

บทที่ 3

ขั้นตอนการวิจัย

3.1 การเพิ่มประสิทธิภาพของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (Adding functional reagent)

3.1.1 สารเคมี

1. ZnO

1.1 ZnO nanopowder, Aldrich

1.2 Tetrapod shaped ZnO Whisker : T-ZnO

จากหน่วยวิจัยฟิสิกส์ประยุกต์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

2. Polyelectrolyte : Sodium Silicate Solution (SSS)

3. Surfactant : Cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB)

4. NaOH ความเข้มข้น 2 molar

5. น้ำกลั่น

3.1.2 วัสดุอุปกรณ์

1. กระดาษกรอง whatman เบอร์ 1 ขนาด 90 mm

2. กรวยบุคเนอร์ (Buchner funnel) ขนาด 90 mm

3. ขวดชมพู่ขนาด 250 ml

4. กระดาษอินดิเคเตอร์ (indicator)

5. กระบอกตวง ขนาด 10 ml

6. บีกเกอร์ ขนาด 100 ml

7. เครื่องอัลตราโซนิกรุ่น (RK-31, Bandelin)

8. หลอดหยด

9. ถุงมือ

3.1.3 เครื่องมือวิเคราะห์

1. เครื่องชั่งไฟฟ้าความละเอียดสูงรุ่น SER 14204346 ผลิตโดยบริษัท A&D
ประเทศญี่ปุ่น

2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พร้อมติดตั้งเครื่องวิเคราะห์การกระจายพลังงานรังสีเอ็กซ์ (EDS) รุ่น JSM-6335F ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น
3. เครื่อง Fourier Transform Infrared (FT-IR) spectrometer
4. เครื่อง Zeta Potential Analyzer รุ่น (Zetasizer ZS, Malvern)

3.1.4 ขั้นตอนการเพิ่มประสิทธิภาพของอนุภาคซิงค์ออกไซด์

1. เปรียบเทียบผลของพอลิอิเล็กโทรไลต์ต่อการกระจายตัวและการแขวนลอยในน้ำของอนุภาคซิงค์ออกไซด์โดยนำ NaOH มาปรับสภาพให้น้ำมี pH ~ 10 (เนื่องจากน้ำยารพาราที่ใช้ในการทดลองมี pH ~ 10)
2. เติม Sodium Silicate Solution (SSS) ลงในน้ำที่เตรียมไว้ 50 ml ในสัดส่วน 0, 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 15.0, 20.0 wt% ของปริมาณซิงค์ออกไซด์
3. อัลตราโซนิก 30 นาที เพื่อให้สารละลายกระจายตัว
4. เตรียมซิงค์ออกไซด์ในสัดส่วน 5 phr แล้วเติมลงในสารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์ในแต่ละสัดส่วน
5. คนให้ซิงค์ออกไซด์กระจายตัวในสารละลายแล้วอัลตราโซนิก 30 นาที
6. ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เปรียบเทียบการกระจายตัวและเสถียรภาพของสารแขวนลอยที่เวลาต่างๆ รวม 24 ชั่วโมง
7. นำสารแขวนลอยในแต่ละสัดส่วนไปตรวจสอบประจุที่ผิวของอนุภาคด้วยเครื่อง Zeta Potential Analyzer



รูป 3.1 Zeta Potential Analyzer รุ่น Malvern Zetasizer Nano-ZS

8. นำสารแขวนลอยซิงค์ออกไซด์ตัวอย่างไปตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน และลักษณะของอนุภาคโดยล้างด้วยน้ำกลั่น และกรองด้วยกระดาษกรอง whatman เบอร์ 1
9. นำ ZnO ที่ได้จากการกรองไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60°C, 24 ชั่วโมง
10. ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วย FT-IR
11. ตรวจสอบลักษณะของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เปรียบเทียบลักษณะอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนและหลังการเพิ่มประสิทธิภาพ
12. ทำการทดลองซ้ำจากขั้นตอนที่ 2-10 โดยเปลี่ยนจาก Sodium Silicate Solution (SSS) เป็น Cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB)



รูป 3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และเครื่องวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDS)

