

ผลของซิลิกาจากแกลบข้าวที่มีต่อความแข็งและความทนต่อการบวมในตัวทำละลาย ของชิ้นงานที่เตรียมจากน้ำยางธรรมชาติ

Effect of Rice Husk Ash Silica on Hardness and Swelling Resistance of Specimens Prepared from Natural Rubber Latex

สุวรรณี ศรีเมือง และธนัญญา เสาวภาคย์*

สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐม

*bbiirddtt@hotmail.com, thanunya@npru.ac.th

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการนำแกลบข้าวมาเพิ่มมูลค่าโดยนำมาเป็นสารตัวเติมในน้ำยางธรรมชาติเพื่อเพิ่มความแข็งและความทนต่อการบวมในตัวทำละลายของชิ้นงานที่เตรียมจากน้ำยางธรรมชาติ จากการศึกษาพบว่าแกลบข้าวนั้นมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบหลักในปริมาณที่สูง โดยการเตรียมซิลิกาเริ่มจากการนำแกลบมาทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริก จากนั้นนำแกลบเผาที่อุณหภูมิ 700 °C ได้เป็นแกลบสีขาว เมื่อทำการวิเคราะห์แกลบด้วยเทคนิค XRF พบว่า แกลบประกอบด้วยซิลิกาถึงร้อยละ 90 และเมื่อวิเคราะห์แกลบด้วย FTIR และ XRD เปรียบเทียบกับซิลิกาเกรดการค้าก็พบว่าแกลบนั้นมีหมู่ฟังก์ชันและลักษณะโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐานเช่นเดียวกับซิลิกาเกรดการค้า ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาปริมาณของซิลิกาจากแกลบข้าวที่ส่งผลต่อความแข็ง และความทนต่อการบวมในตัวทำละลาย จากผลการทดลองพบว่าการใช้ซิลิกาจากแกลบสามารถเพิ่มความแข็งของชิ้นงานที่เตรียมจากน้ำยางธรรมชาติได้ในปริมาณที่ไม่เกิน 10 phr นอกจากนั้นความทนต่อการบวมในตัวทำละลายก็ดีขึ้นเมื่อมีการเติมซิลิกาจากแกลบ ทั้งนี้เนื่องจากเกิดอันตรกิริยาระหว่างสารตัวเติมและเกิดพันธะเชื่อมขวางระหว่างสายโซ่โมเลกุลของยาง มีผลทำให้สายโซ่โมเลกุลยางเคลื่อนที่ได้น้อยลงและตัวทำละลายนั้นแทรกตัวเข้าไปในสายโซ่โมเลกุลของยางได้ยากขึ้น

คำสำคัญ: แกลบข้าว, ซิลิกา, สารตัวเติม, น้ำยางธรรมชาติ

Abstract

In this study aimed to add value of the rice husk as a filler in natural rubber latex for enhancing in hardness and swelling resistance of specimen. In this study, it was found that rice husk ash was rich in silica. The silica could be prepared by pretreatment with HCl and calcinations at 700 °C. The white rice husk ash (WRH) was obtained. The XRF result showed that WRH containing large amount of silica (90 %). FITR and XRD results confirmed that function groups and amorphous structure of WRH were comparable with the commercial silica. In this work, the effect of WRH on hardness and swelling resistance were investigated. From the results, it can be seen that the hardness increased with incorporation of WRH into latex up to 10 phr. Additionally, the improvement in swelling resistance was also observed. This is due to the interaction between WRH and rubber chains and crosslink network in rubber chains resulting in difficult movement of rubber chains.

Keywords: rice husk, silica, filler, natural rubber latex

1. บทนำ

น้ำยางธรรมชาติ (Natural Rubber Latex or NR latex) เป็นวัสดุพอลิเมอร์มีการกระจายตัวแบบคอลลอยด์ ในตัวกลางที่มีน้ำเป็นส่วนประกอบ ดังนั้นน้ำยางธรรมชาติที่ได้จากต้นยางพารา (*Hevea brasiliensis*) จึงเป็นสารพอลิเมอร์ของอนุภาคยางที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงกระจายตัวอยู่ในตัวกลางน้ำแต่อย่างไรก็ตามยางดิบมีสมบัติที่ไม่เหมาะสมที่จะนำไปใช้ผลิตผลิตภัณฑ์ได้โดยตรง จำเป็นต้องมีการผสมยางดิบกับสารเคมีต่าง ๆ เพื่อปรับสมบัติของยางให้ได้ตามความเหมาะสมกับสภาพการใช้งานของผลิตภัณฑ์นั้น ๆ

สารตัวเติม (Filler) คือ สารที่เติมลงไปในยาง เพื่อปรับปรุงสมบัติของยางให้ดีขึ้นหรือเพื่อลดต้นทุนการผลิต แกลบข้าว (Rice husk) เป็นส่วนที่เหลือใช้จากการผลิตข้าวสาร แกลบจัดเป็นวัสดุชีวมวลที่สำคัญ (บุญญาธิช อินทรพิพัฒน์, 2555:32) จากการศึกษาของคัพระกอบทางเคมีของแกลบพบว่าปริมาณซิลิกา (Silica, SiO_2) เป็นองค์ประกอบหลักประมาณ 70-90% แสดงให้เห็นว่าองค์ประกอบแกลบข้าวนั้นเต็มไปด้วยซิลิกาซึ่งเป็นสารตัวเติมสำคัญที่ใช้ในการเสริมแรงยางธรรมชาติ (Ismail H et al., 1999:1429) การนำวัสดุชีวมวลมาใช้จึงเป็นทางเลือกหนึ่งที่น่าสนใจ (Della VP et al., 2002:818)

ดังนั้นในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเตรียมรวมทั้งลักษณะทางกายภาพและเคมีของซิลิกาจากแกลบข้าวและทำการศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้แกลบข้าวเพื่อใช้เป็นสารตัวเติมเพื่อเพิ่มความแข็ง (hardness) และความทนต่อการบวมในตัวอย่าง (swelling resistance) โดยการกวนผสมในน้ำยางหรือในลักษณะลาเท็กซ์

2. วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 การเตรียมซิลิกาจากแกลบ

2.1.1 นำแกลบทำปฏิกิริยากับกรด HCl ที่ความเข้มข้น 1M จากนั้น ให้ความร้อน 80°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปปรับ pH จนมีสถานะเป็นกลาง และนำไปอบที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

2.1.2 นำแกลบที่ได้จากขั้นตอน 2.1.1 มาเผาที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จากนั้นนำส่วนที่ได้จากการเผาไปชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำมาวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ด้วยเทคนิค X-ray fluorescence (XRF) ตรวจสอบความเป็นผลึกด้วยเทคนิค X-ray Diffractometer (XRD) ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) และ ศึกษาสัณฐานวิทยาโดย Scanning electron microscope (SEM)

2.2 การผสมน้ำยางธรรมชาติ สารเคมี และ ซิลิกาจากแกลบ

2.2.1 เตรียมผสมน้ำยาง (Natural rubber latex) สารเคมี และ ซิลิกาจากแกลบ (WRH) ตามสูตรและปริมาณดังแสดงในตารางที่ 1 โดยผสมน้ำยางผสมให้น้ำยางผสมเข้ากับสารเคมีต่าง ๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ตารางที่ 1 สูตรการผสมและปริมาณสารเคมียาง

องค์ประกอบ	phr
Natural rubber latex	100.0
10% Lutensol	2
Sulphur	5
ZDEC	3
Lovinox CPL	2
ZnO	3
WRH	0 -15

2.2.2 กรองน้ำยางโดยใช้ตะแกรงขนาด 80 เมช

2.2.3 บ่มน้ำยาเป็นเวลา 1 คืน

2.2.4 ค่อย ๆ เทน้ำยาที่ผสมสารเคมีที่ได้ผ่านการกรองด้วยตะแกรงขนาด 80 เมชแล้วลงในเบ้าพิมพ์

2.2.5 นำเบ้าพิมพ์ไปอบที่อุณหภูมิ 80 °C

2.2.6 นำชิ้นงานคงรูปที่แห้งแล้วออกจากเบ้าพิมพ์

2.3 ทดสอบความแข็งของชิ้นงานยางคงรูป (Hardness)

ทดสอบความแข็งของชิ้นงานยางคงรูป ด้วยเครื่อง Wallace H17A Hardness tester ตาม ASTM D2240-97

2.4 ทดสอบความทนต่อการบวมในตัวทำละลายตัวของยางคงรูป (Swelling resistance)

ทดสอบโดยการตัดและชั่งน้ำหนักของชิ้นงานยางคงรูป จากนั้นนำไปแช่ในตัวทำละลายคือ โทลูอีน เป็นเวลา 7 วัน จากนั้นนำไปคำนวณหาอัตราส่วนการบวมตัวของชิ้นงานในตัวทำละลาย (swelling ratio) ตามสมการที่ (1) ซึ่งบ่งบอกถึงการบวมตัวที่เกิดขึ้นของยางคงรูป (Rattanasom N et al., 2007:369)

$$Q = (W_s - W_0) / W_0 \quad (1)$$

เมื่อ Q คือ อัตราส่วนการบวมตัวของชิ้นงานในตัวทำละลาย (swelling ratio)

$1/Q$ คือ ปริมาณการเกิดพันธะเชื่อมขวางระหว่างสายโซ่โมเลกุลของยาง (crosslink density)

W_0, W_s คือ น้ำหนักก่อนแช่และหลังแช่ในโทลูอีน (g)

3. ผลการวิจัย

3.1 ผลการวิเคราะห์เถ้าแกลบขาว

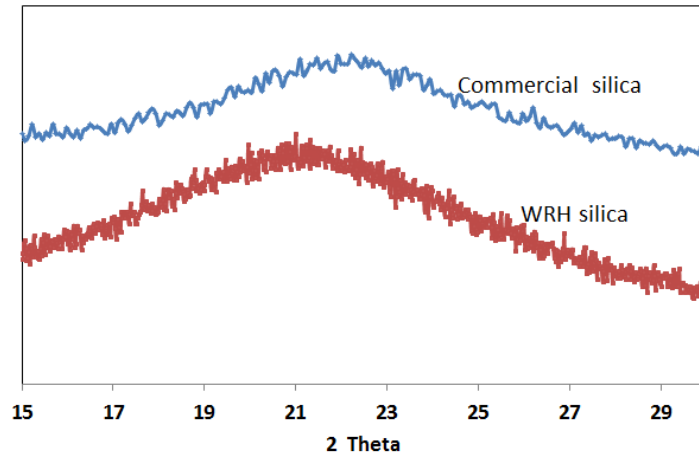
หลังจากที่ทำการเผาเถ้าที่ปรับปรุงด้วยกรด HCl ที่อุณหภูมิ 700 °C แล้วสิ่งที่ได้ คือ เถ้าแกลบสีขาว ผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบสีขาวที่ได้ ด้วยเทคนิค XRF แสดงดังตารางที่ 2 พบว่าเถ้าแกลบขาวนั้นมีองค์ประกอบหลักคือ ซิลิกา (SiO₂) และองค์ประกอบอื่น ๆ เช่น CaO, MnO, ZnO และ Fe₂O₃ เป็นต้น

