

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 Epoxy resin (Epichlorohydrin-bisphenol A) (Epiclone 850) : Siam Chemical Industry Co., Ltd.

3.1.2 Curing agent (Polyamide resin) (Luckamide TD-982-E) : Siam Chemical Industry Co., Ltd.

3.1.3 CTBN (Hycar 1300) : Sunny World (1989) Co., Ltd.

3.1.4 น้ำยางข้นชนิดแอมโมเนียสูง (HA) ที่มี 60.04%DRC, 61.70%TSC และปริมาณแอมโมเนีย 0.74% : บริษัท ไทยรับเบอร์ลาเทคส์คอร์ปอเรชั่น (ประเทศไทย) จำกัด (มหาชน)

ตารางที่ 3.1 สมบัติของน้ำยางข้นชนิด HA

สมบัติ	ผลทดสอบ
Total solid content (%)	61.70
Dry rubber content (%)	60.04
Non-rubber solids content (%)	1.66
Ammonia content (on total weight) (%)	0.74
Ammonia content (on water phase) (%)	1.93
pH value	10.52
KOH number	0.5504
Volatile fatty acid number (VFA)	0.0108
Mechanical stability time @ 55% TS. (Sec.)	750
Specific gravity at 25 °C	0.9412
CST (ml)	1.9
Magnesium content (ppm)	37.5
Viscosity (60%TS.Spindle no.1.60rpm.) (cps.)	76.5

3.1.5 กรดฟอร์มิก 98% : Fisher Chemical

3.1.6 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 50% : Thai Peroxide Co., Ltd.

3.1.7 Polyalcohol ethyleneoxide condensate (Terric 16A-16) : Australia

3.1.8 เอทานอล : Lab Scan

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 มอเตอร์ปั่นกวนชนิดปรับรอบได้ พร้อมใบพัด

3.2.2 เตาอบให้ความร้อน

3.2.3 เครื่องแก้วอื่นที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

3.3.1 เครื่อง FT-IR Spectrometer รุ่น Perkin Elmer System 2000-FT-IR

3.3.2 เครื่อง Universal Tensile Testing Machine รุ่น LLOYD LR 10K plus และรุ่น LLOYD500

3.3.3 เครื่อง Charpy Impact Tester รุ่น GOTECH GT-704

3.3.4 เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA) รุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851^e

3.3.5 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) รุ่น DSC822^e

3.3.6 เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) รุ่น JSM-6400

3.4 ขอบเขตการทดลอง

ขอบเขตการทดลองแบ่งเป็น 4 ส่วน คือ

- การเตรียมยางธรรมชาติอีพอกซีไดซ์ (ENR)
- การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของยางธรรมชาติอีพอกซีไดซ์
- การเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างอีพอกซีเรซินกับยางธรรมชาติอีพอกซีไดซ์ในอัตราส่วนต่างๆ
- การทดสอบสมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล และตรวจสอบสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง

3.5 การเตรียมยางธรรมชาติอีพอกซีไดซ์ (ENR)

เตรียมยางธรรมชาติอีพอกซีไดซ์โดยใช้น้ำยางธรรมชาติทำปฏิกิริยากับกรดฟอร์มิกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ โดยใช้สารเคมีในอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สูตรการเตรียมยาง ENR (การคำนวณแสดงไว้ในภาคผนวก ก)

สารเคมี	สูตร					
	ENR A	ENR B	ENR C	ENR D	ENR E	ENR F
น้ำยางข้น 60%DRC (กรัม)	83.33	83.33	83.33	83.33	83.33	83.33
Terric16A-16 (4 phr) 2 กรัม ละลายในน้ำกลั่น (กรัม)	166.67	166.67	166.67	166.67	166.67	166.67
ปริมาณเนื้อยาง (กรัม)	50	50	50	50	50	50
ความเข้มข้นของกรดฟอร์มิก 98% (โมลาร์)	0.50	1.00	0.75	0.75	0.50	0.50
ปริมาณของกรดฟอร์มิก 98% (กรัม)	16.91	33.82	25.37	25.37	16.91	16.91
ความเข้มข้นของไฮโดรเจน เปอร์ออกไซด์ 50% (โมลาร์)	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75
ปริมาณของไฮโดรเจนเปอร์ ออกไซด์ 50% (กรัม)	37.50	37.50	37.50	37.50	37.50	37.50
ระยะเวลาที่ให้ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	6	4	8	10	14	16