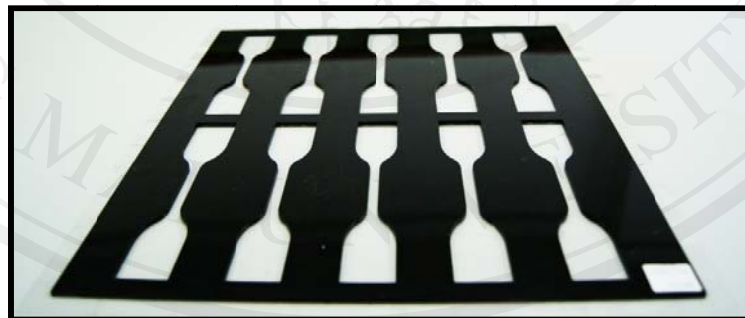
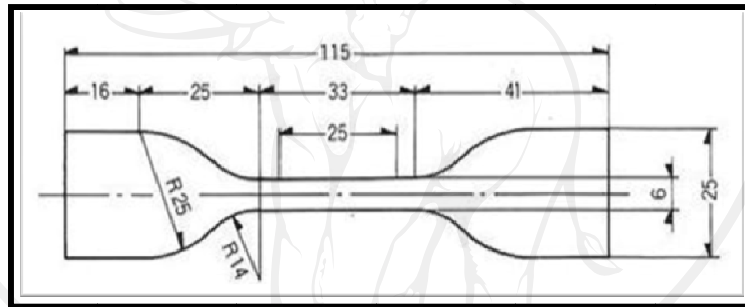
3.2 กระบวนการเตรียมวัสดุผสมของยางธรรมชาติกับอนุภาคซิงค์ออกไซด์

3.2.1 สารเคมี

1. น้ำยางพาราหล่อแบบซีท้อ TOTO ของบริษัท TATA Thailand จำกัด ซึ่งมีคุณสมบัติสำคัญแสดงดังตาราง 3.1
2. อนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการเพิ่มประสิทธิภาพ
3. สารคู่ควบไซเลน Si69 (bis [3-(triethoxysilyl) propyl] tetrasulfide)
4. น้ำกลั่น

ตาราง 3.1 ส่วนผสมของน้ำยางพาราหล่อแบบ

Ingredients	Dry (parts by weight)	Wet (parts by weight)
60% Natural Rubber	100.0	167.0
15% Potassium oleate	0.2	1.0
25% Potassium hydroxide	0.5	5.0
50% Sulfer	1.5	3.0
50% Zinc diethyl dithiocarbamate	1.0	2.0
50% Antioxidant CPL	1.0	2.0
50% ZnO	1.0	2.0



รูป 3.3 ขนาดและลักษณะของโมลหล่อชิ้นงานทดสอบแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D412-98 Die-C [26]

3.2.2 วัสดุและอุปกรณ์

1. เครื่องอัลตราโซนิกกรุ่น (RK-31, Bandelin)
2. บีกเกอร์ขนาด 100 ml
3. สเตอริไลเซอร์
4. หลอดหยด
5. เตอบ
6. โมลหล่อขึ้นงานทดสอบแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D412-98 Die-C

3.2.3 เครื่องมือวิเคราะห์

1. เวอร์เนียคาลิเปอร์
2. เครื่องชั่งไฟฟ้าความละเอียดสูงรุ่น SER 14204346 ผลิตโดยบริษัท A&D ประเทศญี่ปุ่น
3. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พร้อมติดตั้งเครื่องวิเคราะห์การกระจายพลังงานรังสีเอ็กซ์ (EDS) รุ่น JSM-6335F ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น

3.2.4 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุผสมของยางธรรมชาติ

1. เตรียมอนุภาคซิงค์ออกไซด์ในสัดส่วน 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5 phr
2. นำอนุภาคซิงค์ออกไซด์ในแต่ละสัดส่วนข้างต้นไปกระจายใน Sodium Silicate Solution (SSS)/ Cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB) ในสัดส่วนที่เหมาะสมกับน้ำกลั่น 10 ml โดยอัลตราโซนิก 15 นาที และสเตอริ 15 นาที
3. ผสมอนุภาคซิงค์ออกไซด์ในแต่ละเงื่อนไข (จากข้อ 2) กับน้ำยาง 50 กรัม หยอดสารคู่ควบไซเลน Si69 2.5, 5.0, 7.5, 10.0 wt% ของ ZnO อย่างช้าๆ พร้อมกับสเตอริอย่างต่อเนื่อง 30 นาที
4. ขึ้นรูปวัสดุผสมของยางธรรมชาติโดยการเทลงโมลหล่อขึ้นงานทดสอบแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D412-98 Die-C
5. อบที่อุณหภูมิ 70°C 12 ชั่วโมง
6. แกะแผ่นวัสดุผสมของยางธรรมชาติออกจากโมลหล่อขึ้นงาน

7. นำแผ่นวัสดุผสมของยางธรรมชาติไปตรวจสอบตรวจสอบ และเปรียบเทียบลักษณะเฉพาะวัสดุผสมในแต่ละเงื่อนไข โดยรูปร่างและการกระจายตัวของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ในวัสดุผสมยางพาราสามารถตรวจสอบจาก SEI-SEM และ BEI-SEM

3.3 การทดสอบสมบัติทางกลของวัสดุผสมของยางธรรมชาติ

3.3.1 การทดสอบการทนแรงดึง (Tensile strength) ตามมาตรฐาน ASTM D412-98

1. นำแผ่นวัสดุผสมของยางธรรมชาติรูป dumbbell ที่แกะออกจากโมลหล่อชิ้นงาน ทดสอบแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D412-98 ดังรูป 3.4 ในแต่ละเงื่อนไข เส้นใยละ 5 ชิ้นงาน



รูป 3.4 ขนาดและลักษณะของชิ้นทดสอบ

2. วัดความกว้าง และความหนาบริเวณ Gauge length ของชิ้นงาน โดยใช้ เวอร์เนียคาลิเปอร์
3. นำชิ้นทดสอบเข้าเครื่องทดสอบแรงดึง ปรับให้บริเวณ Gauge length ไม่หย่อนหรือตึงจนเกินไป
4. ตั้งค่าเงื่อนไขการทดสอบ ดังนี้

Stress Range = 100 Mpa
 Strain = 1200%
 Gauge length = 33 mm
 Speed = 500 mm/ min



รูป 3.5 เครื่องทดสอบ tensile test รุ่น H10KS บริษัท Hounsfield test equipment ประเทศอังกฤษ

5. ทดสอบแรงดึงโดยเพิ่มระยะดึงขึ้นเรื่อยๆ จนชิ้นงานบริเวณ Gauge length ขาด แล้วบันทึกค่าต่างๆ
6. นำข้อมูลที่ได้ไปวิเคราะห์หาค่า Tensile strength at Yield, Tensile Stress at 20%, 50%, 100%, 200% และ 300% จากนั้นสรุปผลการทดลอง

3.3.2 การทดสอบความแข็ง (hardness) ของวัสดุผสมของยางธรรมชาติด้วย

Shore type “A” Durometer ตามมาตรฐาน ASTM D2240

1. ตัดวัสดุผสมของยางธรรมชาติขนาด 1x1 ตารางนิ้ว
2. นำไปทดสอบหาความแข็งด้วยเครื่อง Shore type “A” Durometer รุ่น (HT-6510C) โดยจับ gauge ในแนวตั้ง กดเข้มน้ด้นล่างของ Gauge ให้แน่นเข้ากับชิ้นทดสอบจนขอบล่างสัมผัสกับพื้นผิวชิ้นทดสอบ บันทึกค่าที่อ่านได้จากเครื่องมือ
3. ทำการทดสอบขึ้นละ 10 จุด ทั่วแผ่นชิ้นทดสอบ แล้วหาค่าเฉลี่ย
4. นำข้อมูลที่ได้วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง



รูป 3.6 Shore type “A” Durometer รุ่น HT-6510A

3.4 การทดสอบเสถียรภาพทางความร้อน

1. นำทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนด้วย Thermal Gravimetric Analysis (TGA) โดยให้ความร้อนตั้งแต่ 50°C ถึง 700°C ด้วยอัตรา 10.00°C/ min
2. นำกราฟที่ได้ไปวิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง