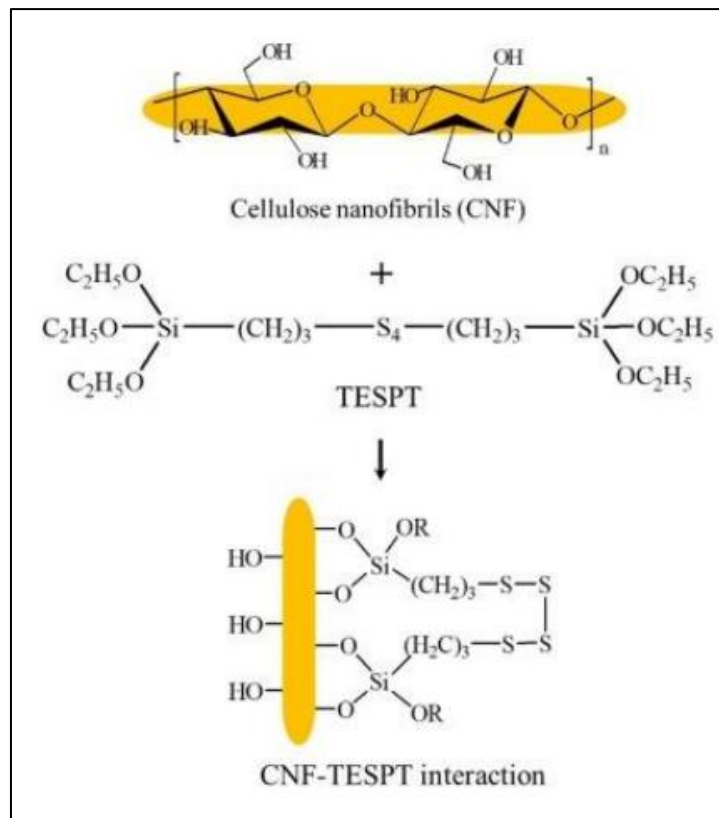
ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของกากชานอ้อยและเส้นใยเซลลูโลสที่ได้หลังการบำบัดกากชานอ้อยด้วยกระบวนการทางเคมีแสดงดังรูปที่ 4.5 เปรียบเทียบระหว่างกำลังขยายที่ 50 และ 5000 เท่า ซึ่งที่กำลังขยายต่ำจะเป็นการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใย ได้แก่ ขนาดและความยาว ในขณะที่กำลังขยายสูงจะเป็นการวิเคราะห์พื้นผิวของเส้นใย จากผลการทดลองเมื่อเปรียบเทียบที่กำลังขยายต่ำจะเห็นว่า กากชานอ้อยที่ยังไม่ผ่านการบำบัดนั้นมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ใหญ่ (500 ไมโครเมตร) แต่เมื่อทำการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมี โดยการแช่ในกรด ต่างและทำการฟอกขาว ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยเซลลูโลสจะเล็กลง ค่าที่วัดได้จากภาพถ่าย SEM คือ 400, 300 และ 20 ไมโครเมตร ตามลำดับ ทั้งนี้เป็นผลมาจากการบำบัดเส้นใยเป็นการกำจัดส่วนเฮมิเซลลูโลส และลิกนินออก[32] ซึ่งทั้งสองส่วนนี้จะเกาะอยู่ที่เส้นใยเซลลูโลสทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยใหญ่ขึ้น เมื่อพิจารณาเส้นใยเซลลูโลสที่ได้หลังจากฟอกขาวจะเห็นว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กและเส้นใยจะค่อนข้างยาว ดังนั้นสัณฐานวิทยาบ่งชี้ให้เห็นว่าเส้นใยมี aspect ratio ratio (L/D) สูง กล่าวคือ เส้นใยมีอัตราส่วนความยาว (L) ต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (D) ที่มากขึ้น ซึ่งเป็นลักษณะที่คาดว่าจะให้ผลของการเสริมแรงในยางได้ดี จากการวัดขนาดและความยาวของเส้นใย พบว่ามี aspect ratio เท่ากับ 45 พิจารณาลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยที่ กำลังขยายสูง รูปที่ 4.5(a), 4.5(b), 4.5(c) และ 4.5(d) พบว่าพื้นผิวของกากชานอ้อยที่ยังไม่ผ่านการบำบัดมีลักษณะที่ขรุขระ พื้นผิวไม่เรียบ แต่เมื่อผ่านการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมีทำให้พื้นผิวของเส้นใยที่ได้เรียบขึ้น



รูปที่ 4.5 สัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 50 (= 1) และ 5000x (=2) ของ (a) กากชานอ้อย (b) เส้นใย กากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริก (c) เส้นใยกากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริกและต่าง และ (d) เส้นใยกากชานอ้อยหลังแช่ในกรดซัลฟิวริก/ต่าง/สารฟอกขาว

4.2 การตัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลน

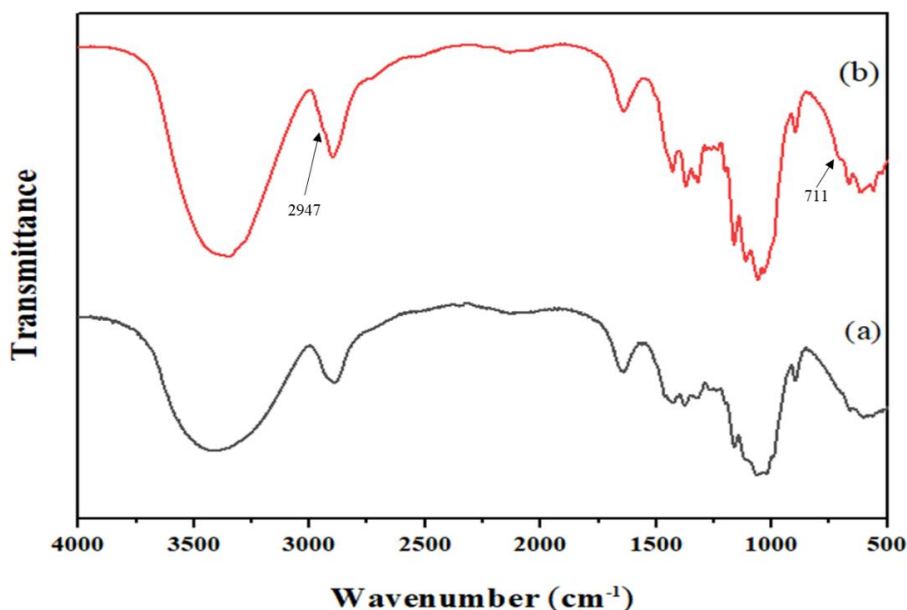
เนื่องจากพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสมีองค์ประกอบของหมู่ไฮดรอกซิลซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันทางเคมีที่มีความเป็นขั้วสูง จึงส่งผลให้ความเข้ากันกับโมเลกุลยางต่ำ แต่อย่างไรก็ตามหมู่ไฮดรอกซิลเหล่านี้มีความว่องไวต่อการทำปฏิกิริยากับสารคู่ควบไซเลน ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงทำการตัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลส ซึ่งเป็นการนำเส้นใยเซลลูโลสที่ได้หลังจากการฟอกขาวแล้วมาทำปฏิกิริยากับสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลที่อยู่บนพื้นผิวเส้นใยกับหมู่แอลคอกซีที่อยู่ในสายโซ่โมเลกุลไซเลนแสดงดังรูปที่ 4.6 [33]



รูปที่ 4.6 ปฏิกิริยาระหว่างเส้นใยเซลลูโลสกับไซเลนชนิด TESPT [31]

4.2.1 โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารควบคู่ไซเลน

จากรูปที่ 4.7 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของของเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรพื้นผิวและที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารควบคู่ไซเลนชนิด TESPT จากรูปพบว่าเซลลูโลสที่มีการดัดแปรพื้นผิวจะแสดงตำแหน่งการดูดกลืนแสงที่ตำแหน่งพิกัด 711, และ 2947 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งของ Si-O stretching และตำแหน่งของ Si-CH₂ asymmetric stretching ตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้สามารถบ่งชี้ถึงหมู่ ไซลานอลในโครงสร้างของสารควบคู่ไซเลน ดังนั้นจากผลการทดลองจึงยืนยันได้ว่า เส้นใยเซลลูโลสได้มีการดัดแปรด้วยสารควบคู่ไซเลนบนพื้นผิวของเซลลูโลส นอกจากนี้พบว่าช่วงความยาวคลื่นในช่วง 3000 - 3400 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงหมู่ไฮดรอกซิลในเซลลูโลสที่ผ่านการดัดแปรพื้นผิวจะมีค่าความเข้มและค่าการดูดกลืนแสงน้อยกว่าเซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรพื้นผิว เนื่องจากน้ำหรือความชื้นในเส้นใยเซลลูโลสเกิดการระเหยออกหลังจากได้รับความร้อนในระหว่างขั้นตอนการดัดแปรพื้นผิว

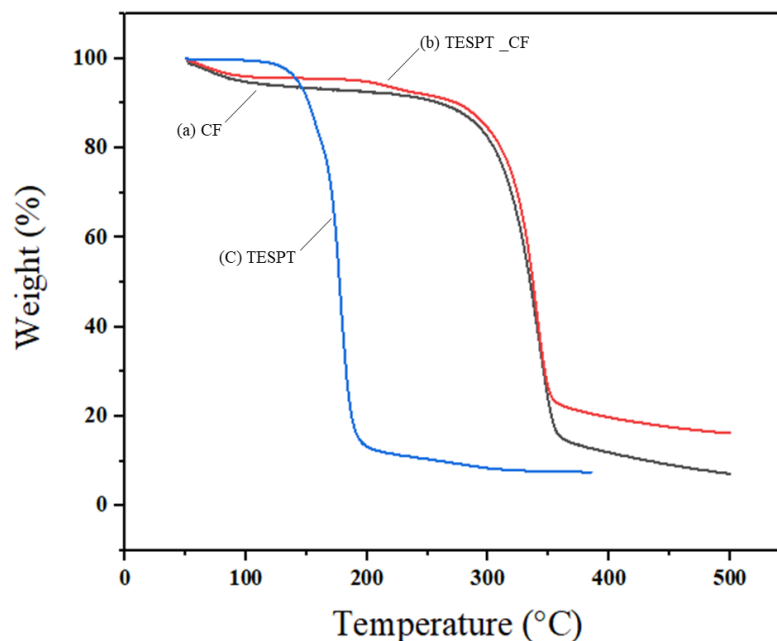


รูปที่ 4.7 สเปกตรัมของเส้นใยเซลลูโลส (a) ที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิวและ (b) ที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT

4.2.2 สมบัติทางความร้อนของเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน

ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิการสลายตัวของเส้นใยเซลลูโลสทั้งก่อนและหลังการตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนด้วยเทคนิค TGA แสดงในรูปที่ 4.8 พบว่ามีการสลายของสารในช่วงแรก ที่อุณหภูมิประมาณ 50-100 °C ซึ่งในส่วนนี้เป็นการสลายของสารโมเลกุลเล็ก เช่น น้ำ เป็นต้น โดยปกติแล้วน้ำหรือความชื้นสามารถเกาะอยู่บนพื้นผิวของเส้นใยได้ เนื่องจากสามารถทำอันตรกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลที่อยู่บนพื้นผิวเส้นใยผ่านพันธะไฮโดรเจน เมื่อเปรียบเทียบระหว่างเส้นใยก่อนและหลังตัดแปรพื้นผิวด้วยไซเลน พบว่าเส้นใยที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิวมีปริมาณความชื้น 7.23 % ส่วนเส้นใยที่ผ่านการตัดแปรพื้นผิวมีปริมาณความชื้น 3.16 % จะเห็นว่าการตัดแปรพื้นผิวด้วยไซเลนส่งผลให้มีปริมาณความชื้นน้อยกว่าเส้นใยที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิว ทั้งนี้เป็นผลมาจากการตัดแปรพื้นผิวเกิดตรงหมู่ไฮดรอกซิล ดังนั้นจึงลดโอกาสที่ความชื้นจะทำอันตรกิริยากับเส้นใยได้ ช่วงที่สองที่มีการสลายตัวคือที่อุณหภูมิประมาณ 250-320 °C [33] ซึ่งเป็นการสลายเนื่องจากการไพโรไลซิสของเส้นใยเซลลูโลส จะเห็นว่าการตัดแปรพื้นผิวเส้นใยด้วยไซเลนส่งผลให้มีความต้านทานต่อการสลายตัวด้วยความร้อนในช่วงที่สองสูงขึ้นเล็กน้อย (253-313 °C) ในขณะที่เส้นใยที่ไม่ผ่านการตัดแปรโมเลกุลมีการสลายตัวในช่วง 249-310 °C เมื่อพิจารณาถึงการสลายตัวด้วยความร้อนของเส้นใยที่ผ่านการตัดแปรพื้นผิว พบว่ามีการสลายตัวที่อุณหภูมิในช่วง 223-253 °C ซึ่งคาดว่าจะเป็นการสลายตัวของโมเลกุลสารคู่ควบไซเลนซึ่งมีปริมาณอยู่ที่ 1.2 % ซึ่งได้จากการคำนวณอัตราส่วนน้ำหนักของสารที่

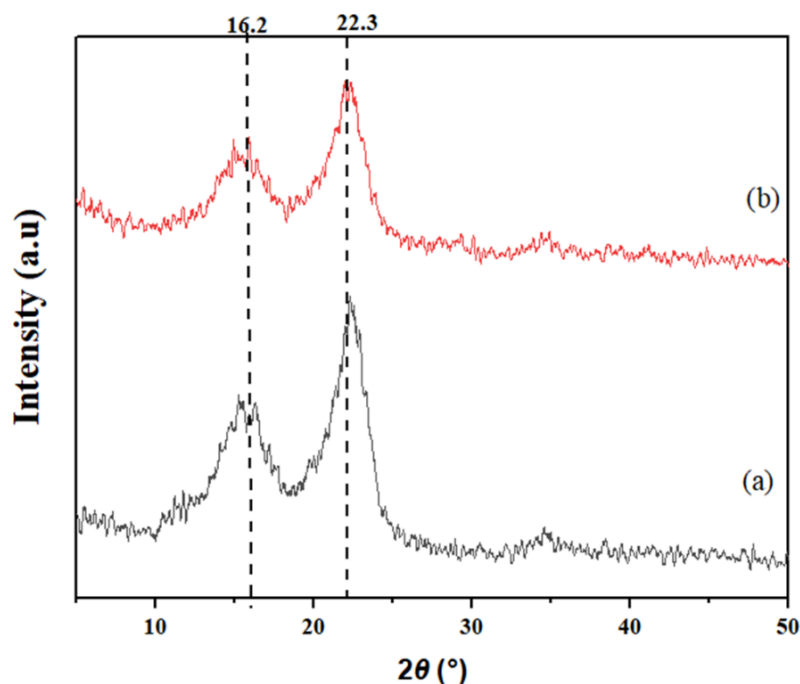
สูญเสียบางเวลาหนึ่งๆ ต่อน้ำหนักของสารที่สูญเสียบ้างเมื่อสิ้นสุดการสลายตัว การวิเคราะห์ในครั้งนี้ ได้มีการทดสอบการสลายตัวด้วยความร้อนของสารคู่ควบไซเลน พบว่าสารคู่ควบไซเลนจะสลายตัวที่อุณหภูมิประมาณ 150 °C ทำให้เห็นว่าการตัดแปรรูปเส้นใยด้วยสารคู่ควบไซเลนส่งผลให้สารคู่ควบไซเลนมีความต้านทานต่อความร้อนสูงขึ้นเนื่องจากการยึดติดบนพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลส



รูปที่ 4.8 การสลายตัวเนื่องจากความร้อนของ (a) เส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรรูปพื้นผิวและ (b) ที่ตัดแปรรูปพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT และ (c) TESPT

4.2.3 โครงสร้างผลึกของเส้นใยเซลลูโลสก่อนและหลังการตัดแปรรูปพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน

XRD pattern ของเส้นใยเซลลูโลสก่อนและหลังการตัดแปรรูปพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน TESPT แสดงดังรูปที่ 4.9 จากรูปพบว่า การตัดแปรรูปพื้นผิวไม่ได้ส่งผลต่อลักษณะของผลึกเส้นใยเซลลูโลส ซึ่งพิจารณาได้จากพีคที่ปรากฏที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่งเดียวกัน คือที่ 2θ เท่ากับ 16.2° และ 22.3° แต่อย่างไรก็ตามการตัดแปรรูปพื้นผิวเส้นใยด้วยสารคู่ควบไซเลนมีผลต่อความเข้มของพีคที่เกิดขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4.3 จะเห็นได้ว่าก่อนการตัดแปรรูปพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน เส้นใยเซลลูโลสมีปริมาณผลึก 71.25% แต่หลังจากที่ผ่านการตัดแปรรูปพื้นผิวแล้วปริมาณผลึกเหลือเพียง 60.30% ซึ่งจะเห็นว่าการตัดแปรรูปพื้นผิวส่งผลให้ปริมาณรวมของผลึกของเส้นใยเซลลูโลสลดลง ทั้งนี้อาจเป็นผลมาจากการความร้อน และการให้แรงเชิงกล ดังนั้นเมื่อตัดแปรรูปพื้นผิวด้วยไซเลนทำให้ปริมาณของผลึกโดยรวมลดลง



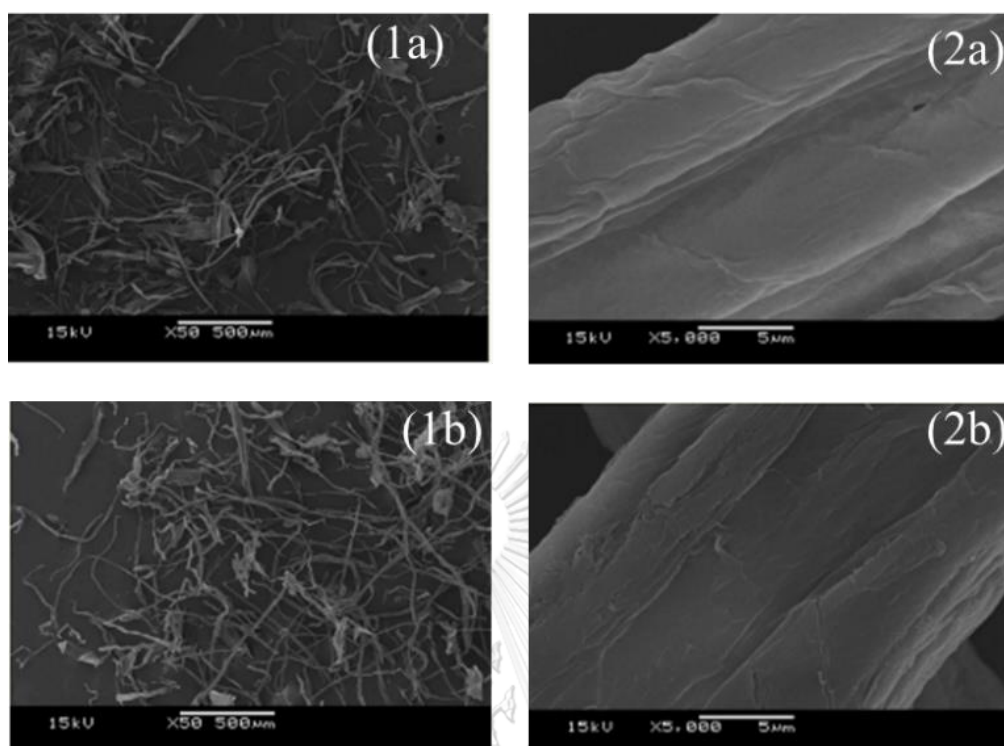
รูปที่ 4.9 XRD patter ของเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิวและที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT

ตารางที่ 4.3 ปริมาณความเป็นผลึกของเส้นใยจากกากชานอ้อยที่ตัดแปรและไม่ได้ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารควบไซเลน

ชนิดของเส้นใยเซลลูโลส	ดัชนีความเป็นผลึก (% Crystalline)
เส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ตัดแปรพื้นผิว	71.25
เส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT	60.3

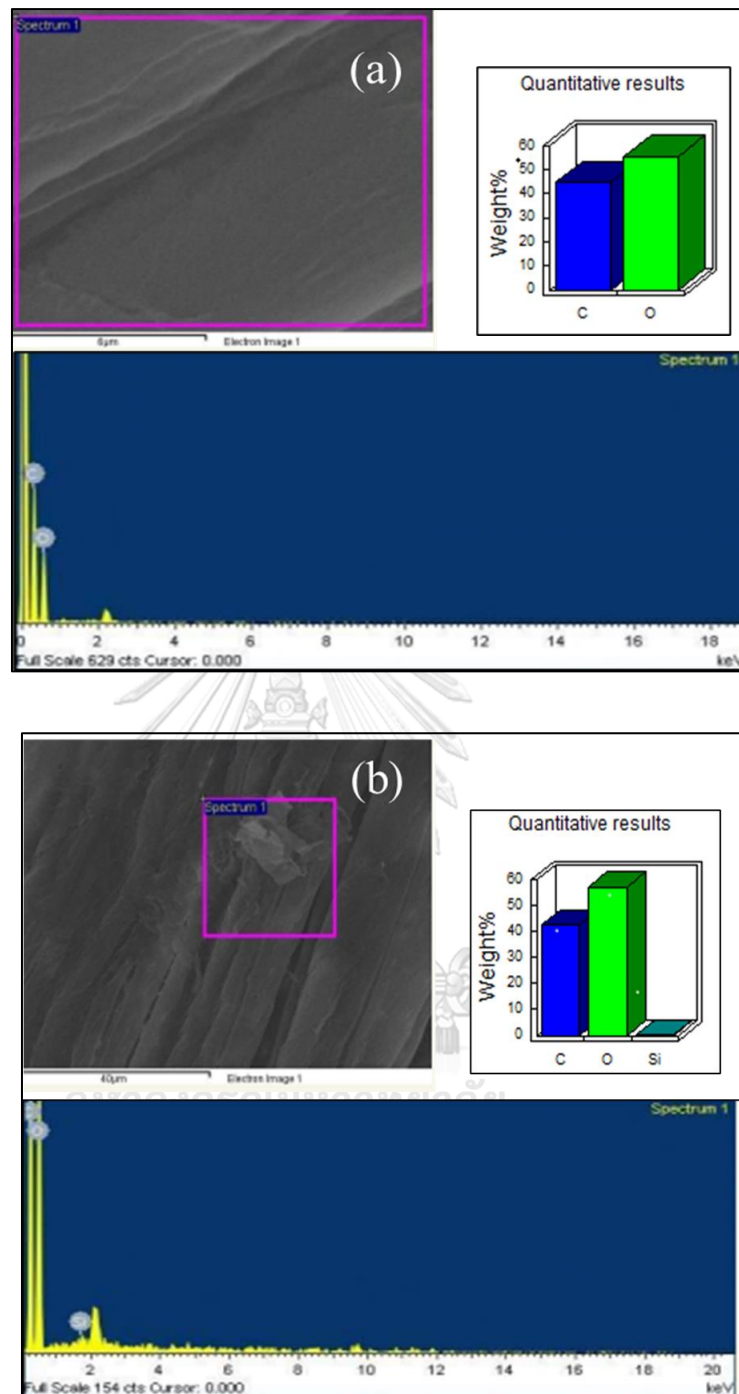
4.2.4 สัณฐานวิทยาของเส้นใยเซลลูโลสก่อนและหลังการตัดแปรพื้นผิวด้วยไซเลน

รูปที่ 4.10 แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยที่กำลังขยาย 500 และ 5000 เท่า เปรียบเทียบระหว่างเส้นใยเซลลูโลสก่อนและหลังการตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน พบว่าลักษณะสัณฐานวิทยาไม่แตกต่างกันมากนัก อาจจะต่างกันเล็กน้อยที่บริเวณพื้นผิวของเส้นใย ซึ่งเส้นใยที่ผ่านการตัดแปรพื้นผิวด้วยไซเลนจะมีลักษณะที่ขรุขระกว่า ดังแสดงในรูปที่ 4.11 จากการวัดขนาดของเส้นใยพบว่าเส้นใยที่ทั้งสองมีเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากัน ซึ่งอยู่ในช่วงประมาณ 10-50 ไมโครเมตร



รูปที่ 4.10 สัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 50 (= 1) และ 5000x (=2) ของเส้นใยเซลลูโลส (a) ที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิวและ (b) ที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT

รูปที่ 4.11 แสดงสเปกตรัมที่ได้จากการทดสอบ EDS-SEM การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS สามารถวิเคราะห์ธาตุที่อยู่บนพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลสทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิว มี C อยู่ 44.59% และ O อยู่ 55.41% โดยน้ำหนัก ในขณะที่เส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน มี C อยู่ 60.08% และ O อยู่ 39.59% นอกจากนี้ยังพบว่ายังมีอะตอมของธาตุ Si อยู่บนพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสในปริมาณ 0.34% โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารคู่ควบไซเลน จากการทดสอบสมบัติต่าง ๆ ของเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยไซเลน เช่น โครงสร้างทางเคมี การสลายด้วยความร้อน โครงสร้างผลึกและสัณฐานวิทยา แสดงให้เห็นว่าการตัดแปรพื้นผิวในครั้งนี้ประสบความสำเร็จเป็นอย่างดี



รูปที่ 4.11 ผลของการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิค EDS ของเส้นใยเซลลูโลส (a) ที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิว และ (b) ที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT

4.3 อิทธิพลของเส้นใยเซลลูโลสตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนต่อสมบัติของคอมพอลิเตียกธรรมชาติ

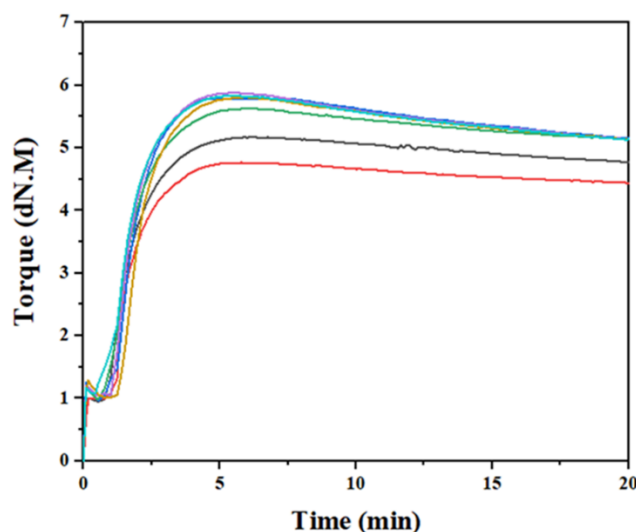
การทดลองในหัวข้อนี้เป็นการศึกษาอิทธิพลของการตัดแปรพื้นผิวเส้นใยต่อสมบัติของยางธรรมชาติคอมพอลิเตียก โดยทำการเปรียบเทียบกับการใช้เส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิว ซึ่งได้ทำการแปรปริมาณของเส้นใยที่ 1, 2 และ 3 phr อีกทั้งได้ทำการเปรียบเทียบกับสมบัติของยางธรรมชาติที่ไม่ได้ใส่สารตัวเติมเป็นสูตรอ้างอิง

4.3.1 พฤติกรรมการวัลคาไนซ์ของคอมพอลิเตียกธรรมชาติ

รูปที่ 4.12 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าทอร์ก (ค่าแรงบิดที่ใช้ในการหมุนหัวตายของเครื่องรีโอมิเตอร์ ซึ่งจะขึ้นกับระดับการวัลคาไนซ์ของยาง) กับเวลาในการการวัลคาไนซ์ของคอมพอลิเตียกธรรมชาติ จากพฤติกรรมการวัลคาไนซ์ของยางทั้งหมดพบว่า ยางแสดงพฤติกรรมที่เรียกว่า รีเวอร์ชัน หรือการผันกลับของปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ (reversion) ซึ่งเป็นพฤติกรรมที่ค่าทอร์กจะมีค่าลดลงในช่วงของ over cure พฤติกรรมนี้พบได้เป็นปกติทั่วไปของยางที่วัลคาไนซ์ด้วยระบบกัมมะถัน เนื่องจากพันธะเชื่อมโยงที่เกิดขึ้น (C-Sx -C) ซึ่งมีพลังงานพันธะต่ำ ดังนั้นพันธะเชื่อมโยงจะเกิดการสลายเมื่อได้รับความร้อน ตารางที่ 4.4 แสดงค่าทอร์กต่ำสุด (minimum torque; ML) ทอร์กสูงสุด (maximum torque; MH) ความต่างของค่าทอร์ก (torque difference; MH-ML) เวลาของสกอร์ช (scorch time; tc_{10}) เวลาของสุก (cure time; tc_{90}) และดัชนีการวัลคาไนซ์ (cure rate index; CRI) พิจารณาค่าทอร์กต่ำสุดพบว่าคอมพอลิเตียกธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิวมีค่าใกล้เคียงกับยางที่ไม่ใส่สารตัวเติม แต่อย่างไรก็ตามการเติมเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนทำให้ค่าทอร์กต่ำสุดสูงกว่าสูตรอื่น ๆ นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณของเส้นใยเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้ตัดแปรและตัดแปรพื้นผิวไม่ได้ส่งผลต่อค่าทอร์กต่ำสุดของคอมพอลิเตียกธรรมชาติ ค่าทอร์กต่ำสุดบ่งบอกถึงค่าความหนืดของยาง เมื่อเส้นใยผ่านการตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนทำให้เข้ากับวัฏภาคยางได้ดีขึ้น อันตรกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างเส้นใยเซลลูโลสกับยางเพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงส่งผลให้ค่าทอร์กต่ำสุดของคอมพอลิเตียกธรรมชาติที่เติมเส้นใยที่ผ่านการตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนมีค่าที่สูงกว่าคอมพอลิเตียกธรรมชาติสูตรอื่น ๆ

ในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ สายโซ่โมเลกุลยางเกิดการเชื่อมโยงทำให้ค่าทอร์กเพิ่มขึ้นจนปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ทำให้ค่าทอร์กมีค่าสูงสุด ความต่างของค่าทอร์กสูงสุดกับค่าทอร์กต่ำสุดบ่งบอกถึงปริมาณ พันธะเชื่อมโยงที่เกิดขึ้น จะเห็นได้ว่าค่าความต่างของทอร์กของคอมพอลิเตียกที่เสริมแรงด้วยเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนมีแนวโน้มสูงกว่าคอมพอลิเตียกที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการตัดแปรพื้นผิว อีกทั้งยังพบว่ามีความสูงกว้ายางที่ไม่ได้เติมเส้นใย

เซลลูโลส ทั้งนี้เป็นผลมาจากองค์ประกอบของกำมะถันที่อยู่ในโมเลกุลสารคู่ควบไซเลนสามารถที่จะกลายเป็นอะตอมอิสระเมื่ออยู่ภายใต้ความร้อน ดังนั้นอะตอมกำมะถันอิสระนี้สามารถเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงในสายโซ่โมเลกุลอย่างทำให้ยางมีพันธะเชื่อมโยงเพิ่มขึ้น นอกจากนี้แล้วการใช้สารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT สามารถปรับปรุงความเข้ากันได้ ในระหว่างวัฏภาคบริเวณพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสกับยาง ซึ่งกลไกที่เกิดขึ้นแสดงดังรูปที่ 4.13 [31] จะเห็นว่าหมู่แอลคอกซีที่อยู่ในโมเลกุลไซเลนจะไปทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลของพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลส ในขณะที่อีกฝั่งของโมเลกุลไซเลน นั้นคือกำมะถันสามารถที่เกิดปฏิกิริยากับสายโซ่เลกุลยาง ซึ่งปฏิกิริยานี้จะเกิดในขั้นตอนของการวัลคาไนซ์ ยางเช่นเดียวกัน ดังนั้นจึงเป็นอีกสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ค่าความต่างของค่าทอร์กของคอมพอสิตียางเสริมแรงด้วยเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการดัดแปรพื้นผิวมีค่าสูงกว่าสูตรยางอื่น ๆ



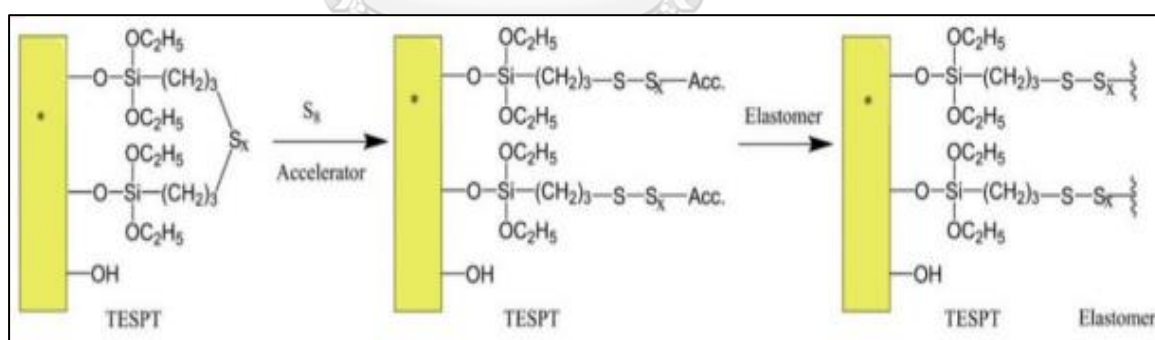
รูปที่ 4.12 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของคอมพอสิตียางธรรมชาติเสริมแรงด้วยเส้นใยเซลลูโลส

พิจารณาค่าเวลาอย่างสกอช เวลาอย่างสุกและดัชนีการวัลคาไนซ์ของคอมพอสิตียางธรรมชาติ จะเห็นว่า คอมพอสิตียางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนมีค่าเวลาอย่างสุกที่เร็วกว่าและดัชนีการวัลคาไนซ์ที่สูงกว่า ซึ่งค่าดัชนีการวัลคาไนซ์เป็นค่าที่บ่งบอกถึงความเร็วในการวัลคาไนซ์ของยาง กล่าวคือ ถ้าดัชนีการวัลคาไนซ์สูง หมายความว่ายางเกิดการวัลคาไนซ์ได้เร็ว จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่ากำมะถันสามารถที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์อย่างสมบูรณ์ได้เร็วขึ้น นอกจากนี้แล้ว การดัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลนเป็นการทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลที่อยู่บนพื้นผิวของเส้นใย โดยปกติแล้ว สารตัวเร่งที่ใช้สำหรับการวัลคาไนซ์จะเป็นสารที่มีความเป็นขั้วสูง ซึ่งสามารถทำอันตรกริยากับหมู่ไฮดรอกซิล เมื่อไคร์ก็ตามที่สารตัวเร่งเกิดการดูดซับลงบนผิวของเส้นใย จะส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ช้าลง ดังนั้นการทำปฏิกิริยาระหว่างสารคู่ควบไซเลนกับหมู่ไฮดรอกซิลเป็นการลดโอกาสที่สารตัวเร่งจะถูกดูดซับลงบนผิว

เส้นใยเซลลูโลส จึงเป็นอีกเหตุผลที่ทำให้คอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนมีค่าดัชนีการหักเหที่สูงกว่าสูตรยางอื่น ๆ และเมื่อเพิ่มปริมาณของเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนพบว่าค่าดัชนีการหักเหมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4.4 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลส

Formulation	Filler loading (phr)	ML (dN-m)	MH (dN-m)	MH-ML (dN-m)	Time (min)		Cure rate index (CRI)
					T _{s2}	T _{c90}	
Pure NR	0	0.99	5.16	4.17	1.55	3.97	41.32
Cellulose / NR	1	0.99	4.75	3.76	1.54	3.75	45.24
	2	0.96	5.78	4.82	1.71	3.94	44.84
	3	0.98	5.6	4.62	1.48	3.91	41.15
TESPT-Cellulose / NR	1	1.04	5.88	4.84	1.61	3.73	47.17
	2	1.01	5.81	4.80	1.7	3.85	46.51
	3	1.08	5.83	4.75	1.69	3.84	46.51



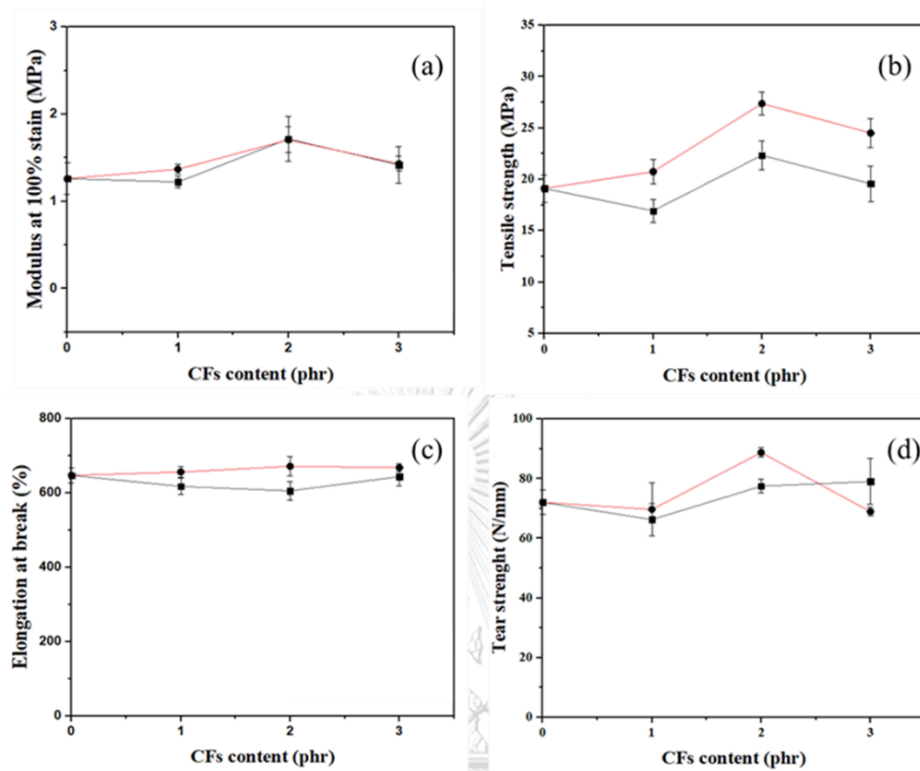
รูปที่ 4.13 ปฏิกิริยาระหว่างสารคู่ควบไซเลน TESPT ที่เกาะติดบนพื้นผิวเส้นใยกับโมเลกุลยาง [31]

4.3.2 สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติ

รูปที่ 4.14 แสดงค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 100% ค่าความต้านทานต่อแรงดึง ค่าระยะยืดขาด และค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดของคอมพอสิตยางธรรมชาติ พิจารณาอิทธิพลของปริมาณของเส้นใยเซลลูโลสที่เติม พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของเส้นใยเซลลูโลสจาก 1 เป็น 2 phr ทำให้ค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 100% ค่าความต้านทานต่อแรงดึงและค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดเพิ่มขึ้นตามปริมาณเส้นใยเซลลูโลสที่เติม จากรูปจะเห็นว่าค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 100% ของยางธรรมชาติที่ไม่ใส่สารตัวเติมมีค่า 1.33 MPa เมื่อเติมเส้นใยเซลลูโลสปริมาณ 2 phr ทำให้ค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 100% สูงสุดเท่ากับ 1.71 MPa ซึ่งมาค่าไม่ต่างกันมาก ในทำนองเดียวกันกับค่าความต้านทานต่อแรงดึง จะเห็นว่ายางธรรมชาติที่ไม่ใส่สารตัวเติมมีค่าความต้านทานต่อแรงดึงเท่ากับ 19.11 MPa เมื่อเติมเส้นใยเซลลูโลสทำให้คอมพอสิตยางธรรมชาติมีค่าความต้านทานต่อแรงดึงสูงถึง 22.35 MPa ส่วนค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดของยางธรรมชาติที่ไม่ใส่สารตัวเติมมีค่า 72.07 N/mm ซึ่งการใส่สารตัวเติมเสริมแรงชนิดเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ตัดแปรพื้นผิวในปริมาณ 2 phr สามารถเพิ่มความต้านทานต่อการฉีกขาดสูงถึง 77.06 N/mm

เมื่อพิจารณาถึงอิทธิพลของการตัดแปรพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลส พบว่าการตัดแปรพื้นผิวของเส้นใยด้วยสารคู่ควบไซเลนไม่ได้ส่งผลต่อค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 100% อย่างมีนัยสำคัญ แต่ส่งผลอย่างมากต่อค่าความต้านทานต่อแรงดึงและค่าความต้านทานต่อการฉีกขาด จะเห็นว่าการตัดแปรพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลสส่งผลให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงและค่าความต้านทานต่อการฉีกขาด ของคอมพอสิตยางธรรมชาติสูงกว่าการเติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิว ทั้งนี้ก็เนื่องมาจากการตัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลนช่วยปรับปรุงความเข้ากันได้ระหว่างพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลสกับวัฏภาคยาง นอกจากนี้สารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT ยังเพิ่มแรงยึดเหนี่ยวที่แข็งแรงที่เกิดจากพันธะโคเวเลนต์ แต่อย่างไรก็ตามการเติมสารตัวเติมในปริมาณที่มากเกินไปทำให้สารตัวเติมกระจายตัวในวัฏภาคยางได้ไม่ดี ทำให้ส่งผลต่อสมบัติเชิงกลในเชิงลบ โดยจะเห็นได้จากเมื่อเติมเส้นใยเซลลูโลสในปริมาณ 3 phr พบว่าค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 100% ค่าความต้านทานต่อแรงดึงและค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดของคอมพอสิตยางธรรมชาติมีค่าลดลง ยกเว้นค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมสารตัวเติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการตัดแปรพื้นผิวในปริมาณ 3 phr จะเห็นว่าค่าที่ได้สูงกว่าสูตรที่เติมเส้นใยปริมาณ 2 phr เล็กน้อย นอกจากนี้แล้ว จากผลการทดลองยังพบว่าปริมาณสารตัวเติมเส้นใยและผลของการตัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลนไม่ส่งผลต่อค่าระยะยืดขาด ดังแสดงในรูปที่ 4.14c โดยจะเห็นได้ว่าค่าระยะยืดขาดของยางทั้งหมดมีค่าใกล้เคียงกัน และจากรูปที่ 4.14d ค่าความต้านทานต่อแรงดึงที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการตัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลนในปริมาณ 3 phr พบว่ามีค่า

ลดลงอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งคาดการณ์ว่าเส้นใยเซลลูโลสการรวมตัวกันอย่างหนาแน่น ณ จุดใดจุดหนึ่งในคอมพอสิตยางธรรมชาติ

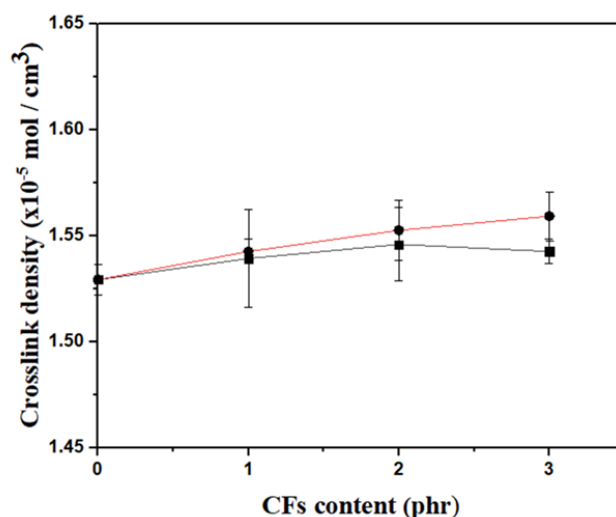


รูปที่ 4.14 สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติเติมเส้นใยเซลลูโลส (a) โมดูลัสที่ระยะยืด 100% (b) ความต้านทานต่อแรงดึง (c) ระยะยืดขาด และ (d) ความต้านทานต่อการฉีกขาด

4.3.3 สมบัติการเชื่อมขวางของคอมพอสิตยางธรรมชาติ

การทดสอบความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงของคอมพอสิตยางธรรมชาติในงานวิจัยนี้ ทำการทดสอบโดยวิธีการบวมพองของชิ้นตัวอย่างยางในโทลูอีน แล้วนำค่าการบวมพองที่ได้ไปคำนวณความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงด้วยสมการของ Flory-Rehner เมื่อคอมพอสิตยางมีปริมาณพันธะเชื่อมโยงสูงส่งผลให้ยางมีความสามารถในการบวมพองต่ำ เนื่องจากโอกาสที่โมเลกุลของโทลูอีนจะเข้าไปแทรกสอดในสายโซ่โมเลกุลยางเกิดได้ยากขึ้น แต่อย่างไรก็ตามการวิเคราะห์ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงด้วยวิธีการทดสอบการบวมพองนั้นมีข้อจำกัด เช่น ผลของปริมาณสารตัวเติม กล่าวคือ สารตัวเติมเป็นสารที่ไม่สามารถบวมพองในตัวทำละลายโทลูอีนได้ ดังนั้นถ้าในสูตรคอมพอสิตยางธรรมชาติมีปริมาณของสารตัวเติมไม่เท่ากันจะส่งผลให้การทดสอบคลาดเคลื่อน รูปที่ 4.15 แสดงค่าความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงของคอมพอสิตยางธรรมชาติ จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าค่าความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงของคอมพอสิตยางธรรมชาติเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มปริมาณเส้นใยเซลลูโลส ทั้งนี้อาจเป็นผลมาจากการเพิ่มปริมาณเส้นใยเซลลูโลสเป็นการลดความสามารถที่ยางจะเกิดการบวม

พอง ทำให้เมื่อคำนวณความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงแล้ว ค่าจะเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มปริมาณสารตัวเติม แต่เมื่อเปรียบเทียบที่ปริมาณสารตัวเติมเท่ากัน พบว่าการตัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลนส่งผลให้ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ดังที่ได้อธิบายก่อนหน้านี้ว่า อะตอมของกำมะถันที่อยู่โมเลกุลของสารคู่ควบไซเลนสามารถเกิดเป็นกำมะถันอิสระภายใต้สภาวะความร้อนสูง ซึ่งกำมะถันอิสระเหล่านี้สามารถเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงในสายโซ่โพลีเมอร์ได้ จึงทำให้ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงของยางที่เสริมแรงด้วยเส้นใยที่ผ่านการตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนมีค่าสูงกว่าคอมพอสิตยางธรรมชาติอื่น ๆ จะเห็นว่าค่าความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงในยางที่ทดสอบด้วยวิธีการบวมพองในโทลูอีนสอดคล้องกับค่าความต่างของค่าทอร์กที่ได้จากการทดสอบพฤติกรรมการวัลคาไนซ์

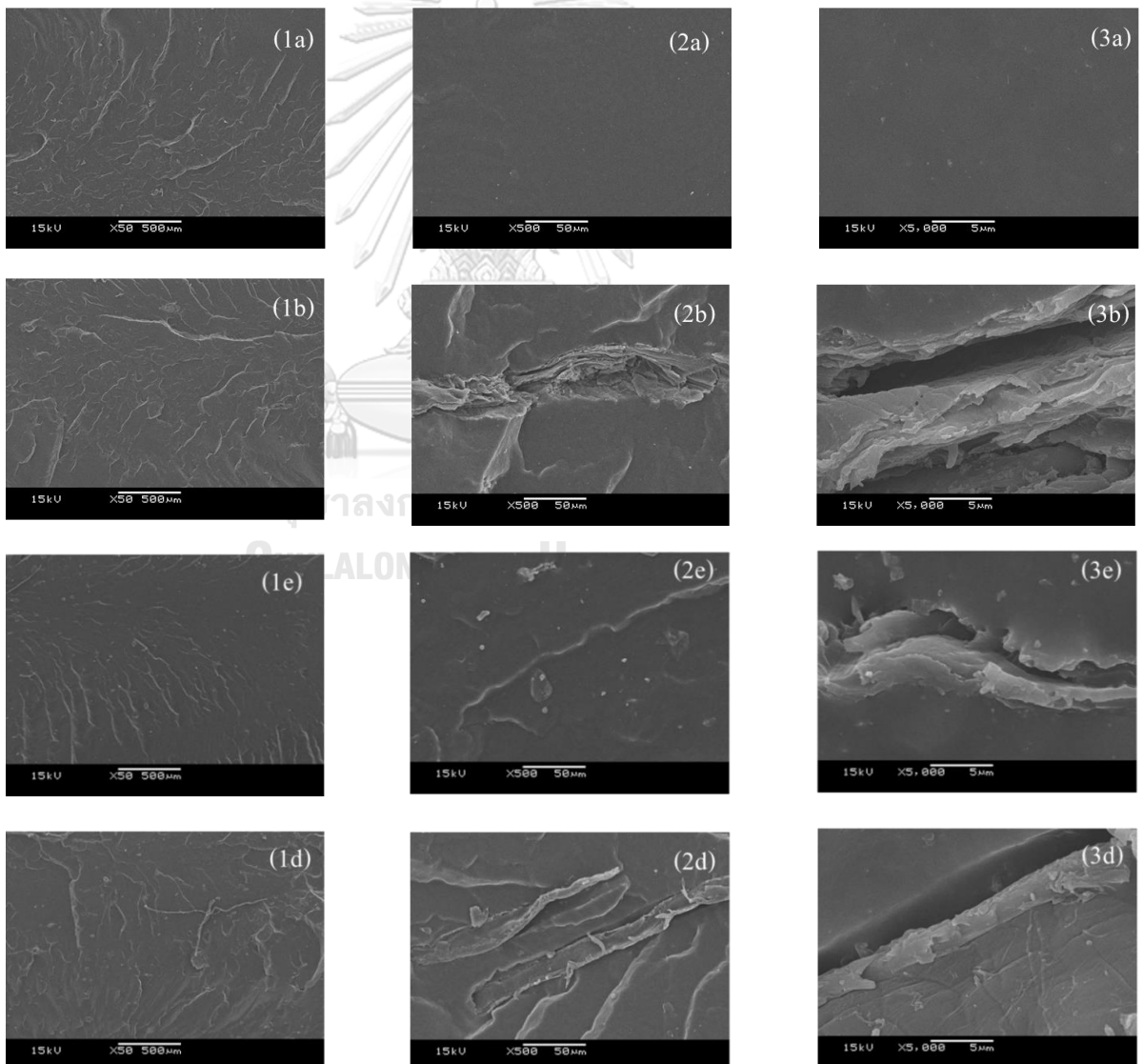


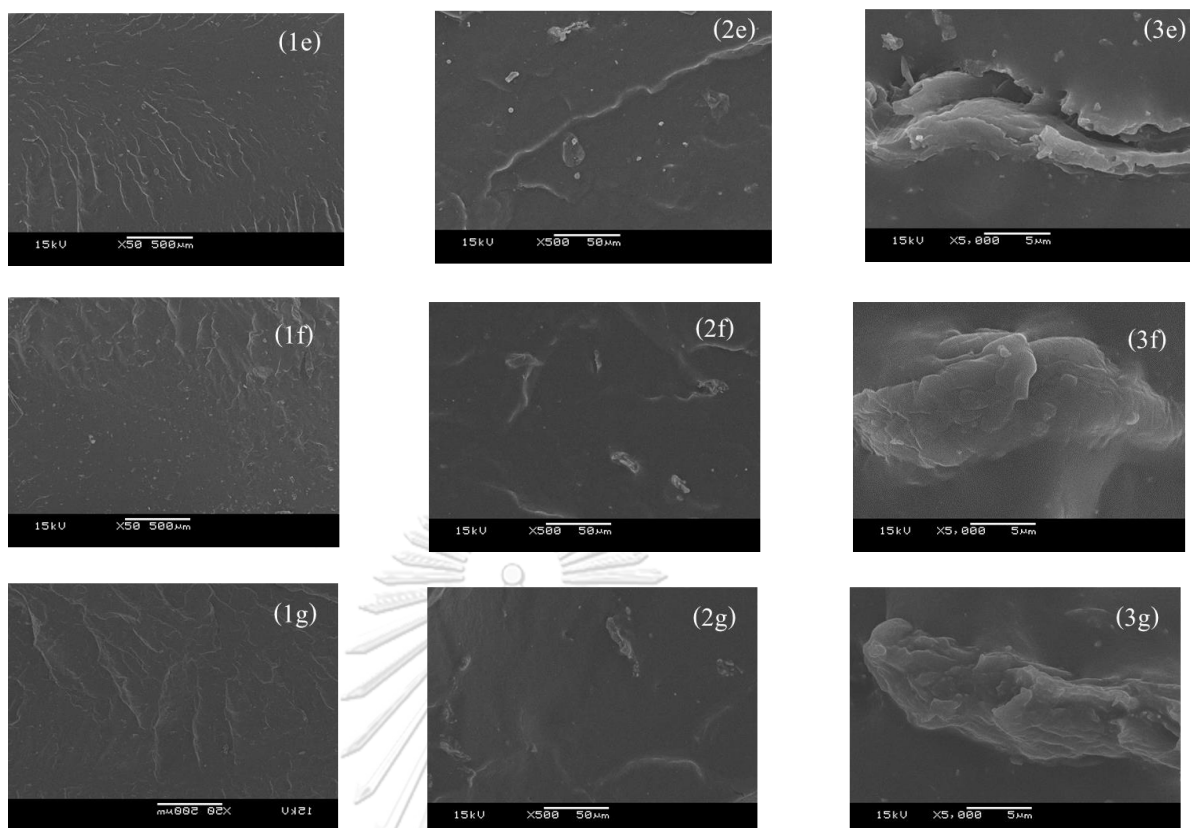
รูปที่ 4.15 ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เสริมแรงด้วยเส้นใยเซลลูโลส

4.3.4 ลักษณะสัณฐานวิทยาของคอมพอสิตยางธรรมชาติ

รูปที่ 4.16 แสดงสัณฐานวิทยาของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่แปรปริมาณเส้นใยเซลลูโลสที่ 1, 2 และ 3 phr เปรียบเทียบระหว่างผลของการตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน และได้ทำการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติที่ไม่ได้เติมสารตัวเติมเพื่อใช้ในการอ้างอิง รูปที่ 4.16 แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 50, 500 และ 5000 เท่า เมื่อพิจารณาที่กำลังขยาย 50 เท่า จะเห็นว่ายางทุกสูตรมีลักษณะสัณฐานวิทยาที่คล้ายกันคือ มีลักษณะเป็นริ้ว แต่อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาถึงสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติที่ไม่ได้เติมสารตัวเติมที่กำลังขยาย 500 และ 5000 เท่า พบว่ามีลักษณะที่เรียบสม่ำเสมอ ซึ่งจะแตกต่างกับสูตรยางที่เติมสารตัวเติม โดยจะเห็นว่าไม่มีสัณฐานวิทยาของ

เส้นใยเซลลูโลสที่กระจายอยู่ในวัฏภาคยาง เปรียบเทียบระหว่างการเติมสารตัวเติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรพื้นผิวกับที่ผ่านการดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน เส้นใยเซลลูโลสมิพื้นผิวที่ประกอบไปด้วยหมู่ไฮดรอกซิลซึ่งมีความเป็นขั้วสูงส่งผลให้ความเข้ากันได้กับโมเลกุลยางค่อนข้างต่ำ เนื่องจากสายโซ่โมเลกุลยางมีโครงสร้างทางเคมีเป็นไฮโดรคาร์บอน พิจารณาที่กำลังขยาย 5000 เท่า จะเห็นได้ชัดว่าการใส่เส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปรพื้นผิวมีลักษณะที่เป็นช่องว่างระหว่างพื้นผิวของเส้นใยกับวัฏภาคยาง แต่เมื่อเทียบกับคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เสริมแรงด้วยสารตัวเติมเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน โมเลกุลของไซเลนสามารถปรับปรุงความเข้ากันได้ระหว่างพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสกับโมเลกุลยางได้ ดังนั้นจะเห็นว่าสัณฐานวิทยามีลักษณะที่เรียบขึ้นและช่องว่างระหว่างวัฏภาคหายไป





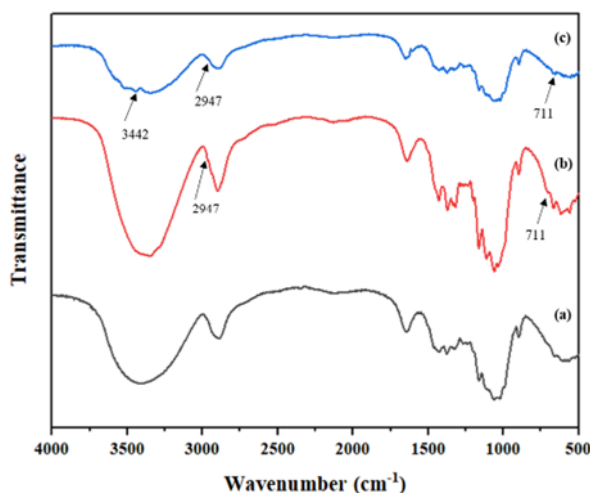
รูปที่ 4.16 สัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 50 (= 1), 500 (= 2), 5000x (=3) ของคอมพอสิตายางธรรมชาติ (a) ที่ไม่เติมเซลลูโลส (b), (c), (d) ที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรพื้นผิวที่ 1, 2 และ 3 phr และ (e), (f), (g) ที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด 1, 2 และ 3 phr

4.4 การดัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES

4.4.1 การดัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES

รูปที่ 4.17 แสดง FTIR สเปกตรัมของ (a) เซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรพื้นผิว, (b) เส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES และ (c) เซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรพื้นผิวกับที่ดัดแปรพื้นผิวด้วย TESPT จากรูปจะเห็นได้ว่าเส้นใยทั้งหมดแสดงพีคที่สำคัญที่ตำแหน่งเดียวกัน คือ 3300, 2900, 1423, 1243 และ 1155 cm^{-1} ซึ่งพีคเหล่านี้แสดงถึงการสั่นของโครงสร้างทางเคมีของเส้นใยเซลลูโลส โดยที่พีคที่ตำแหน่ง 3300 cm^{-1} เป็นการสั่นของหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ส่วนที่ตำแหน่ง 2900 และ 1423 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดของหมู่ฟังก์ชัน $-\text{CH}_2$ ทั้งแบบสมมาตรและอสมมาตร ตามลำดับ ในขณะที่การสั่นของหมู่ฟังก์ชัน C-O-C ทั้งแบบสมมาตรและอสมมาตรจะแสดงพีคที่ตำแหน่ง 1243 และ 1155 cm^{-1} ตามลำดับ พิจารณาจากสเปกตรัมของเส้นใยที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนทั้งชนิด TESPT และ TMPES พบว่ามีพีคเกิดขึ้นเหมือนกันสองตำแหน่ง คือ 2947 และ 711 cm^{-1} ซึ่งทั้ง

สองตำแหน่งนี้เป็นการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน Si-CH₂ และ Si-O ตามลำดับ ซึ่งหมู่ฟังก์ชันเหล่านี้เป็นโครงสร้างทางเคมีที่อยู่ในโมเลกุลไซเลนของทั้งสองชนิด นอกจากนี้ยังพบว่าเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยไซเลนชนิด TMPES จะปรากฏพีกที่ ตำแหน่ง 3442 cm⁻¹ ซึ่งเป็นตำแหน่งที่บ่งชี้ถึงการสั่นแบบยืดของหมู่เอมีน (N-H) ที่อยู่ในโมเลกุลของสารคู่ควบไซเลน TMPES

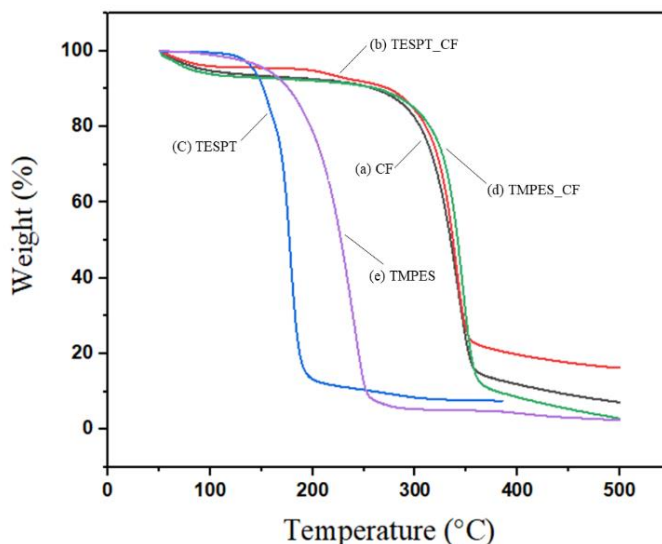


รูปที่ 4.17 FTIR สเปกตรัมของเส้นใยเซลลูโลส (a) เซลลูโลสที่ไม่ได้ตัดแปรพื้นผิว, (b) เส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES และ (c) เซลลูโลสที่ไม่ได้ตัดแปรพื้นผิวกับที่ตัดแปรพื้นผิวด้วย TESPT

4.4.2 สมบัติเชิงความร้อนของเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES

รูปที่ 4.18 แสดงความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่สลายไปเนื่องจากความร้อนเทียบกับอุณหภูมิของเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยไซเลนชนิด TESPT และ TMPES เปรียบเทียบกับเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ตัดแปรพื้นผิว นอกจากนี้ยังทดสอบสมบัติเชิงความร้อนของไซเลน TESPT และ TMPES เพื่อใช้อ้างอิง จากรูปจะเห็นได้ว่าเส้นใยเซลลูโลสทั้งสามแสดงการสลายหลักๆ อยู่ 2 ช่วง คือ ช่วงแรกที่อุณหภูมิประมาณ 50-100°C และ ช่วงที่สองที่ อุณหภูมิประมาณ 300-350°C ช่วงแรกจะเป็นการสลายของสารโมเลกุลเล็กที่สามารถระเหยได้ง่าย เช่น น้ำคือความชื้น ส่วนช่วงที่สองจะเป็นการสลายตัวเนื่องจากการไพโรไลซิสของเส้นใยเซลลูโลส พิจารณาถึงกราฟของเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรโมเลกุลด้วย TESPT พบว่าการสลายตัวของไซเลนที่อุณหภูมิในช่วง 200-250°C เมื่อเทียบกับการสลายตัวของไซเลนซึ่งจะอยู่ในช่วง 125-175°C จะเห็นว่าการเกาะติดของไซเลนบนพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลส ทำให้อุณหภูมิการสลายตัวสูงขึ้น แต่อย่างไรก็ตามเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรด้วย TMPES ไม่แสดงการสลายตัวของไซเลนที่เกาะอยู่บนเส้นใย ซึ่งถ้าพิจารณาถึงการสลายตัวของ TMPES พบว่าอยู่

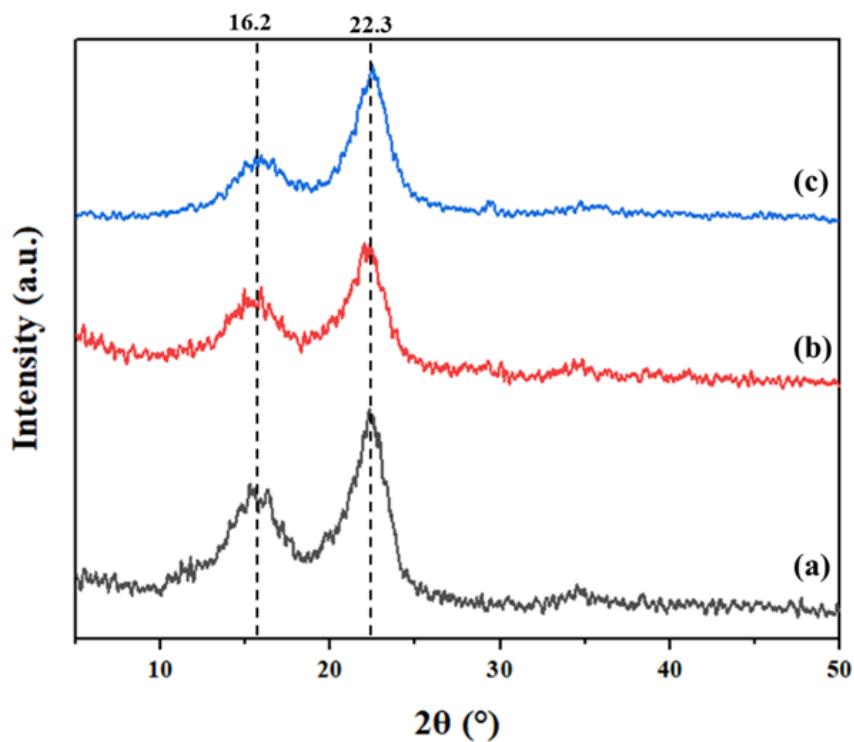
ในช่วง 175-250°C ดังนั้นจึงเป็นไปได้ว่าเมื่อ TMPES เกาะอยู่บนพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลสทำให้อุณหภูมิการสลายตัวสูงขึ้น ซึ่งจะคาบเกี่ยวกับอุณหภูมิการสลายตัวเนื่องจากการไพโรไลซิสของเส้นใย จึงส่งผลให้ไม่เห็นช่วงการสลายตัวของไซเลนในเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วย TMPES



รูปที่ 4.18 การสลายตัวเนื่องจากความร้อนของ (a) เส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิวและ (b) ที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT (c) TESPT (d) ที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด และ (e) TMPES

4.4.3 ผลึกของเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารควบคู่ไซเลนชนิด TMPES

รูปที่ 4.19 แสดง XRD pattern ของเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT และ TMPES เปรียบเทียบกับเส้นใยที่ไม่ได้ตัดแปรพื้นผิว จากรูปจะเห็นได้ว่าการตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนทั้ง TESPT และ TMPES ไม่ได้ส่งผลต่อลักษณะของผลึก ซึ่งพิจารณาได้จากมุม 2θ ที่เกิดขึ้น พบว่าเกิดที่ตำแหน่งเดียวกันคือ 16.2° และ 22.3° ซึ่งเป็นตำแหน่งของระนาบ 110 และ 002 ตามลำดับ แต่อย่างไรก็ตามการตัดแปรพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลนส่งผลให้ความเข้มของพีคที่เกิดขึ้นลดลงเมื่อเทียบกับเส้นใยที่เซลลูโลสที่ไม่ผ่านการตัดแปรพื้นผิว ค่าความเข้มพีคสามารถนำมาคำนวณปริมาณผลึกของเส้นใยเซลลูโลสได้ พบว่าเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการตัดแปรพื้นผิวมีปริมาณผลึก 71.25% ในขณะที่เส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน TESPT และ TMPES มีปริมาณผลึก 60.30 และ 59.35% ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.5 การลดลงของผลึกอาจเนื่องมาจากโมเลกุลสารคู่ควบไซเลนเป็นส่วนที่ไม่ใช่ผลึก อีกทั้งการตัดแปรพื้นผิวด้วยไซเลนทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงและใช้แรงเชิงกลในการกวนเส้นใย ซึ่งกระบวนการนี้อาจส่งผลในการทำลายผลึกของเส้นใยเซลลูโลส



รูปที่ 4.19 XRD pattern ของเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน
XRD patter ของเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปรพื้นผิวและที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซ
เลนชนิด TESPT และ เทียบกับ TMPES

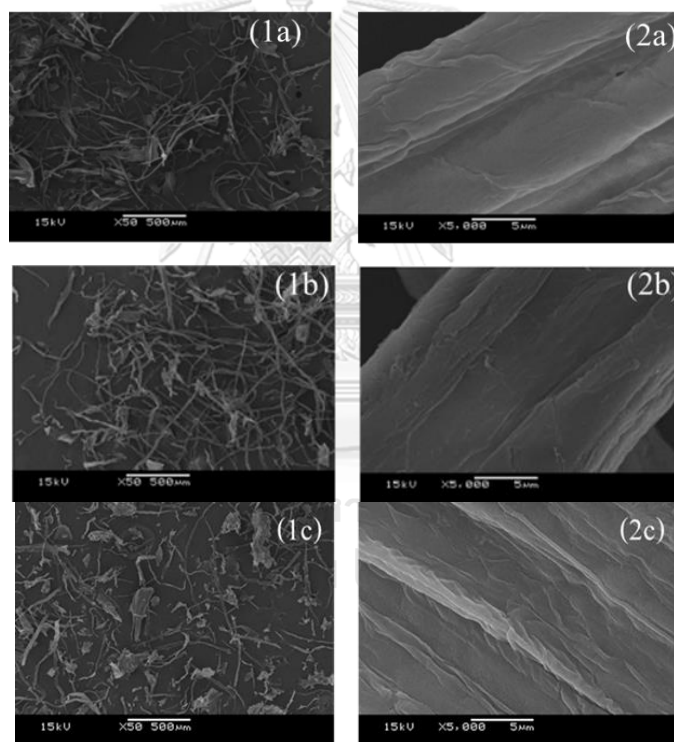
ตารางที่ 4.5 ดัชนีความเป็นผลึกของเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรและดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซ
เลนชนิด TESPT และ เทียบกับ TMPES

กระบวนการปรับสภาพพื้นผิว	ดัชนีความเป็นผลึก (% Crystalline)
เส้นใยชานอ้อยไม่ได้ดัดแปร	71.25
เส้นใยชานอ้อยดัดแปรด้วย TESPT	60.3
เส้นใยชานอ้อยดัดแปรด้วย TMPES	59.35

4.4.4 ลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด

TMPES

ลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน TESPT และ TMPES เปรียบเทียบกับเส้นใยที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปรพื้นผิว ที่กำลังขยาย 50 และ 5000 เท่า ดังแสดงในรูปที่ 4.20 พบว่าเส้นใยทั้งสามมีลักษณะเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กอยู่ประมาณ 10-50 ไมโครเมตร และมีความยาวที่ค่อนข้างยาว เมื่อเทียบระหว่างเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวกับเส้นใยที่เซลลูโลสไม่ได้ดัดแปรพื้นผิวที่กำลังขยาย 50 เท่า ไม่มีความแตกต่างกันมากนัก แต่อย่างไรก็ตาม เมื่อเทียบกับสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 5000 เท่า พบว่าการดัดแปรพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลนส่งผลให้ผิวเส้นใยมีลักษณะเป็นริ้วและขรุขระเพิ่มขึ้น ซึ่งการใช้สารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES จะให้ผิวเส้นใยเป็นริ้วมากกว่าการใช้ TESPT

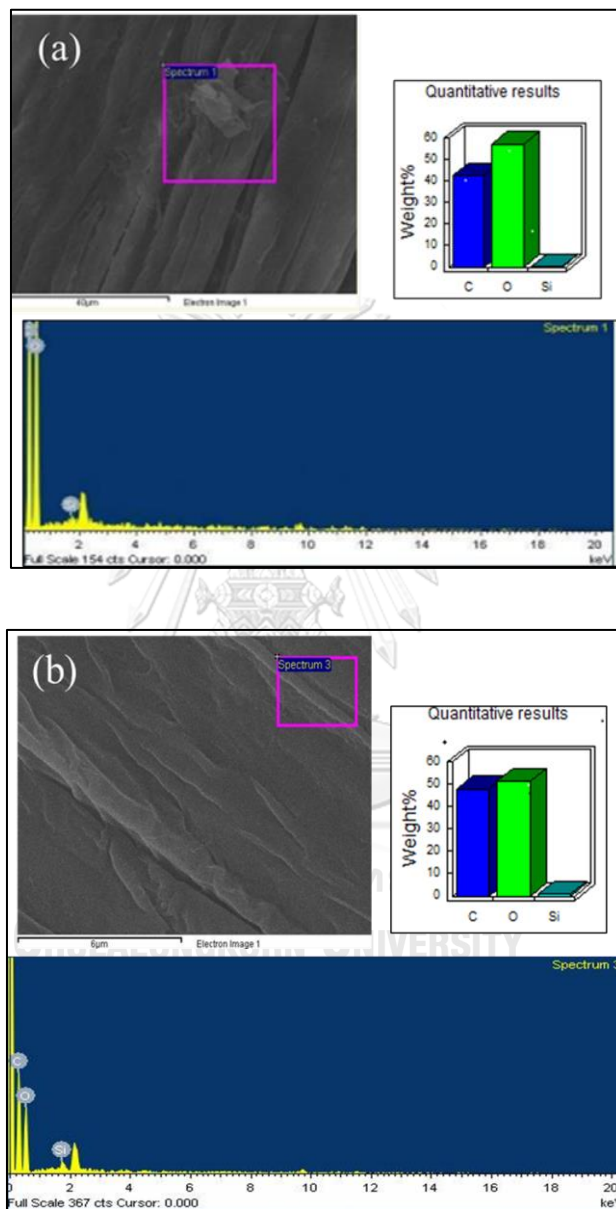


รูปที่ 4.20 สัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 50 (= 1) และ 5000x (=2) ของเส้นใยเซลลูโลส (a) ที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปรพื้นผิวและ (b) และ (c) ที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT และเทียบกับ

TMPES

รูปที่ 4.21 แสดงผลการทดสอบ EDS-SEM ของเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน TESPT และ TMPES พบว่าเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วย TESPT มีปริมาณองค์ประกอบของธาตุ C อยู่ 60.08%, O อยู่ 39.58% และ Si อยู่ 0.34% โดยน้ำหนัก ส่วนเส้นใย

เซลล์โอสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วย TMPES มีองค์ประกอบ ของธาตุ C อยู่ 47.48%, O อยู่ 51.60% และ Si อยู่ 0.92% โดยน้ำหนัก ซึ่งจากผลการทดลองนี้จะเห็นการดัดแปรด้วย TMPES ให้ประสิทธิภาพการเกาะติดของไซเลนดีกว่าการใช้ TESPT อาจเนื่องมาจากโมเลกุลที่มีขนาดเล็กกว่า



รูปที่ 4.21 EDS-SEM ของเส้นใยเซลล์โอสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES

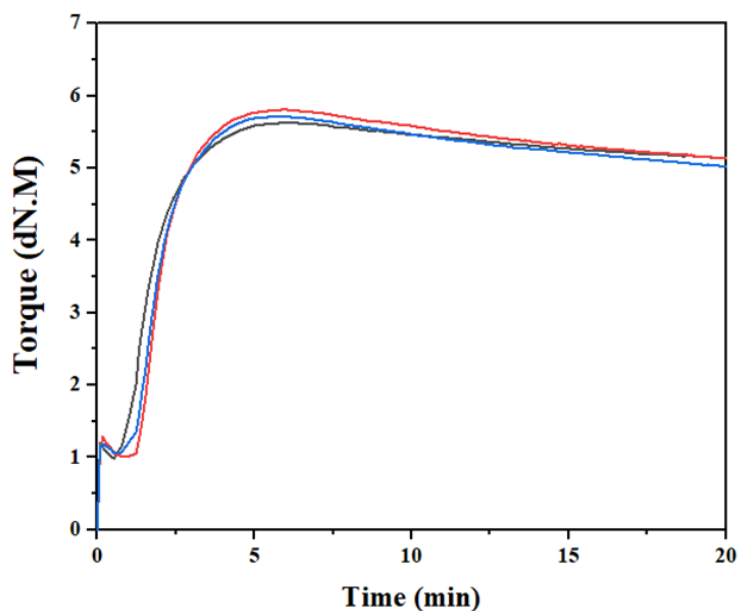
4.5 ผลของชนิดสารคู่ควบไซเลนต่อสมบัติของคอมพอลิเตียกธรรมชาติเสริมแรงด้วยเส้นใยเซลลูโลส

จากผลการทดลองในหัวข้อที่ 4.3 พบว่าการใช้เส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT ที่ ปริมาณ 2 phr ให้สมบัติเชิงกลโดยรวมของคอมพอลิเตียกธรรมชาติที่ดีที่สุด และดีกว่าการใช้เส้นใยที่ไม่ได้ตัดแปรพื้นผิว ดังนั้นในหัวข้อนี้ได้ทำการศึกษาผลของชนิดสารคู่ควบไซเลนที่ใช้ในการตัดแปรพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลส โดยสารคู่ควบไซเลนที่ใช้มี 2 ชนิด คือ TESPT และ TMPES การศึกษาในครั้งนี้ใช้สารตัวเติมเส้นใยเซลลูโลสในปริมาณ 2 phr และทำการเปรียบเทียบกับ การใช้เส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ตัดแปรพื้นผิว

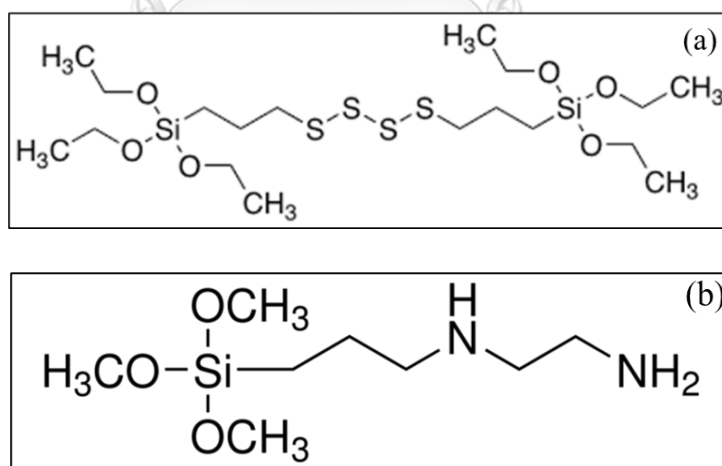
4.5.1 สมบัติการวัลคาไนซ์ของคอมพอลิเตียกธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES

รูปที่ 4.22 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าทอร์กกับเวลาของคอมพอลิเตียกธรรมชาติที่เสริมแรงด้วยเส้นใยเซลลูโลส จากผลการทดลองพบว่าคอมพอลิเตียกที่เสริมแรงด้วยเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน TMPES แสดงพฤติกรรมการวัลคาไนซ์แบบ reversion เช่นเดียวกับกับ TESPT ตารางที่ 4.6 แสดงค่าทอร์กต่ำสุด ทอร์กสูงสุด ความต่างค่าทอร์ก เวลาายสกอช เวลาายสกและดัชนีการวัลคาไนซ์ พิจารณาผลของการตัดแปรพื้นผิวเส้นใยด้วยสารคู่ควบ ไซเลน พบว่าการตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนทั้ง 2 ชนิด ส่งผลให้ค่าทอร์กต่ำสุด ค่าทอร์กสูงสุด และค่าความต่างของทอร์กมีค่าสูงกว่าคอมพอลิเตียกธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการตัดแปรพื้นผิว ค่าทอร์กต่ำสุดบ่งบอกถึงความหนืดของยาง ซึ่งการตัดแปรพื้นผิวเส้นใยด้วยสารคู่ควบ ไซเลนสามารถปรับปรุงความเข้ากันได้กับวัฏภาคยางให้ดีขึ้นและยังทำให้สารตัวเติมกระจายตัวในยางได้ดีขึ้นด้วย ดังนั้นทำให้อันตรกิริยาบริเวณพื้นผิวประจัญระหว่างเส้นใยกับวัฏภาคยางเพิ่มขึ้น จึงเห็นได้ว่าค่าทอร์กต่ำสุดของคอมพอลิเตียกธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการตัดแปรพื้นผิวมีค่าสูงกว่า ในขณะที่ค่าทอร์กสูงสุดและค่าความต่างของทอร์กบ่งบอกถึงพันธะเชื่อมโยงที่เกิดขึ้น การตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนเป็นการทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ที่อยู่บนพื้นผิวของเส้นใย ดังนั้นการตัดแปรพื้นผิวเส้นใยเป็นการลดโอกาสที่สารตัวเร่งจะเกิดอันตรกิริยากับพื้นผิวเส้นใย จะเห็นได้ว่าเมื่อใช้เส้นใยที่ตัดแปรพื้นผิวทำให้พันธะเชื่อมโยงเกิดได้ดีขึ้น ซึ่งดูได้จากค่าความต่างของทอร์กที่สูงกว่า ซึ่งความต่างของทอร์กสามารถสื่อถึงปริมาณพันธะเชื่อมโยง จากนั้นจากโครงสร้างของสารคู่ควบไซเลนทั้ง 2 ชนิด ที่แสดงในรูป 4.23[33, 34] พบว่าในกรณีของ TESPT ซึ่งมีกำมะถันในโครงสร้าง ทำให้ TESPT สามารถเกิดอันตรกิริยากับสายโซ่ยางได้ ทำให้ปริมาณการเชื่อมขวางสูงกว่ากรณีของคอมพอลิเตียกธรรมชาติที่เติมเส้นใยที่ไม่ผ่านการตัดแปรพื้นผิว ในขณะที่ TMPES ถึงแม้จะไม่มี

กัมมะถันในโครงสร้างแต่มีหมู่เอมีนอยู่ หมู่เอมีนสามารถทำหน้าที่เป็นสารเร่งปฏิกิริยาการคงรูป การคงรูปจึงเกิดได้ดี



รูปที่ 4.22 ลักษณะการคงรูปของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES



รูปที่ 4.23 โครงสร้างทางเคมีของสารคู่ควบไซเลนชนิด (a) TESPT เทียบกับ (b) TMPES[33, 34]

เมื่อพิจารณาผลของชนิดสารคู่ควบไซเลนต่อเวลาในการวัลคาไนซ์ของ คอมพอสิตยางธรรมชาติ พบว่าสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT ให้ค่าเวลาเวลายางสกอชและเวลายางสุกที่สั้นกว่าการใช้สารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES ทั้งนี้ก็เนื่องมาจากในโครงสร้างของ TESPT มีกัมมะถันอะตอมซึ่งทำหน้าที่เป็นสารเชื่อมขวางอยู่ดังที่กล่าวไปแล้วข้างต้น อย่างไรก็ตามค่าดัชนีการวัลคาไนซ์ของคอมพ

สื่อยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES แตกต่างกันเพียงเล็กน้อย และสูงกว่าคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการดัดแปรพื้นผิว

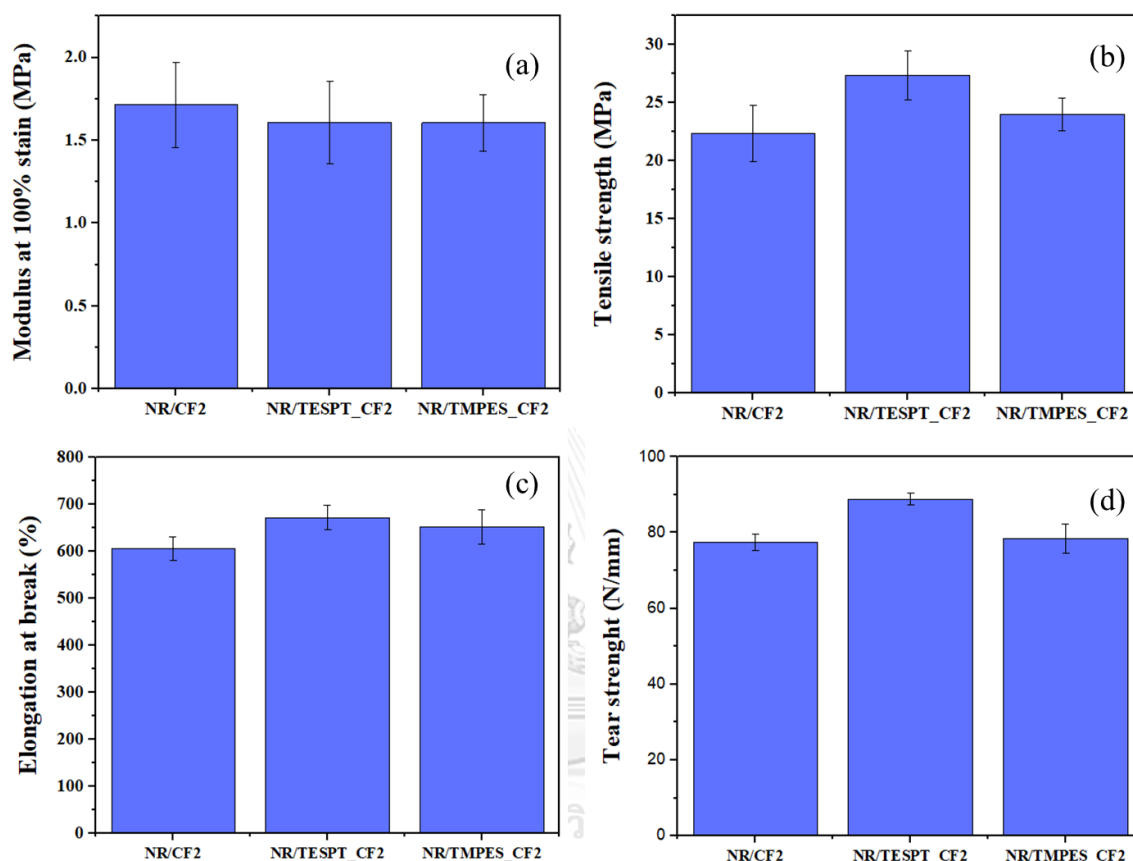
ตารางที่ 4.6 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES

Formulation	ML (dN-m)	MH (dN-m)	MH-ML (dN-m)	Time (min)		Cure rate index
				Ts ₂	Tc ₉₀	
Unmodified Cellulose	0.99	5.16	4.17	1.55	3.97	41.32
TESPT- Cellulose / NR	1.01	5.81	4.80	1.7	3.85	46.51
TMPES- Cellulose / NR	1.06	5.71	4.65	1.79	3.92	46.95

4.5.2 สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES

รูปที่ 4.24 สมบัติเชิงกล ได้แก่ ค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 100% ค่าความต้านทานต่อแรงดึง ค่าระยะยืดขาดและ ค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เสริมแรงด้วยเส้นใยเซลลูโลสดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนทั้ง 2 ชนิด เทียบกับการเติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการดัดแปรพื้นผิว จากรูปจะเห็นได้ว่าผลของการดัดแปรพื้นผิวไม่ได้ส่งผลอย่างชัดเจนต่อค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 100% และค่าระยะยืดขาด แต่มีผลต่อค่าความต้านทานต่อแรงดึงและความต้านทานต่อการฉีกขาดที่ชัดเจนกว่า จะเห็นได้ว่าการดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนส่งผลให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงและความต้านทานต่อการฉีกขาดสูงกว่าสูตรที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปรพื้นผิว เมื่อพิจารณาถึงผลของชนิดสารคู่ควบไซเลน พบว่าการใช้ TESPT ให้สมบัติเชิงกลที่ดีกว่า ตามที่ได้อธิบายก่อนหน้าถึงปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างเส้นใยเซลลูโลสกับโมเลกุลของยางธรรมชาติที่ใช้ไซเลนชนิด TESPT เป็นสารคู่ควบ กล่าวคือ ไซเลนสามารถที่จะเกิดปฏิกิริยากับพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสและกับสายโซ่ของยางได้ (ผ่านการวัลคาไนซ์กับโมเลกุลยาง) ดังนั้นจึงส่งผลให้บริเวณผิวประจัญมีความแข็งแรงมากขึ้น เมื่อพิจารณาถึงสารคู่ควบไซเลนชนิด TMPES ส่วนของหมู่แอลคอกซีในไซเลนสามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลที่อยู่บนพื้นผิวเส้นใย ในขณะที่ส่วนของวงแหวนอะโรมาติก

สามารถทำอันตรกิริยากับสายโซ่โมเลกุลยาง แต่อย่างไรก็ตามอันตรกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นอันตรกิริยาแบบพันธะไพ (π -bond) เท่านั้น ซึ่งถือว่าความแข็งแรงยังค่อนข้างต่ำ ดังนั้นจึงเป็นเหตุผลที่การดัดแปรพื้นผิวด้วย TESPT ส่งผลให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงและความต้านทานต่อการฉีกขาดสูงกว่าการใช้ TMPES

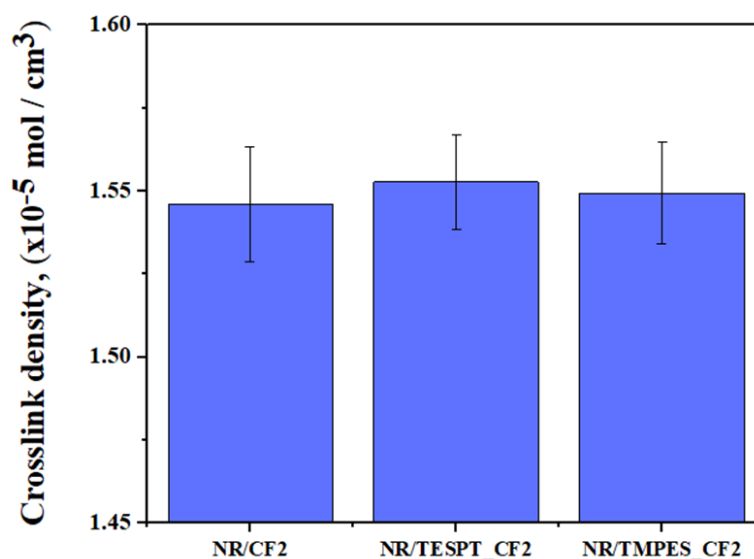


รูปที่ 4.24 สมบัติเชิงกล (a) โมดูลัสที่ระยะยืด 100% (b) ความต้านทานต่อแรงดึง (c) ระยะยืด ณ จุดขาด และ (d) ความต้านทานต่อการฉีกขาดของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรและที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES

4.5.3 ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมขวางของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES

รูปที่ 4.25 แสดงความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงของคอมพอสิตยางธรรมชาติเปรียบเทียบกับผลของการดัดแปรพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลส ดังที่ได้อธิบายก่อนหน้านี้นี้ว่าการดัดแปรพื้นผิวเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารคู่ควบไซเลนเป็นการลดโอกาสที่สารตัวเร่งจะถูกดูดซับลงบนผิวเส้นใย ทำให้ปฏิกิริยาการวัลคาไนเซชันเกิดได้ดีขึ้นและส่งผลให้พันธะเชื่อมโยงเพิ่มขึ้น ดังนั้นจะเห็นว่าคอมพอสิต

ยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนมีค่าความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงสูงกว่าสูตรยางที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรพื้นผิว เมื่อเปรียบเทียบระหว่างชนิดของสารคู่ควบไซเลน อะตอมของกำมะถันที่อยู่ในโมเลกุล TESPT ส่งผลให้ปริมาณพันธะเชื่อมโยงในยางเพิ่มขึ้น ดังนั้นจะเห็นว่าการตัดแปรด้วย TESPT มีค่าความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงสูงกว่าการตัดแปรพื้นผิวด้วยTMPES ผลของความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงมีความสอดคล้องกับผลของค่าความต่างทอร์กที่ได้จากการทดสอบพฤติกรรมการวัลคาไนซ์



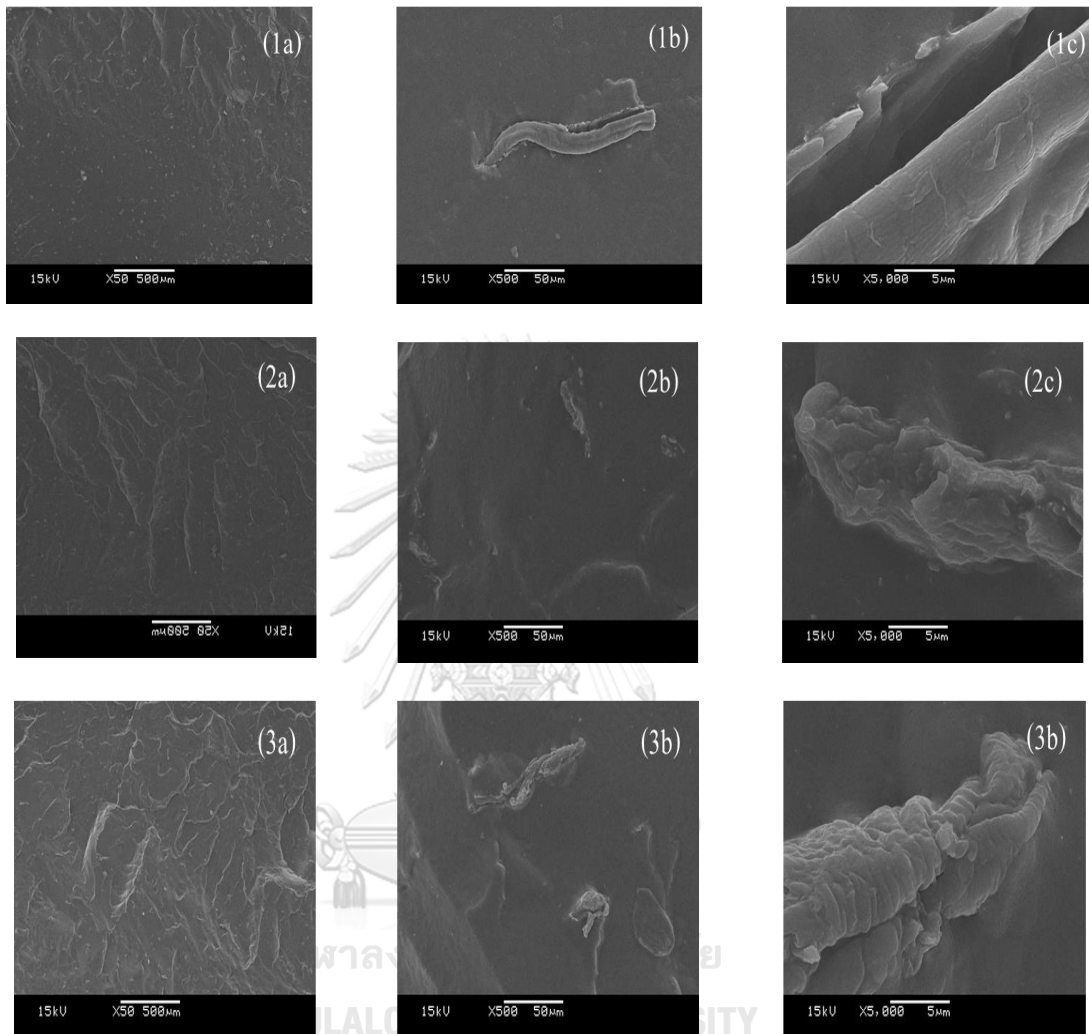
รูปที่ 4.25 ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ตัดแปรและที่ตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด TESPT เทียบกับ TMPES

CHULALONGKORN UNIVERSITY

4.5.4 ลักษณะสัณฐานวิทยาของคอมพอสิตยางธรรมชาติ

รูปที่ 4.26 แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่กำลังขยาย 50, 500 และ 5000 เท่า จากรูปพบว่าที่กำลังขยาย 50 และ 500 เท่า สัณฐานวิทยาจะมีลักษณะใกล้เคียงกันทั้งคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเส้นใยเซลลูโลสตัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนและที่ไม่ผ่านการตัดแปรพื้นผิว แต่อย่างไรก็ตามจะเห็นความแตกต่างของสัณฐานวิทยาที่ชัดเจนเมื่อพิจารณาที่กำลังขยาย 5000 เท่า ซึ่งพบว่าการเติมเส้นใยที่ไม่ผ่านการตัดแปรพื้นผิวจะมีช่องว่างระหว่างเส้นใยกับวัฏภาคยางเกิดขึ้น เนื่องจากความเข้ากันได้ค่อนข้างต่ำ แต่เมื่อตัดแปรพื้นผิวเส้นใยด้วยสารคู่ควบไซเลนสามารถปรับความเข้ากันได้ระหว่างเส้นใยกับวัฏภาคยางให้ดีขึ้น ดังนั้นจึงเห็นว่าไม่มีลักษณะของช่องว่างบริเวณผิวประจัญเกิดขึ้น พิจารณาถึงชนิดของไซเลนพบว่าการใช้ไซเลนทั้งสองชนิดให้

สัณฐานวิทยาที่ใกล้เคียงกัน บ่งชี้ได้ว่าสารคู่ควบไซเลทั้ง 2 ชนิดเพิ่มความเข้ากันระหว่างเส้นใยกับวัฏ
ภาคยาง



รูปที่ 4.26 สัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 50 (= 1), 500 (= 2), 5000x (=3) ของคอมพอสิตยางธรรมชาติ (a) ที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ดัดแปรพื้นผิวที่, (b) และ (c) ที่เติมเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลชนิด TESPT เทียบกับ TMPES

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้มีความประสงค์ที่จะนำเอาขยะจากภาคอุตสาหกรรมการเกษตรประเภทกากขานอ้อย มาจากพัฒนาเพื่อใช้เป็นสารตัวเติมเสริมแรงในยาง เนื่องจากกากขานอ้อยมีองค์ประกอบของเส้นใยเซลลูโลสในปริมาณที่มาก ซึ่งเส้นใยเซลลูโลสมีอัตราส่วนความยาวต่อเส้นผ่าศูนย์กลางที่สูง (หรือ aspect ratio สูง) ซึ่งเป็นคุณสมบัติที่สำคัญของสารตัวเติมเสริมแรง

ในส่วนแรกซึ่งเกี่ยวข้องกับการเตรียมเส้นใยเซลลูโลสจากกากขานอ้อย โดยเริ่มจากการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมีเพื่อกำจัดส่วนที่ไม่ใช่เซลลูโลสออก พบว่ากากขานอ้อยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยอยู่ที่ 500 ไมโครเมตร แต่เมื่อนำมาผ่านการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมีโดยเริ่มจากการแช่ในกรด ตามด้วยด่าง และการฟอกสี พบว่ามีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยอยู่ที่ 20 ไมโครเมตร มี aspect ratio เท่ากับ 45 และพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสที่ได้ค่อนข้างเรียบ และยังพบว่า เส้นใยที่ผ่านการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมี จะมีปริมาณผลึกเพิ่มจาก 52.25% เป็น 71.25% เนื่องจากการบำบัดด้วยกระบวนการทางเคมีกำจัดส่วนที่ไม่ใช่ผลึกของเซลลูโลสออกจากเส้นใย

เมื่อทำการดัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารควบคู่ควบไซเลนชนิด TESPT หรือ TMPES โดยสารควบคู่ควบทั้ง 2 ชนิด จะมีหมู่ไฮดรอกซิลที่ปลายด้านหนึ่งของโมเลกุลเหมือนกัน จะต่างกันตรงที่ TESPT จะมีกำมะถันในโครงสร้างซึ่งทำหน้าที่เป็นสารเชื่อมขวางได้ ในขณะที่ TMPES จะมีหมู่ฟังก์ชันเอมีนในโครงสร้างซึ่งสามารถทำหน้าที่เป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยาควบคู่ควบสำหรับระบบการควบคู่ด้วยกำมะถันได้ จากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของเส้นใยเซลลูโลสด้วยเทคนิค SEM พบว่าเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการดัดแปรพื้นผิวด้วยสารควบคู่ควบไซเลนทั้ง 2 ชนิด จะมีพื้นผิวที่ขรุขระมากขึ้น โดยผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุด้วยเทคนิค EDS พบว่าเส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วย TESPT มี Si อยู่ที่ 0.34% ในขณะที่เส้นใยเซลลูโลสที่ดัดแปรพื้นผิวด้วย TMPES มี Si สูงกว่าเล็กน้อย โดยอยู่ที่ 0.92% ซึ่งเป็นการยืนยันว่าสารควบคู่ควบไซเลนอยู่บนพื้นผิวของเส้นใย

เมื่อนำเซลลูโลสที่เตรียมได้ไปผสมกับยางธรรมชาติที่สัดส่วนต่าง ๆ กัน ได้แก่ 0, 1, 2 และ 3 phr เพื่อเตรียมเป็นคอมพอสิตยางธรรมชาติ จากการวิเคราะห์พฤติกรรมการวัลคาไนซ์ของยาง พบว่าคอมพอสิตที่เติมเส้นใยเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้ดัดแปรพื้นผิวและที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารควบคู่ควบไซเลนชนิด

ทั้ง 2 ชนิด จะส่งผลต่อการเพิ่มขึ้นของผลต่างของค่าแรงบิดและค่าดัชนีการวัลคาไนซ์ แต่มีผลต่อการเปลี่ยนของค่าระยะเวลาสกอซและเวลายางสุกอย่างไม่มีนัยสำคัญ และเมื่อพิจารณาผลของชนิดสารควบคู่ไซเลนที่ใช้ในงานวิจัยนี้ต่อพฤติกรรมการวัลคาไนซ์ของคอมพอสิตยางธรรมชาติ พบว่า แตกต่างกันอย่างมาก เมื่อพิจารณาสมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติ พบว่าคอมพอสิตยางธรรมชาติที่เติมเซลลูโลสทั้งไม่ได้ดัดแปรพื้นผิวและที่ดัดแปรพื้นผิวด้วยสารควบคู่ไซเลนชนิด TESPT ในปริมาณ 2 และ 3 phr มีค่ามอดูลัส ค่าความทนต่อแรงดึงและค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดที่สูงกว่าที่ได้เติมเส้นใยเซลลูโลส ทั้งนี้ก็เนื่องมาจากการเกิดอันตรกิริยาระหว่างพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสกับยางเกิดได้ดีกว่า โดยปริมาณการเติมที่ 2 phr จะให้สมบัติเชิงกลที่ดีที่สุด เมื่อพิจารณาอิทธิพลของชนิดของสารควบคู่ไซเลนพบว่า เส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการดัดแปรพื้นผิวด้วยสารควบคู่ไซเลนชนิด TESPT มีสมรรถนะในการเสริมแรงที่ดีกว่าเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการดัดแปรพื้นผิวด้วยสารควบคู่ไซเลนชนิด TMPES

5.2 ข้อเสนอแนะ

จากที่ได้กล่าวสรุปไว้ข้างต้น จะเห็นการดัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสเป็นสิ่งสำคัญที่จะทำให้สมรรถนะในการเสริมแรงของเส้นใยเซลลูโลสกับยางเพิ่มมากขึ้น แต่อย่างไรก็ตามภาวะที่ใช้ในการดัดแปรพื้นผิวยังคงให้ร้อยละการดัดแปรพื้นผิวที่ค่อนข้างต่ำ ดังนั้นหากศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับภาวะที่ใช้ในการดัดแปรพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสด้วยสารควบคู่ไซเลน และนำไปสู่ร้อยละการดัดแปรพื้นผิวที่มากยิ่งขึ้น อาจทำให้สมรรถนะการเสริมแรงของเส้นใยเซลลูโลสเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากทางผู้วิจัยมีข้อจำกัดในเรื่องอุปกรณ์ และเครื่องมือ

บรรณานุกรม

1. Thomas, S., Maria, H, J., *Progress in Rubber Nanocomposites*. Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering., 2017: p. 153-177.
2. Gibu, N., Linh, D, V., Suzuki, N., Ngan, N, T., Fukuda, M., Anh, T, K., Huong, N, L.; Kasai, D., *Identification and transcriptional analysis of poly(cis-1,4-isoprene) degradation gene in Rhodococcus sp. strain RDE2*. Journal of Bioscience and Bioengineering., 2020: p.:452-458.
3. Alarifi, I., M., , *Chapter 4 - Synthetic rubber*. Synthetic Engineering Materials and Nanotechnology., 2020: p. 79-100.
4. Ikeda, Y., Miyaji, K., 3 - *New insight into the vulcanization mechanism of natural rubber*. . Chemistry, Manufacture, and Application of Natural Rubber., 2021. 2: p. 51-74.
5. Gao, Y., Zhang, T., Yu, C., Li P., Tian, N., Wu, S., *The effect of solvents on solid-liquid phase equilibrium of 1,3-Di-o-tolylguanidine*. Journal of Molecular Liquids., 2020. **309**: p. 113147.
6. Kaur, M., Singh, S., *Influence of heat-moisture treatment (HMT) on physicochemical and functional properties of starches from different Indian oat (Avena sativa L.) cultivars*. International Journal of Biological Macromolecules., 2019. **122**: p. 312-319.
7. Milani, G., Milani, F., *Curing degree prediction for S-TBBS-DPG natural rubber by means of a simple numerical model accounting for reversion and linear interaction*. Polymer Testing., 2016. **52**: p. 9-23.
8. Banik, I., Bhowmick, A, K., *Effect of electron beam irradiation on the properties of crosslinked rubbers*. Radiation Physics and Chemistry., 2000. **58(3)**: p. 293-298.
9. Dogadkin, B., A., Shernshnev, V, A., *The interaction between tetramethyl thiuram disulphide and rubber and compounds containing an active hydrogen atom in the molecule*. Polymer Science U.S.S.R., 1960. **1(1)**: p. 21-33.
10. Sisanth, K., S., Thomas, M, G., Abraham, J., Thomas, S., 1 - *General introduction to rubber compounding*. Progress in Rubber Nanocomposites., 2017: p. 1-39.

11. Zhu, K., Liu Y., Wang, H., Guo X., Liao, S., Wang, Z., Fang L., *Xanthate-modified silica as a novel multifunctional additive for properties improvement of natural rubber*. Composites Science and Technology., 2021. **203**: p. 108567.
12. Hirase, R., Nagatani, A., Yuguchi, Y., *Development of powdering method for cellulose nanofibers assisted by zinc oxide for compounding reinforced natural rubber composite*. Current Research in Green and Sustainable Chemistry., 2020. **3**: p. 100005.
13. Das, A., Stockelhuber, K, W., Jurk, R.; Jehnichen, D., Heinrich G., *A general approach to rubber–montmorillonite nanocomposites: Intercalation of stearic acid*. Applied Clay Science., 2011. **51(1-2)**: p. 117-125.
14. Rahman, M., R., Khui, P, L, N., Bakri, M, K, B., *Chapter 10 - Cellulose-reinforced rubber composites*. Fundamentals and Recent Advances in Nanocomposites Based on Polymers and Nanocellulose., 2022. 2022: p. 175-188.
15. Prusty, K., Swain, S, K., *Chapter Eight - Microscopic Analysis and Characterization of Natural Rubber Containing Carbon Fillers*. Carbon-Based Nanofillers and Their Rubber Nanocomposites., 2019: p. 225-251.
16. Zheng, J., Han, D., Ye, X., Wu, X., Wang, Y., Zhang, L., *Chemical and physical interaction between silane coupling agent with long arms and silica and its effect on silica/natural rubber composites*. Polymer., 2018. **135**: p. 200-210.
17. Lin, Y., Chan, C, M., , *3 - Calcium carbonate nanocomposites*. Advances in Polymer Nanocomposites., 2012: p. 55-90.
18. Nishino, T., *Sugarcane bagasse - A source of cellulosic fiber for diverse applications*. Heliyon., 2021 p. e07771.
19. Mahmud, A., Ananya F, R., *Sugarcane bagasse - A source of cellulosic fiber for diverse applications*. Heliyon., 2021. **7(8)**: p. e07771.
20. Lau, A., K, T., Cheung, K, H, Y., *Natural Fiber-Reinforced Biodegradable and Bioresorbable Polymer Composites*. Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering., 2017: p. 1-18.
21. Joseph, J., Kuruville J., Sabu T.,, *Green Composites from natural rubber and oil palm fiber: Physical and mechanical properties*. International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials., 2007: p. 925-945.

22. Kahawita, K., D, H, N., Samarasekara, A, M, P, B., Amarasinghe, D, A, S., Karunanayake L., *Investigation of Mechanical Properties of Nanocellulose Reinforced Synthetic Polymer Composite*. Tropical Agricultural Research., 2019. **30(2)**: p. 55-64.
23. Wu, W., Chen, F., *Coupling agent γ -modified corn stalk cellulose/used rubber powder composites*. . The Malaysian Rubber Board., 2020. **23**: p. 237-243.
24. Ejaz, U., Muhammad, S., Ali I, F., Hashmi A, I., Sohail, M., *Cellulose extraction from methyltrioctylammonium chloride pretreated sugarcane bagasse and its application*. International Journal of Biological Macromolecules., 2020. **165**: p. 11-17.
25. Anju, V., P., Narayanankutty S, K., , *Impact of Bis-(3-triethoxysilylpropyl)tetrasulphide on the properties of PMMA/Cellulose composite*. Polymer, 2017. **119**: p. 224-237.
26. Bars, J., Mohammad, L, H., Bruzesse, C., Enas, A, H., El-Wakil A, N., Dufresne, A., *Mechanical, barrier, and biodegradability properties of bagasse cellulose whiskers reinforced natural rubber nanocomposites*. Industrial Crops and Products., 2010. **32**: p. 627-633.
27. Batos, A., Utomo, B, P., Kanyar, B., Anggono, J., Soetaredjo, F, E., Moczo, J., Puknazky, B., *Reinforcement of polypropylene with alkali-treated sugarcane bagasse fibers: Mechanism and consequences*. Composites Science and Technology., 2020: p. 108428.
28. Natinee, L., Jitkalong, D., Seadan, M., *Hybridized Reinforcement of Natural Rubber with Silane-Modified Short Cellulose Fibers and Silica*. Journal of Applied Polymer Science. , 2011. **120**: p. 3242-3254.
29. Yin, B., Li, G., Wang, D., Wang, L., Wang, J., Jia, H., Ding, L., Sun, D., *Enhanced mechanical properties of styrene-butadiene rubber with low content of bacterial cellulose nanowhiskers*. Advances in Polymer Technology., 2018. **37**: p. 1323-1334.
30. Memon, H., Wei, Y., Zhu, C., *Correlating the thermomechanical properties of a novel bio-based epoxy vitrimer with its crosslink density*. Materials Today Communications, 2021. **29**: p. 102814.

31. Somseemee, O., Sae-Oui, P., Siriwong, C., *Reinforcement of surface-modified cellulose nanofibrils extracted from Napier grass stem in natural rubber composites*. Ind. Crops Prod., 2021. **171**: p. 113881.
32. Pawongrat, R., *Pretreatment processes for enhancing the efficiency of ethanol production from lignocellulosic agricultural wastes*. Science and Technology Silpakorn University 2558. **1**: p. 143-157.
33. Andideh, M., Ghoreishy, M, H, R., Soltani, S., Sourki. F, A., *Surface modification of oxidized carbon fibers by grafting bis(triethoxysilylpropyl) tetrasulfide (TESPT) and rubber sizing agent : Application to short carbon fibers/SBR composites*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing., 2021. **141**: p. 106201.
34. Wu, J., Ling, L., Xie, J., Ma, G., Wang, B., *Surface modification of nanosilica with 3-mercaptopropyl trimethoxysilane: Experimental and theoretical study on the surface interaction*. Chemical Physics Letters., 2014. **591**: p. 227-232.



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	ชาวลิต พุพิพัฒน์
วัน เดือน ปี เกิด	29 ธันวาคม 2539
สถานที่เกิด	ฉะเชิงเทรา, ประเทศไทย
วุฒิการศึกษา	จบปริญญาตรีจาก มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้า พระนครเหนือ
ที่อยู่ปัจจุบัน	96 หมู่ 6 ต.ท่าข้าม อ.บางปะกง จ.ฉะเชิงเทรา 24130
ผลงานตีพิมพ์	ผลงานจากการนำวิทยานิพนธ์บางส่วนของฉบับนี้ถูกนำเสนอในการประชุม Pure and Applied chemistry International Conference (PACCON 2022) ณ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง จังหวัด กรุงเทพฯ ประเทศไทย ระหว่างวันที่ 30-1 กรกฎาคม 2565 ในหัวข้อ Natural rubber composites reinforced by bagasse fibers: effects of silane modifications