ตารางที่ 2 องค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 °C

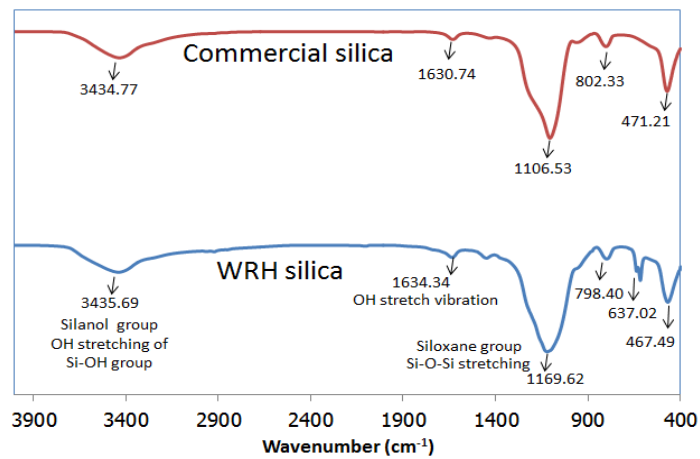
Composition	SiO ₂	K ₂ O	CaO	TiO ₂	MnO	Fe ₂ O ₃	CuO	ZnO
%	99.735	0.019	0.220	0.004	0.005	0.013	0.002	0.003

ผลของการวิเคราะห์โครงสร้างความเป็นผลึกของเถ้าแกลบขาวที่ได้จากการทดลองเปรียบเทียบกับซิลิกาเกรดการค้า แสดงดังรูปภาพที่ 1 จากการวิเคราะห์พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นั้นมีลักษณะเป็นอสัณฐานคือการจัดเรียงตัวของโมเลกุลในโครงสร้างของ ซิลิกาที่มีอยู่ในเถ้าแกลบนั้นมีลักษณะไม่เป็นระเบียบซึ่งสอดคล้องกับการวิเคราะห์ XRD ของซิลิกาเกรดการค้า เช่นเดียวกันโดยจะพบพีคกว้างที่ตำแหน่ง 2 Theta ประมาณ 22-23 ซึ่งแสดงถึงเฟสของซิลิกาอสัณฐาน (Chuyajuljit S et al, 2001:127) นอกจากนี้เมื่อนำเถ้าแกลบที่ขาว ไปวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วย FTIR ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปภาพที่ 2 ซึ่งแสดงสัญญาณอย่างเห็นได้ชัดของหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิล (Si-OH) ที่ตำแหน่ง 3400-3500 cm⁻¹ นอกจากนี้ยัง ปรากฏสัญญาณของหมู่ฟังก์ชันซิลอกเซน (Si-O-Si) ที่ตำแหน่ง 1050-1100 cm⁻¹ และ Si-O bond rocking ที่ตำแหน่ง 460-470 cm⁻¹ จากสามพีคแสดงให้เห็นถึงโครงสร้างหลักของซิลิกาที่มีอยู่ในเถ้าแกลบเช่นเดียวกับซิลิกาเกรดการค้า (Rami AO et al, 2009: 140)

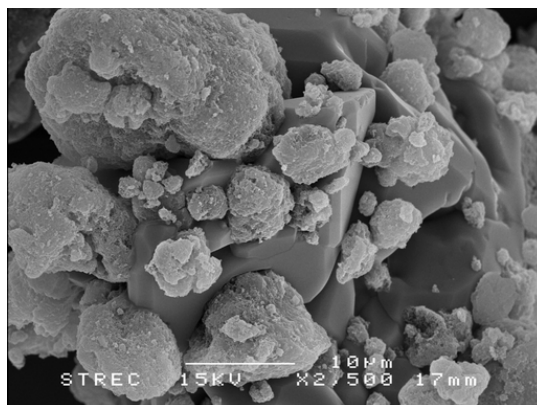
เมื่อพิจารณาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของซิลิกาจากเถ้าแกลบขาว จาก SEM แสดงดังรูปภาพที่ 3 พบว่า มีลักษณะการจับตัวเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่มีรูปร่างไม่แน่นอน



รูปภาพที่ 1 ผลการวิเคราะห์เฟสของแก้วเคลือบเผาที่อุณหภูมิ 700 °C เปรียบเทียบกับซิลิกาเกรดการค้า



รูปภาพที่ 2 ผลการวิเคราะห์ FTIR spectrum ของแก้วเคลือบเผาที่อุณหภูมิ 700 °C เปรียบเทียบกับซิลิกาเกรดการค้า



รูปภาพที่ 3 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของแก้วเคลือบเผาที่อุณหภูมิ 700 °C

3.2 ผลของการเติมแก้วเคลือบต่อความแข็งแรงของชิ้นงานที่เตรียมจากน้ำยางธรรมชาติ

ตารางที่ 3 แสดงผลของการเติมแก้วเคลือบต่อความแข็งแรงของชิ้นงานที่เตรียมจากน้ำยางธรรมชาติ จากตารางแสดงให้เห็นว่า การเติมซิลิกาจากแก้วเคลือบเผาส่งผลให้ชิ้นงานยางคงรูปมีความแข็งแรงสูงขึ้น ซึ่งแสดงถึงความแข็งแรงของยางที่เพิ่มขึ้น

เนื่องจากการเติมสารตัวเติมลงไปมีผลทำให้สายโซ่โมเลกุลยางเคลื่อนที่ได้น้อยลง และผลจากการเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับซิลิกาจากถ้ำกลบ ร่วมกับผลของการเกิดพันธะเชื่อมขวางระหว่างสายโซ่โมเลกุลของยาง แต่อย่างไรก็ตามเมื่อปริมาณซิลิกาจากถ้ำกลบมีปริมาณตั้งแต่ 10 phr ขึ้นไป ความแข็งของชิ้นงานนั้นมียาค่าลดลงอาจจะเป็นเพราะปริมาณของซิลิกาที่มากขึ้นส่งผลให้ซิลิกาเกาะกลุ่มเป็นก้อนมีการกระจายตัวในน้ำยางธรรมชาติได้ยากและไม่สม่ำเสมอ

ตารางที่ 3 ผลของการเติมถ้ำกลบต่อความแข็งของชิ้นงานที่เตรียมจากน้ำยางธรรมชาติ

WRH silica (phr)	0	5	10	15
Hardness (shore A)	38.8 ± 3.2	43.7 ± 4.9	47.8 ± 2.9	16.0 ± 5.7

3.4 ผลของการเติมถ้ำกลบต่อความทนต่อการบวมในตัวทำละลาย (Swelling resistance)

อัตราส่วนการบวมในตัวทำละลาย (swelling ratio) บ่งบอกถึงความทนทานต่อการบวมในตัวละลาย จากผลการทดลองในตารางที่ 4 จะเห็นได้ว่า อัตราส่วนการบวมในตัวทำละลายมีค่าสูงที่สุด เมื่อไม่มีการเติมสารตัวเติม นั้นแสดงให้เห็นว่าความทนทานต่อการบวมในตัวทำละลายต่ำที่สุด (ค่า swelling ratio สูง) ในทางตรงกันข้าม เมื่อมีการเติมซิลิกาจากถ้ำกลบเข้าไปในน้ำยางธรรมชาติพบว่าเมื่อปริมาณซิลิกาจากถ้ำกลบที่เพิ่มขึ้นจะมีปริมาณการบวมตัวที่ลดลง (ค่า swelling ratio ต่ำลง) เนื่องจากซิลิกาจากถ้ำกลบสามารถช่วยยึดเหนี่ยวสายโซ่โมเลกุลของยางส่งผลให้ตัวทำละลายหรือโพลูอินนั้นแทรกตัวเข้าไปในสายโซ่โมเลกุลของยางได้ยากขึ้นส่งผลให้การบวมตัวลดลงหรือความทนทานต่อการบวมในตัวทำละลายดีขึ้น นั่นเอง แต่อย่างไรก็ตามเมื่อปริมาณซิลิกาจากถ้ำกลบมีปริมาณมากกว่า 10 phr ปริมาณของซิลิกาที่มากขึ้นส่งผลให้ซิลิกาเกาะกลุ่มเป็นก้อนกระจายตัวได้ไม่สม่ำเสมอส่งผลให้มีสมบัติที่แยกลง

ตารางที่ 4 อัตราส่วนการบวมในตัวทำละลาย (swelling ratio) และ ปริมาณการเกิดพันธะเชื่อมขวางระหว่างสายโซ่โมเลกุลของยางที่เกิดขึ้นในยางคั่งรูป (Crosslink density)

WRH silica (phr)	0	5	10	15
Swelling ratio (Q)	2.9053±0.0136	2.6452±0.1740	2.3944±0.1353	3.5679±0.1899
Crosslink density (1/Q)	0.3442	0.3781	0.4176	0.2803

4. สรุปผลการทดลอง

การเตรียมซิลิกาเริ่มจากการนำถ้ำกลบมาทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกจากนั้นไปเผาที่อุณหภูมิสูง เมื่อทำการวิเคราะห์ถ้ำกลบขาวที่ได้ด้วยเทคนิค XRF และ XRD พบว่า ถ้ำกลบประกอบด้วยซิลิกาถึงร้อยละ 90 และมีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐาน เมื่อพิจารณาหมู่ฟังก์ชันที่เป็นองค์ประกอบของในถ้ำกลบขาวโดย เทคนิค FTIR พบว่ามีลักษณะเหมือนกับซิลิกาเกรดการค้า เมื่อนำซิลิกาจากถ้ำกลบไปใช้เป็นสารตัวเติมในน้ำยางธรรมชาติ พบว่า การใช้ซิลิกาจากถ้ำกลบสามารถเพิ่มความแข็งของชิ้นงานที่เตรียมจากน้ำยางธรรมชาติและความทนต่อการบวมในตัวทำละลายที่ดีขึ้น เมื่อมีการเติมซิลิกาจากถ้ำกลบ ในปริมาณที่ไม่เกิน 10 phr ทั้งนี้เนื่องจากเกิดอันตรกิริยาระหว่างสารตัวเติมและเกิดพันธะเชื่อมขวางระหว่างสายโซ่โมเลกุลของยาง มีผลทำให้สายโซ่โมเลกุลยางเคลื่อนที่ได้น้อยลงและตัวทำละลายหรือโพลูอินนั้นแทรกตัวเข้าไปในสายโซ่โมเลกุลของยางได้ยากขึ้นนั่นเอง

5. กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณ โรงสีข้าวเจริญพาณิชย์ อ.กำแพงแสน จ.นครปฐม ที่ให้ความอนุเคราะห์ถ้ำกลบขาวที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ศูนย์วิจัยแห่งความเป็นเลิศทางเทคโนโลยีแก้วและวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐม ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRF และ XRD มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐมที่ได้สนับสนุนทุนวิจัย (ทุนอุดหนุนวิจัย ประจำปีงบประมาณ 2558 โครงการวิจัยบูรณาการนักศึกษาระดับปริญญาตรีและอาจารย์ฯ) ทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้

6. เอกสารอ้างอิง

- บุญญาณีช อินทรพิพัฒน์. (2555). สารตัวเติมในยางธรรมชาติจากวัสดุเหลือใช้ชีวมวล. **วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี**, 14 (1), 32-43.
- Chuayjuljit, S., Eiumnoh, S. and Potiyaraj, P. (2001). Using silica from rice husk as a reinforcing filler in natural rubber. **The Journal of Scientific Research Chulalongkorn University**. 26,127-138.
- Della, V.P., Kuhn, I. and Houtza, D. (2002). Rice husk ash as an alternate source for active silica production. **Materials Letters**. 57, 818-821.
- Ismail, H., Nasaruddin, M.N. and Rozman, H.D. (1999). The effect of multifunctional additive in white rice husk ash filled natural rubber compounds. **European Polymer Journal**. 35, 1429-1437.
- Rami, A.O. and Houssam, E.R. (2009). Synthesis and characterization by FTIR spectroscopy of silica aerogels prepared using several $\text{Si}(\text{OR})_4$ and $\text{R}'\text{Si}(\text{OR})_3$ precursors. **Journal of Molecular Structure**. 919, 140-145.
- Rattanasom, N., Saowapark, T. and Deeprasertkul, C. (2007). Reinforcement of natural rubber with silica/carbon black hybrid filler. **Polymer Testing**. 26, 369-377.