การทดลองเริ่มจากนำน้ำยางธรรมชาติชนิดแอมโมเนียสูง (HA) ที่มีปริมาณเนื้อยางแห้ง 60% มาทำให้เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนเหลือปริมาณเนื้อยางแห้ง 20% แล้วเติม polyalcohol ethyleneoxide condensate ซึ่งมีชื่อทางการค้าว่า Terric 16A-16 ปริมาณ 4 phr (4 ส่วนในเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน) เพื่อป้องกันไม่ให้น้ำยางจับตัวในขณะที่ทำปฏิกิริยา แล้วกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก (magnetic bar) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ต่อกจากนั้นหยดกรดฟอร์มิก 98% ที่เตรียมไว้โดยมีความเข้มข้นเทียบกับปริมาณของหน่วยไอโซพรีนในโครงสร้างของยางธรรมชาติ โดยใช้เวลาในการหยด 15-20 นาที ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส จากนั้นปรับอุณหภูมิให้เป็น 50 องศาเซลเซียส แล้วจึงหยดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 50% ที่เตรียมไว้โดยมีความเข้มข้นเทียบกับปริมาณของหน่วยไอโซพรีนในโครงสร้างของยางธรรมชาติ โดยใช้เวลาในการหยด 25-30 นาที ปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินไปในบีกเกอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.1 ซึ่งตลอดขั้นตอนการทดลองจะต้องกวนน้ำยางด้วยแท่งแม่เหล็ก โดยใช้ระยะเวลาที่ให้ทำปฏิกิริยาดังตารางที่

3.2 เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาตามเวลาที่กำหนดไว้จะได้ยางธรรมชาติอิพอกซีไดซ์ตามต้องการ ต่อจากนั้นเก็บตัวอย่างประมาณ 30 มิลลิลิตร เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อิพอกไซด์



รูปที่ 3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติอิพอกซีไดซ์

3.6 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของยางธรรมชาติอิพอกซีไดซ์

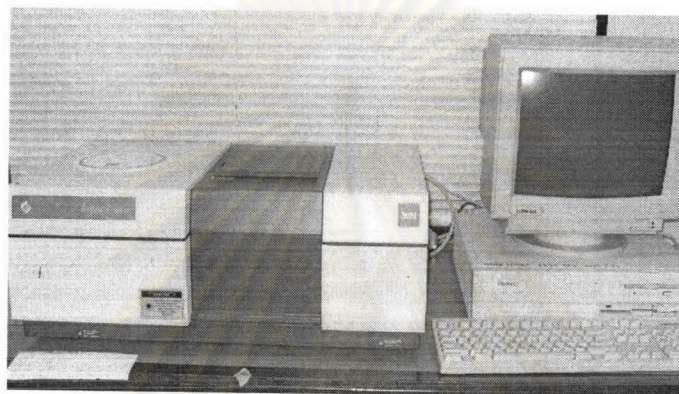
3.6.1 วิเคราะห์ปริมาณหมู่อิพอกไซด์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (IR)

นำยางธรรมชาติอิพอกซีไดซ์เหลวที่เตรียมได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้ยางธรรมชาติอิพอกซีไดซ์แห้ง จากนั้นตัดชิ้นยางให้มีขนาด 2×3 เซนติเมตร แล้วดึงให้ตึงจนยางใส แสงอินฟราเรดสามารถส่องผ่านได้ ติดยางที่ตึงแล้วกับแผ่นรองรับที่มีช่องขนาด 1×3 เซนติเมตร แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR โดยทั่วไปอินฟราเรดสเปกตรัมของยางธรรมชาติอิพอกซีไดซ์จะปรากฏแถบการดูดกลืนของหมู่อิพอกไซด์ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 cm^{-1} ซึ่งไม่ปรากฏในยางธรรมชาติ ดังนั้นการวิเคราะห์ปริมาณหมู่อิพอกไซด์สามารถทำได้โดยการคำนวณอัตราส่วนการดูดกลืน (absorbance ratio) ของแถบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 cm^{-1} ต่อแถบการดูดกลืนแสงที่ตำแหน่งเลขคลื่น 835 cm^{-1} (แสดงถึงการมีพันธะ C-H ต่อกับ $-\text{C}=\text{C}-$ ของ *cis*-1,4-polyisoprene) โดยคำนวณหาค่าอัตราส่วนการดูดกลืนดังสมการต่อไปนี้ (Davey and Loadman, 1984)

$$\text{อัตราส่วนการดูดกลืน} = \frac{a_{870}}{a_{870} + a_{835}}$$

เมื่อ a_{870} คือ ค่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 cm^{-1}
 a_{835} คือ ค่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 835 cm^{-1}

อัตราส่วนการดูดกลืนแสงที่ได้จากสมการ เมื่อคูณด้วย 100 จะเป็นปริมาณที่คิดเป็นร้อยละของหมู่ไอพอกไซด์



รูปที่ 3.2 เครื่อง FT-IR สเปกโทรมิเตอร์

3.7 การเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างอิพอกซีเรซินกับยางธรรมชาติอิพอกซีไดซ์

ทำการเตรียมอิพอกซีเรซินผสมกับยางปริมาณ 2, 5, 7 และ 10 phr รายละเอียดของปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ปริมาณสารเคมีที่ใช้เตรียมเตรียมอิพอกซีเรซินผสมกับยาง

อิพอกซีเรซิน:ยาง	อิพอกซีเรซิน (กรัม)	ยาง (กรัม)	สารบ่ม (กรัม)
100:2	100	2	100
100:5	100	5	100
100:7	100	7	100
100:10	100	10	100

หมายเหตุ : ยาง คือ ยาง ENR A, ENR B, ENR C, ENR D, ENR E และ ENR F

ยางธรรมชาติ (NR) และยางเหลว CTBN

อัตราส่วนระหว่างอิพอกซีเรซินและสารบ่มเป็น 1:1

การทดลองเริ่มโดยการผสมอิพอกซีเรซิน ยาง และสารบ่ม ในถ้วยพลาสติกพอลิโพรพิลีน บันทึกลงด้วยความเร็ว 50 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง กวนให้เข้ากันเป็นเวลา 20 นาที หลังจากนั้นเทลงแม่แบบซิลิโคน และนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำออกจากตู้อบเพื่อตกแต่งชิ้นงาน จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการตกแต่งแล้วไปอบต่อในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้พอลิเมอร์ผสมเกิดการบ่มตัว แล้วนำชิ้นงานที่ได้ไปทดสอบสมบัติเชิงกลต่างๆ

3.8 การทดสอบสมบัติของพอลิเมอร์ผสมระหว่างอิพอกซีเรซิน/ยาง ENR

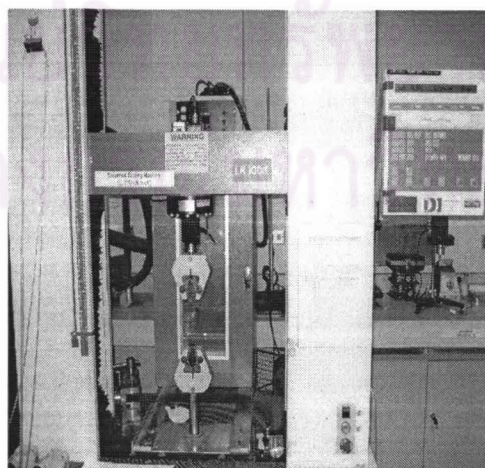
3.8.1 การทดสอบสมบัติความทนแรงดึง

เตรียมชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D638-82a Type I ดังแสดงในรูปที่ 3.3 เพื่อทดสอบความทนแรงดึงด้วยเครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 10K plus ดังรูปที่ 3.4 โดยใช้ Load cell ขนาด 10 kN ซึ่งดึงด้วยอัตราเร็ว 50 มม./นาที และมี gauge length เท่ากับ 50 มม.



$W = 13$ มม., $W_0 = 19$ มม., $G = 50$ มม., $R = 76$ มม., $L = 57$ มม., $L_0 = 165$ มม., $D = 115$ มม.

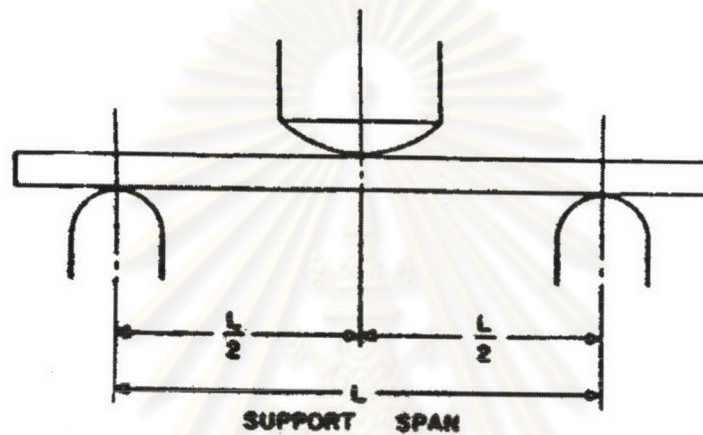
รูปที่ 3.3 ลักษณะและขนาดชิ้นงานดัมเบลล์สำหรับทดสอบสมบัติความทนแรงดึง



รูปที่ 3.4 เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 10K plus

3.8.2 การทดสอบสมบัติความทนแรงดัดโค้ง

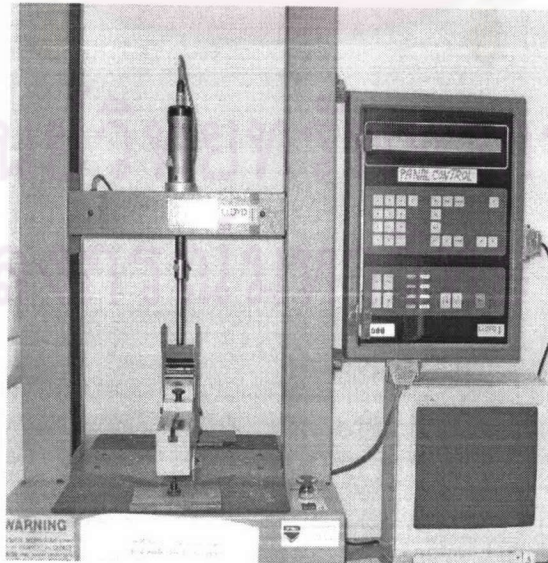
การทดสอบความทนแรงดัดโค้งตามมาตรฐาน ASTM D790-81 แบบ 3 point bending ดังแสดงในรูปที่ 3.5 โดยเตรียมชิ้นงานรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า (หนา 3.2 มม., กว้าง 25 มม. และยาว 80 มม.) แล้วนำไปทดสอบความทนแรงดัดโค้งด้วยเครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD500 ดังรูปที่ 3.6 โดยใช้ Load cell ขนาด 2500 N ซึ่งเคลื่อนด้วยอัตราเร็ว 50 มม./นาที และมี span length เท่ากับ 50 มม.



$L/2$: 25 มม.

L (Span length) : 50 มม.

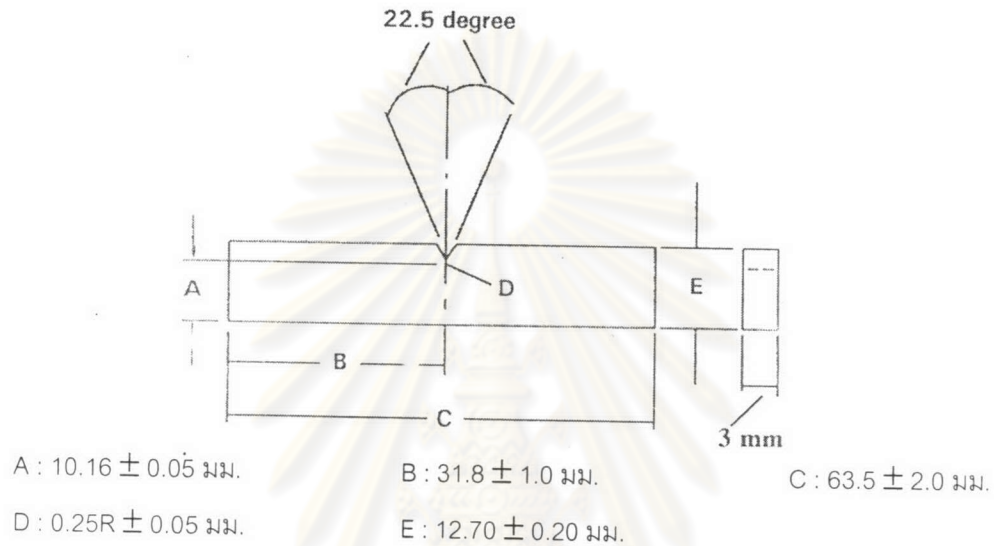
รูปที่ 3.5 ลักษณะการวางชิ้นทดสอบความทนแรงดัดโค้งแบบ 3 point bending



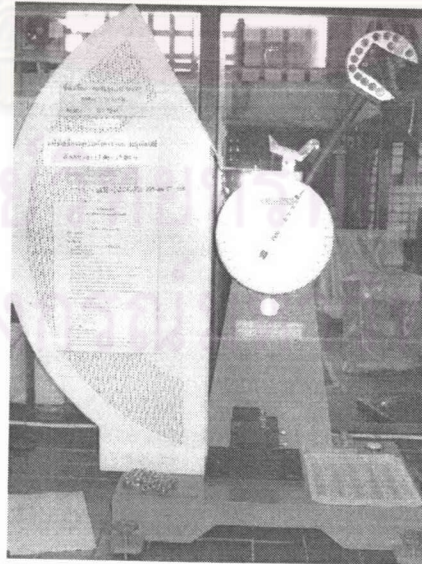
รูปที่ 3.6 เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD500

3.8.3 การทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทก

เตรียมชิ้นงานทดสอบความทนแรงกระแทกตามมาตรฐาน ASTM D256 แบบ Charpy ดังแสดงในรูปที่ 3.7 แล้วนำไปทดสอบความทนแรงกระแทกด้วยเครื่อง Charpy Impact Tester รุ่น GOTECH GT-7045 ดังรูปที่ 3.8 โดยใช้หัวค้อนขนาด 1.357 กิโลกรัม รายงานค่าความทนแรงกระแทกในหน่วยกิโลจูลต่อตารางเมตร



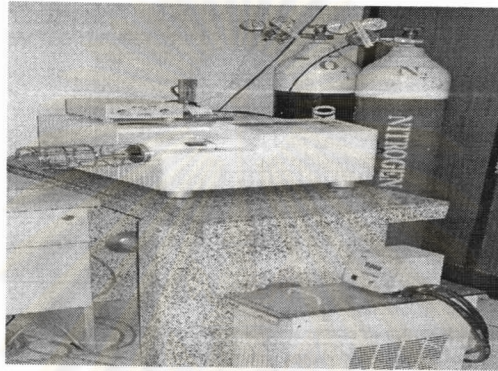
รูปที่ 3.7 ลักษณะและขนาดชิ้นงานทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทก



รูปที่ 3.8 เครื่อง Charpy Impact Tester รุ่น GOTECH GT-7045

3.8.4 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

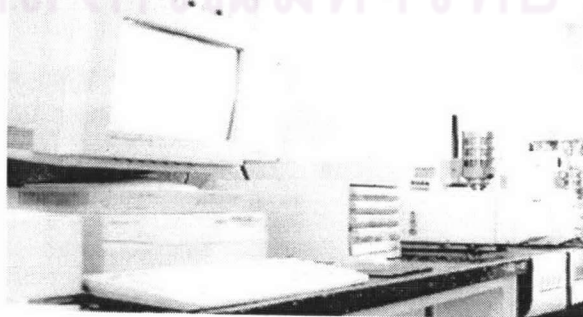
การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง TGA รุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851^o ดังรูปที่ 3.9 เพื่อหาอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์ผสมระหว่างอิพอกซีเรซิน/ยาง ENR โดยนำพอลิเมอร์ผสมน้ำหนัก 3-10 มิลลิกรัม ใส่ในภาชนะอะลูมินา (Alumina pan) ตั้งภาวะทดสอบโดยอุณหภูมิเริ่มต้นที่ 30 องศาเซลเซียส แล้วเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตรา 20 องศาเซลเซียส/นาที จนถึงอุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.9 เครื่อง TGA รุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851^o

3.8.5 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

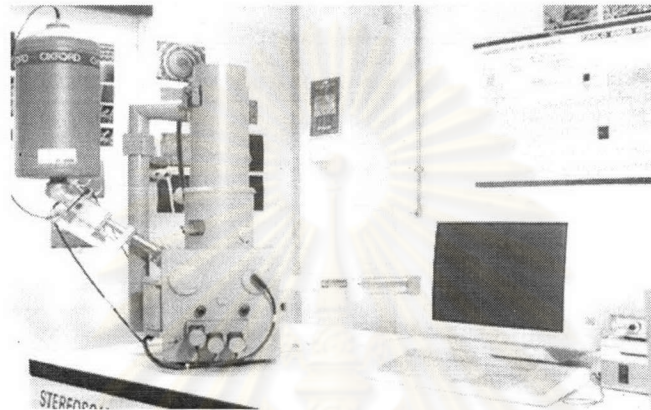
การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC รุ่น DSC 822^o ดังรูปที่ 3.10 เพื่อหาอุณหภูมิกลาสทรานซิชันของพอลิเมอร์ผสมระหว่างอิพอกซีเรซิน/ยาง ENR โดยนำพอลิเมอร์ผสมน้ำหนักประมาณ 6-10 มิลลิกรัม บรรจุในภาชนะอะลูมิเนียม (DSC pan) ซึ่งน้ำหนักสารที่แน่นอนแล้วปิดผนึก ซึ่งใช้อากาศเป็นสารอ้างอิง โดยให้ภาวะการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ -50 ถึง 150 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มความร้อน 10 องศาเซลเซียส/นาที ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.10 เครื่อง DSC รุ่น DSC 822^o

3.8.6 การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง SEM

การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของชิ้นงานพอลิเมอร์ผสมระหว่างอิพอกซีเรซิน/ยาง ENR ภายหลังจากการทดสอบความทนแรงกระแทกแล้ว ทำโดยนำชิ้นงานไปเคลือบพื้นผิวหน้าตัดด้วยทองคำ แล้วส่องด้วยเครื่อง SEM รุ่น JSM-6400 ดังแสดงในรูปที่ 3.11 ที่กำลังขยาย 200 เท่า 1,500 เท่า และ 2,000 เท่า เพื่อศึกษาการกระจายตัวของยาง ENR ในอิพอกซีเรซิน



รูปที่ 3.11 เครื่อง SEM รุ่น JSM-6400

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย