

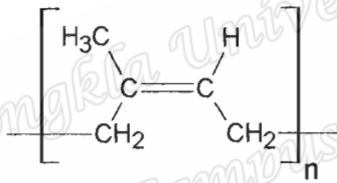
## บทที่ 3

### สารเคมี อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

#### 3.1 สารเคมี

##### 3.1.1 ยางแผ่นรมควัน (Ribbed smoke sheet, RSS#3)

ใช้สำหรับเบลนด์ร่วมกับยางรีเคลมและโพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์ เพื่อเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ได้จากการนำน้ำยางสดมาจับตัวเป็นก้อนแล้วนำไปรีดเป็นแผ่นสี่เหลี่ยม จากนั้นนำไปรมควันที่อุณหภูมิประมาณ 45-46°C มีลักษณะเป็นแผ่นสี่เหลี่ยมสีน้ำตาลเข้ม ความหนาแน่น 0.92 g/cm<sup>3</sup> ผลิตโดยชมรมสหกรณ์สวนยาง อำเภอโคกโพธิ์-แม่ลาน จังหวัดปัตตานี มีสูตรโครงสร้างแสดงดังในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 สูตรโครงสร้างของยางธรรมชาติ

##### 3.1.2 ยางรีเคลมชนิดแผ่น (Reclaimed rubber, RR)

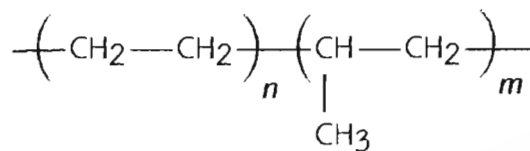
ใช้สำหรับเบลนด์ร่วมกับยางธรรมชาติและโพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์ เพื่อเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ โดยยางรีเคลมที่เลือกใช้เป็นยางรีเคลมชนิดแผ่น มีลักษณะเป็นแผ่นบางๆ ซ้อนกันหลายๆชั้นจนมีลักษณะเป็นก้อนสีดำ มีความหนาแน่น 1.10 g/cm<sup>3</sup> ผลิตโดยบริษัท ยูเนี่ยนพัฒนาจิก จำกัด จังหวัดสมุทรปราการ ประเทศไทย

##### 3.1.3 น้ำยางธรรมชาติชั้นชนิดแอมโมเนียมสูง (High ammonia concentrated natural rubber latex, HA)

ใช้สำหรับเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซด์ มีปริมาณเนื้อยางแห้ง (Dry rubber content, DRC) โดยประมาณ 60% มีปริมาณของแข็งทั้งหมดในยาง (Total solid content, TSC) 61.65% ผลิตโดยบริษัท ยะลาลาเท็กซ์ จำกัด จังหวัดยะลา ประเทศไทย

### 3.1.4 โพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์ (Propylene-ethylene copolymer, PEC)

ใช้สำหรับเบลนด์ร่วมกับยางธรรมชาติและยางรีเคลม เพื่อเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ โดยในงานวิจัยนี้ใช้โพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์เกรด Versify®3300 มีลักษณะเป็นเม็ดใส ไม่มีสี มีค่าดัชนีการไหล (Melt Flow Index, MFI) เท่ากับ 8 g/10min (230°C, 2.16 kg) ความหนาแน่นเท่ากับ 0.869 g/cm<sup>3</sup> มีปริมาณเอทิลีน (Ethylene content) 12% และมีปริมาณผลึก 11% ผลิตโดยบริษัท Dow Chemical Company ประเทศสหรัฐอเมริกา มีสูตรโครงสร้างแสดงดังในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 สูตรโครงสร้างของโพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์

### 3.1.5 กรดฟอร์มิก (Formic acid)

ใช้ร่วมกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในการเตรียมกรดเปอร์ฟอร์มิกในปฏิกิริยาการเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์ มีสถานะเป็นของเหลว สูตรโมเลกุลคือ HCOOH มีความเข้มข้น 94 %w/w น้ำหนักโมเลกุล 46.03 g/mol ความหนาแน่น 1.22 g/cm<sup>3</sup> ผลิตโดยบริษัท Riedel De Haen ประเทศเยอรมัน

### 3.1.6 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide)

ใช้ร่วมกับกรดฟอร์มิกสำหรับการเตรียมกรดเปอร์ฟอร์มิกในปฏิกิริยาการเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์ มีสถานะเป็นของเหลว สูตรโมเลกุลคือ H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> มีความเข้มข้น 50 %w/w น้ำหนักโมเลกุล 34.0 g/mol ความหนาแน่น 1.44 g/cm<sup>3</sup> ผลิตโดยบริษัท Riedel De Haen ประเทศเยอรมัน

### 3.1.7 เทอร์ริก เอ็น 30 (Terric N30)

เป็นสารลดแรงตึงผิวประเภทนอนไอออนิก (Non-ionic surfactant) ซึ่งจัดอยู่ในกลุ่มอัลคิลฟีนอลเอทอกซิเลท (Alkylphenol ethoxylate) มีลักษณะเป็นไขสีขาวขุ่น pH ประมาณ 6-8 ผลิตโดยบริษัท Huntsman ประเทศออสเตรเลีย

### 3.1.8 เมทานอล (Methanol)

ใช้จับตัวน้ำยางหลังจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน มีสถานะเป็นของเหลว สูตรโมเลกุลคือ  $\text{CH}_3\text{OH}$  น้ำหนักโมเลกุล 32.05 g/mol ความหนาแน่น 0.79 g/cm<sup>3</sup> จุดเดือด 64.7°C ผลิตโดยบริษัท J.T Baker ประเทศสหรัฐอเมริกา

### 3.1.9 กรดสเตียริก (Stearic acid)

ใช้เป็นสารกระตุ้นในการวัลคาไนซ์ด้วยระบบกำมะถัน มีสูตรโมเลกุลคือ  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$  น้ำหนักโมเลกุล 284.47 g/mol ลักษณะเป็นเกล็ดสีขาวขุ่น มีความหนาแน่น 0.85 g/cm<sup>3</sup> มีจุดหลอมเหลว 69-70°C ผลิตโดยบริษัท Imperial Chemical จำกัด ประเทศไทย

### 3.1.10 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO)

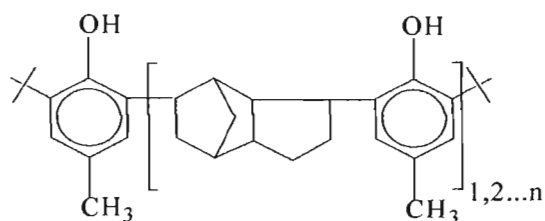
ใช้เป็นสารกระตุ้นในการวัลคาไนซ์ด้วยระบบกำมะถัน เกรดที่ใช้คือ White seal มีน้ำหนักโมเลกุล 81.41 g/mol ลักษณะเป็นผงสีขาว ความหนาแน่น 5.57 g/cm<sup>3</sup> อุณหภูมิสลายตัวที่ 1975°C ผลิตโดยบริษัท Global Chemical จำกัด ประเทศไทย

### 3.1.11 น้ำมันขาว (White oil)

เป็นน้ำมันสำหรับช่วยแปรรูป (Processing aid) โดยเป็นน้ำมันปิโตรเลียมที่องค์ประกอบส่วนใหญ่คือ สารประกอบไฮโดรคาร์บอนชนิดพาราฟินิก และแนฟทานิก เกรดที่ใช้ในงานวิจัยคือ GRADE A มีลักษณะเป็นของเหลวใส มีความหนืดที่อุณหภูมิ 40°C เท่ากับ 18.86 mm<sup>2</sup>/s ความหนาแน่นเท่ากับ 0.87 g/cm<sup>3</sup> ผลิตโดย บริษัท Maoming Fulida Chemical จำกัด ประเทศจีน

### 3.1.12 วิงสเตย์ แอล (Wingstay L<sup>®</sup>)

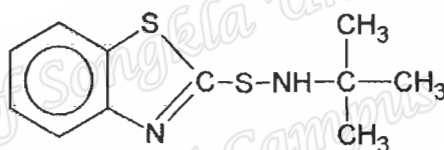
ใช้เป็นสารป้องกันการเสื่อมเนื่องจากการออกซิเดชัน (Antioxidant) จัดอยู่ในกลุ่มอนุพันธ์ของฟีนอล (Phenol derivatives) ชื่อทางเคมีคือ Polymeric sterically hindered phenol มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาวขุ่น น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย 650 g/mol มีความหนาแน่น 1.08 g/cm<sup>3</sup> มีจุดหลอมเหลว 115°C ผลิตโดยบริษัท Eliokem. Inc., ประเทศสหรัฐอเมริกา มีสูตรโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 โครงสร้างโมเลกุลของวีสเตย์ แอล

### 3.1.13 เอ็น เทอเทียร์ บิวทิล-2-เบนโซไทอาซิด ซัลฟีนามาไมด์ (*N*-tert-butyl-2-benzothiazyl sulphenamide, TBBS)

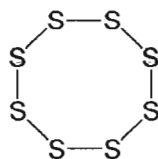
ใช้เป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ด้วยระบบกำมะถัน จัดอยู่ในกลุ่มของซัลฟีนามาไมด์ มีสูตรโมเลกุล C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub> น้ำหนักโมเลกุล 238.37 g/mol มีจุดหลอมเหลว 105°C ผลิตโดยบริษัท Flexsys America L.P. ประเทศสหรัฐอเมริกา มีสูตรโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 โครงสร้างโมเลกุลของเอ็น เทอเทียร์ บิวทิล-2-เบนโซไทอาซิด ซัลฟีนามาไมด์

### 3.1.14 กำมะถัน (Sulphur)

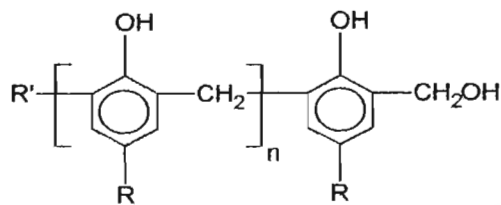
ใช้เป็นสารวัลคาไนซ์ มีสูตรโมเลกุลคือ S<sub>8</sub> ลักษณะเป็นผงสีเหลือง มีจุดหลอมเหลว 115.21°C ผลิตโดยบริษัท Siam Chemical จำกัด ประเทศไทย มีสูตรโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 โครงสร้างโมเลกุลของกำมะถัน

### 3.1.15 ไฮดรอกซีเมทิลลอลฟีนอลิกเรซิน (Hydroxymethylol phenolic resin, HR-10518)

ใช้เป็นสารดัดแปรสำหรับยางรีเคลมเพื่อเพิ่มความเข้ากันได้ระหว่างเฟส เป็นสารเคมีในกลุ่มฟีนอลิกเรซินที่มีหมู่เมทิลลอล( $\text{CH}_2\text{OH}$ ) อยู่ในช่วง 6-9% ลักษณะเป็นของแข็งสีเหลืองอำพัน ช่วงจุดหลอมเหลวอยู่ระหว่าง  $60\text{-}70^\circ\text{C}$  มีความถ่วงจำเพาะ 1.05 ผลิตโดยบริษัท Schenectady International Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา มีสูตรโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 3.6



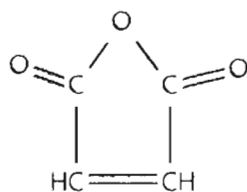
รูปที่ 3.6 โครงสร้างโมเลกุลของไฮดรอกซีเมทิลลอลฟีนอลิกเรซิน

### 3.1.16 สแตนนัสคลอไรด์ไดไฮเดรต (Stannous chloride dihydrate)

ใช้เป็นสารเร่งปฏิกิริยาสำหรับฟีนอลิกเรซินเพื่อดัดแปรยางรีเคลมสำหรับเพิ่มความเข้ากันได้ มีสูตรโมเลกุลคือ  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  มีน้ำหนักโมเลกุล 226.63 g/mol ความหนาแน่น  $2.71 \text{ g/cm}^3$  และมีจุดหลอมเหลว  $37\text{-}38^\circ\text{C}$  ผลิตโดยบริษัท Carlo Erba Reagent ประเทศฝรั่งเศส

### 3.1.17 มาลิกแอนไฮไดรด์ (Maleic anhydride, $\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_3$ )

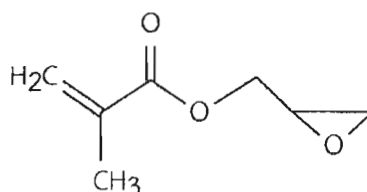
ใช้เป็นสารดัดแปรสำหรับยางรีเคลมเพื่อเพิ่มความเข้ากันได้ระหว่างเฟส เกรดที่ใช้ในงานวิจัยเป็นเกรดวิเคราะห์ (AR-grade) มีความบริสุทธิ์ 99.0% มีลักษณะเป็นเม็ดสีขาวขุ่น น้ำหนักโมเลกุล 98.06 g/mol ความหนาแน่น  $1.48 \text{ g/cm}^3$  ผลิตโดยบริษัท Fluka chemical ประเทศสวิตเซอร์แลนด์ มีสูตรโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 โครงสร้างโมเลกุลมาลิกแอนไฮไดรด์

### 3.1.18 ไกลซิดิลเมทาคริเลต (Glycidyl methacrylate, $C_7H_{10}O_3$ )

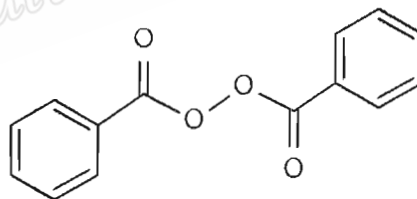
ใช้เป็นสารดัดแปรสำหรับยางรีเคลมเพื่อเพิ่มความเข้ากันได้ระหว่างเฟส เกรดที่ใช้ในงานวิจัยเป็นเกรดวิเคราะห์ (AR-grade) มีความบริสุทธิ์ 97.0% มีลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี น้ำหนักโมเลกุล 142.15 g/mol และมีความหนาแน่น 1.07 g/cm<sup>3</sup> ผลิตโดยบริษัท Sigma Aldrich chemistry ประเทศญี่ปุ่น มีสูตรโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 โครงสร้างโมเลกุลไกลซิดิลเมทาคริเลต

### 3.1.19 เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (Benzoyl peroxide, $C_{14}H_{10}O_4$ )

ใช้เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาสำหรับมาลิกแอนไฮไดรด์และไกลซิดิลเมทาคริเลตเพื่อดัดแปรยางรีเคลมสำหรับเพิ่มความเข้ากันได้ เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ใช้ในการทดลองมีความบริสุทธิ์ 98.0% ความหนาแน่น 1.33 g/cm<sup>3</sup> ผลิตโดย Fluka chemical Co., Ltd มีสูตรโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 โครงสร้างโมเลกุลเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์

### 3.1.20 อะซิโตน (Acetone)

ใช้เป็นตัวทำละลายในการสกัดยางรีเคลมเพื่อหาปริมาณส่วนที่สามารถละลายได้มีลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี มีสูตรโมเลกุล คือ  $C_3H_6O$  มีจุดเดือดที่ 56.53°C ผลิตโดยบริษัท Labscan Asia จำกัด ประเทศไทย



### 3.1.21 เตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran; THF)

ใช้เป็นตัวทำละลายในการสกัดยางรีเคลมเพื่อหาปริมาณส่วนที่สามารถละลายได้ มีสูตรโมเลกุลคือ  $C_4H_8O$  มีลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี มีจุดเดือดเท่ากับ  $66^{\circ}C$  ผลิตโดยบริษัท Labscan Asia จำกัด ประเทศไทย

### 3.1.22 โทลูอิน (Toluene)

ใช้เป็นตัวทำละลายสำหรับทดสอบปริมาณพันธะเชื่อมขวางในยางรีเคลม มีสูตรโมเลกุลคือ  $C_6H_5(CH_3)$  ลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี น้ำหนักโมเลกุล  $92.14 \text{ g/mol}$  ความหนาแน่นเท่ากับ  $0.87 \text{ g/cm}^3$  มีค่าพารามิเตอร์การละลายเท่ากับ  $8.9 \text{ cal}^{-1/2} \cdot \text{cm}^{-3/2}$  มีความบริสุทธิ์ 99.5% มีจุดเดือดเท่ากับ  $110.6^{\circ}C$  ผลิตโดยบริษัท Labscan Asia จำกัด ประเทศไทย

### 3.1.23 ไกลีน (Xylene)

ใช้เป็นตัวทำละลายในการสกัดเฟสของโพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์ เพื่อเตรียมตัวอย่างในการทดสอบสัณฐานวิทยา มีสูตรโมเลกุล  $C_8H_{10}$  จุดเดือด  $138.5^{\circ}C$  ความหนาแน่น  $0.864 \text{ g/cm}^3$  ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific, Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา

## 3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

### 3.2.1 ชุดสกัดด้วยตัวทำละลายโดยวิธี Soxhlet extraction

ชุดสกัดประกอบด้วยเครื่องมือสกัดแบบซ็อกเล็ต (Soxhlet extractor) ขวดก้นกลม (Round bottle flask) คอนเดนเซอร์แบบไส้กระเปาะ (Condenser allihn) และตัวให้ความร้อน (Heating mantle) โดยใช้ในการสกัดยางรีเคลมเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณส่วนที่สามารถละลายได้

### 3.2.2 เครื่องทดสอบการสลายตัวด้วยความร้อน (Thermogravimetric analyzer, TGA)

ใช้ในการวิเคราะห์ความเสถียรต่อความร้อน โดยศึกษาหาอุณหภูมิในการสลายตัวและเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักที่หายไปของชิ้นตัวอย่าง สามารถทดสอบได้ตั้งแต่อุณหภูมิ 30 ถึง  $750^{\circ}C$  ภายใต้สภาวะก๊าซออกซิเจนและก๊าซไนโตรเจน โดยสภาวะบรรยากาศออกซิเจน เป็นการสลายตัวจากปฏิกิริยาออกซิเดชันภายใต้ความร้อน (Thermo-oxidative degradation) ส่วนสภาวะบรรยากาศไนโตรเจน เป็นการสลายตัวที่มีผลมาจากความร้อน (Thermal degradation) โดยใช้เครื่องรุ่น STA 6000 ผลิตโดย บริษัท Perkin Elmer Co., Ltd ประเทศสหรัฐอเมริกา

### 3.2.3 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrophotometer, FTIR)

ใช้สำหรับวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของยางรีไซเคิล ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ และสารเพิ่มความเข้ากันได้ มีช่วงรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าอินฟราเรดที่มีความยาวคลื่นตั้งแต่ 0.8-200 ไมโครเมตร ซึ่งมีช่วงเลขคลื่นตั้งแต่  $4000-400\text{ cm}^{-1}$  สำหรับการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีโดยใช้เทคนิค Attenuated Total Reflectance Spectroscopy (ATR) และเทคนิค Infrared spectroscopy (IR) เป็นเครื่องรุ่น Tensor27/Hyperion ผลิตโดยบริษัท Bruker ประเทศเยอรมัน

### 3.2.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

ใช้ในการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา โครงสร้างระดับจุลภาค โดยมีกำลังขยายสูงสุด 300,000 เท่า ส่วนประกอบของเครื่องประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun) ระบบเลนส์ (Electromagnetic lens) หัวดักจับสัญญาณ (Signal detector) และส่วนแสดงภาพ จอคอมพิวเตอร์ เป็นเครื่องยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5800 ผลิตโดยบริษัท Philips Co., Ltd ประเทศเนเธอร์แลนด์

### 3.2.5 เครื่องมูนวีวิสโคมิเตอร์ (Mooney viscometer)

ใช้ในการทดสอบค่าความหนืดมูนนี่ของยางธรรมชาติ และยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ประกอบด้วยแผ่นโลหะที่หมุนในยาง สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ วัดแรงบิดที่เกิดขึ้นในการหมุนของแผ่นโลหะในยางด้วยความเร็วคงที่ 2 รอบต่อนาที เป็นเครื่องรุ่น VISCAL ผลิตโดย Tech Pro Co., Ltd ประเทศสหรัฐอเมริกา

### 3.2.6 เครื่องผสมแบบปิดชนิดบราเบนเดอร์ พลาสติกอร์เตอร์ (Brabender plasticorder)

เป็นเครื่องผสมแบบปิดขนาดเล็ก รุ่น mixer 50EHT 3Z ประกอบด้วยโรเตอร์ 2 ตัวมีปริมาตรความจุของห้องผสม  $50\text{ cm}^3$  สามารถควบคุมความเร็วโรเตอร์ และอุณหภูมิขณะผสมได้ อุปกรณ์หลักประกอบด้วย ห้องผสม และชุดให้ความร้อนแบบใช้ไฟฟ้าเพื่อควบคุมอุณหภูมิผสมด้วยตัวควบคุมอุณหภูมิ (Thermostat) โดยตัวเครื่องจะเชื่อมต่อกับเครื่องรับสัญญาณข้อมูล (Data acquisition system) เพื่อวัดค่าทอร์กและอุณหภูมิของการผสม ซึ่งเครื่องบราเบนเดอร์จัดเป็นอุปกรณ์ประเภท Torque Rheometer โดยเครื่องจะบันทึกกราฟที่แสดงลักษณะตามการเปลี่ยนแปลงขณะการผสมที่สำคัญ คือกราฟระหว่างค่าทอร์กกับเวลาและกราฟระหว่างอุณหภูมิกับเวลา ผลิตโดยบริษัท Brabender® GmbH & Co. KG ประเทศเยอรมัน



### 3.2.7 เครื่องผสมสองลูกกลิ้ง (Two roll mill)

เป็นเครื่องมือที่ใช้สำหรับการบดผสมยางกับสารเคมี ในงานวิจัยใช้เพื่อรีดยางคอมพาวนด์และเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ให้เป็นแผ่นหลังจากผสมจากเครื่องผสมแบบปิด ประกอบด้วยลูกกลิ้งที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 นิ้ว ความยาว 14 นิ้ว ความเร็วผิวลูกกลิ้งหน้า 21.4 รอบต่อนาที ความเร็วผิวลูกกลิ้งหลัง 25.7 รอบต่อนาที อัตราความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง (Friction ratio) เท่ากับ 1/1.21 สามารถปรับอุณหภูมิสูงสุดที่ 399°C ผลิตโดย ห้างหุ้นส่วนจำกัด ชัยเจริญการช่าง จังหวัดกรุงเทพมหานคร ประเทศไทย

### 3.2.8 เครื่องรีโอมิเตอร์แบบค้ายเคลื่อนที่ (Moving die rheometer, Mini-MDR)

เป็นเครื่องมือที่ใช้สำหรับทดสอบพฤติกรรมการวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวด์รุ่น Mini-MDR โดยค่าที่ทดสอบได้คือ เวลาในการไหลของยาง (Scorch time) เวลาในการวัลคาไนซ์ (Cure time) ค่าแรงบิดสูงสุด ค่าแรงบิดต่ำสุด และผลต่างของค่าแรงบิดสูงสุดและแรงบิดต่ำสุด ผลิตโดยบริษัท Prescott Instruments Ltd ประเทศอังกฤษ

### 3.2.9 เครื่องอัดเข้า (Compression moulding machine)

เครื่องอัดเข้าแบบมีระบบหล่อเย็นรุ่น PR2D-W300L350-PM-WCL-HMI เป็นเครื่องอัดขึ้นรูปในแม่พิมพ์ โดยการกดอัดเข้าด้วยระบบไฮดรอลิก ตัวเครื่องประกอบด้วยแผ่นให้ความร้อนที่มีขนาดเท่ากับ 300 x 350 mm จำนวน 2 แผ่น ซึ่งแต่ละแผ่นตั้งอุณหภูมิได้ถึง 300°C สำหรับแผ่นอัดล่างสามารถลดอุณหภูมิด้วยระบบน้ำหล่อเย็น ผลิตโดยบริษัท เจริญทัศน์ จำกัด จังหวัดสมุทรปราการ ประเทศไทย

### 3.2.10 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล (Tensile testing machine)

เป็นเครื่องที่ใช้ทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงและความต้านทานต่อการฉีกขาด ยี่ห้อ Hounsfield รุ่น H 10KS สามารถรับแรงได้สูงสุด 10 kN มี load cell ทำหน้าที่แปลงสัญญาณจากค่าแรงที่วัดได้ผ่านวงจรรีเลย์ทรอนิกส์ เป็นค่าแรงดึงหรือแรงกดในหน่วยนิวตัน สามารถตั้งความเร็วในการเคลื่อนที่ 0.01 ถึง 1,000 mm/min ผลิตโดยบริษัท Hounsfield Test Equipment ประเทศอังกฤษ

### 3.2.11 เครื่องทดสอบความแข็ง (Digital Hardness Tester)

เป็นเครื่องวัดความแข็งดิจิตอล แบบชอร์ดูโรมิเตอร์ (Shore durometer) ใช้วัดความแข็งขึ้นทดสอบ โดยใช้แรงกดจากสปริง ผลิตโดยบริษัท Toyosetki Co., Ltd ประเทศญี่ปุ่น

### 3.2.12 เครื่องทดสอบสมบัติการไหล (Capillary rheometer)

ใช้ในการทดสอบสมบัติการไหลของพอลิเมอร์ ประกอบด้วยบาร์เรล 2 ตัว มีความยาวตลอดแนวของกระบอก ส่วนปลายกระบอกจะมีร่องเกลียวที่สามารถติดตั้งหัวตายได้ ความเร็วในการอัดกระบอกสูบอยู่ในช่วง 0.0001 – 40 mm/s สามารถปรับเปลี่ยนอุณหภูมิได้ตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 400°C สามารถปรับความดันได้ตั้งแต่ 20 ถึง 2,000 bar เครื่องที่ใช้คือ Goettfert รุ่น RG 20 ผลิตโดยบริษัท Goettfert Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา

### 3.2.13 เครื่องทดสอบความสามารถในการแปรรูป (Moving die processability, MDpt)

เป็นเครื่องที่ใช้ทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัต สามารถปรับอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 50-220°C แปรความถี่ได้ตั้งแต่ 0.02-30 Hz สามารถทดสอบหาค่ามอดุลัสสะสม ( $G'$ ) มอดุลัสสูญเสีย ( $G''$ ) แทนเจนต์สูญเสีย ( $\tan \delta$ ) และค่าความหนืดเชิงซ้อน ( $\eta^*$ ) ได้ เป็นเครื่องรุ่น Rheo Tech MDpt ผลิตโดยบริษัท Tech Pro Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา

## 3.3 วิธีการทดลอง

### 3.3.1 การศึกษาสมบัติเบื้องต้นของยางรีเคลม

► การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของยางรีเคลมด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี โดยใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier-transform infrared spectrophotometer, FT-IR) โดยนำยางรีเคลมแผ่นบางๆ ไปอบที่อุณหภูมิ 40°C 24 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้น จากนั้นนำไปวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของยางรีเคลมด้วยเทคนิค Attenuated Total Reflectance Spectroscopy (ATR) ในช่วงความยาวคลื่น 4000-400  $\text{cm}^{-1}$

► การวิเคราะห์องค์ประกอบของยางรีเคลมด้วยเครื่องวิเคราะห์การสลายตัวเนื่องจากความร้อน (Thermogravimetric analyzer, TGA) ในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 750°C ที่อัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิเท่ากับ 10°C/min ใช้ตัวอย่างหนักประมาณ 8-12 mg ทดสอบในบรรยากาศไนโตรเจนและออกซิเจนโดยใช้อัตราการไหลของไนโตรเจนและออกซิเจนเท่ากับ 20 มิลลิลิตร/นาที

► การวิเคราะห์ปริมาณโซลเจล (Sol-gel fraction) ของยางรีเคลมด้วยวิธีสกัดด้วยซอกซ์เลต (Soxhlet extraction) ทำการทดสอบโดยนำชิ้นทดสอบยางรีเคลมมาชั่งน้ำหนักละเอียด 0.0001 g ใส่ในตะแกรงที่พับเป็นกลอง นำไปสกัดด้วยตัวทำละลายอะซีโตน (Acetone) เป็นเวลา 72 ชั่วโมง จากนั้นจึงเปลี่ยนตัวทำละลายเป็นเตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran, THF) และทำการสกัดต่อเนื่องอีก 72 ชั่วโมง จากนั้นนำตัวอย่างมาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 40°C แล้วนำมาชั่งน้ำหนักหลัง

สกัด คำนวณหาปริมาณโซลเจลโดยใช้น้ำหนักตัวอย่างก่อนและหลังการสกัด ตั้งความสัมพันธ์ในสมการที่ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ

$$\text{Sol fraction} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \quad (3.1)$$

$$\text{Gel fraction} = 1 - \text{Sol fraction} \quad (3.2)$$

โดยที่  $W_1$  คือ น้ำหนักของยางรีเคลมเริ่มต้น และ  $W_2$  คือ น้ำหนักของยางรีเคลมหลังการสกัด

► การหาความหนาแน่นพันธะเชื่อมขวางในยางรีเคลมด้วยวิธีการบวมพอง (Swelling) โดยใช้สมการ Flory-Rehner equation ในการหาปริมาณพันธะเชื่อมขวางในยางรีเคลม นำชิ้นทดสอบที่สกัดส่วนที่สามารถละลายได้เหลือเฉพาะส่วนที่ไม่ละลาย (Gel fraction) จากการทดลองในหัวข้อการวิเคราะห์ปริมาณโซลเจล มาแช่ในโทลูอีน เป็นเวลา 72 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้องแล้วชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบ โดยใช้กระดาษชั่งมาชั่งก่อนนำไปชั่งน้ำหนัก คำนวณปริมาณพันธะเชื่อมขวางโดยใช้สมการของ Flory-Rehner ดังสมการ 3.3 และ 3.4 ดังนี้

$$v_e = \frac{V_r + xV_r^2 + \ln(1-V_r)}{V_s(0.5V_r - V_r^{1/3})} \quad (3.3)$$

$$V_r = \frac{m_r}{m_r + m_s (p_r/p_s)} \quad (3.4)$$

โดยที่

$v_e$  = crosslink density per unit volume

$V_r$  = polymer volume fraction of the swollen sample

$V_s$  = solvent molar volume

$m_r$  = mass of the rubber network

$m_s$  = weight of solvent in the sample at equilibrium swelling

$p_r$  = density of the rubber

$p_s$  = density of solvent

$x$  = Flory-Huggins polymer-solvent interaction parameter

ปริมาณพันธะเชื่อมขวางที่คำนวณโดยใช้สมการของ Flory-Rehner จากสมการ 3.3 และ 3.4 นิยมใช้ในการคำนวณปริมาณพันธะเชื่อมขวางของยางที่ไม่ใช้สารตัวเติมเท่านั้น ดังนั้นสำหรับยางที่ใช้สารตัวเติมจึงจำเป็นต้องคำนวณเพิ่มเติมโดยใช้การคำนวณแก้ไขของ Kraus (Kraus correction) โดยการคำนวณจะเพิ่มค่าคงที่ต่างๆ ที่เกี่ยวข้องกับชนิดและปริมาณสารตัวเติมที่มีอยู่ในยางนั้น ดังสมการ 3.5 และ 3.6

$$V_{actual} = \frac{V_{apparent}}{1 + K + \phi} \quad (3.5)$$

$$\phi = \frac{\text{Weight fraction of filler} \times \text{Density of compound} \times W_b}{\text{Density of filler} \times W_a} \quad (3.6)$$

โดยที่

$V_{actual}$  = the actual chemical crosslink density

$V_{apparent}$  = the measured chemical crosslink density

$K$  = a constant for a given filler

$\phi$  = the volume fraction of filler in the specimen which is calculate

$W_b$  = the weight of the specimen before extraction

$W_a$  = the weight of the specimen after extraction

► การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของยางรีเคลม โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) นำยางรีเคลมมาเคลือบผิวด้วยทองคำก่อนการทดสอบและใช้โหมด SEI (Secondary electron image) ในการบันทึกภาพ โดยทดสอบที่ กำลังขยาย 200, 500 และ 1,000 เท่า

### 3.3.2 การศึกษาอิทธิพลของชนิดสารดัดแปรต่อสมบัติของยางวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ยางธรรมชาติและยางรีเคลม

เตรียมคอมพาวนด์จากการเบลนด์ยางธรรมชาติและยางรีเคลม โดยแปรชนิดของสารดัดแปร 3 ชนิดคือ ฟีนอลิกเรซิน (Phenolic resin, Ph) มาลิกแอนไฮไดรด์ (Maleic anhydride, MA) และ ไกลซิดีลเมทาคริเลต (Glycidyl methacrylate, GM) โดยใช้สารเคมีดังแสดงในตารางที่ 3.1

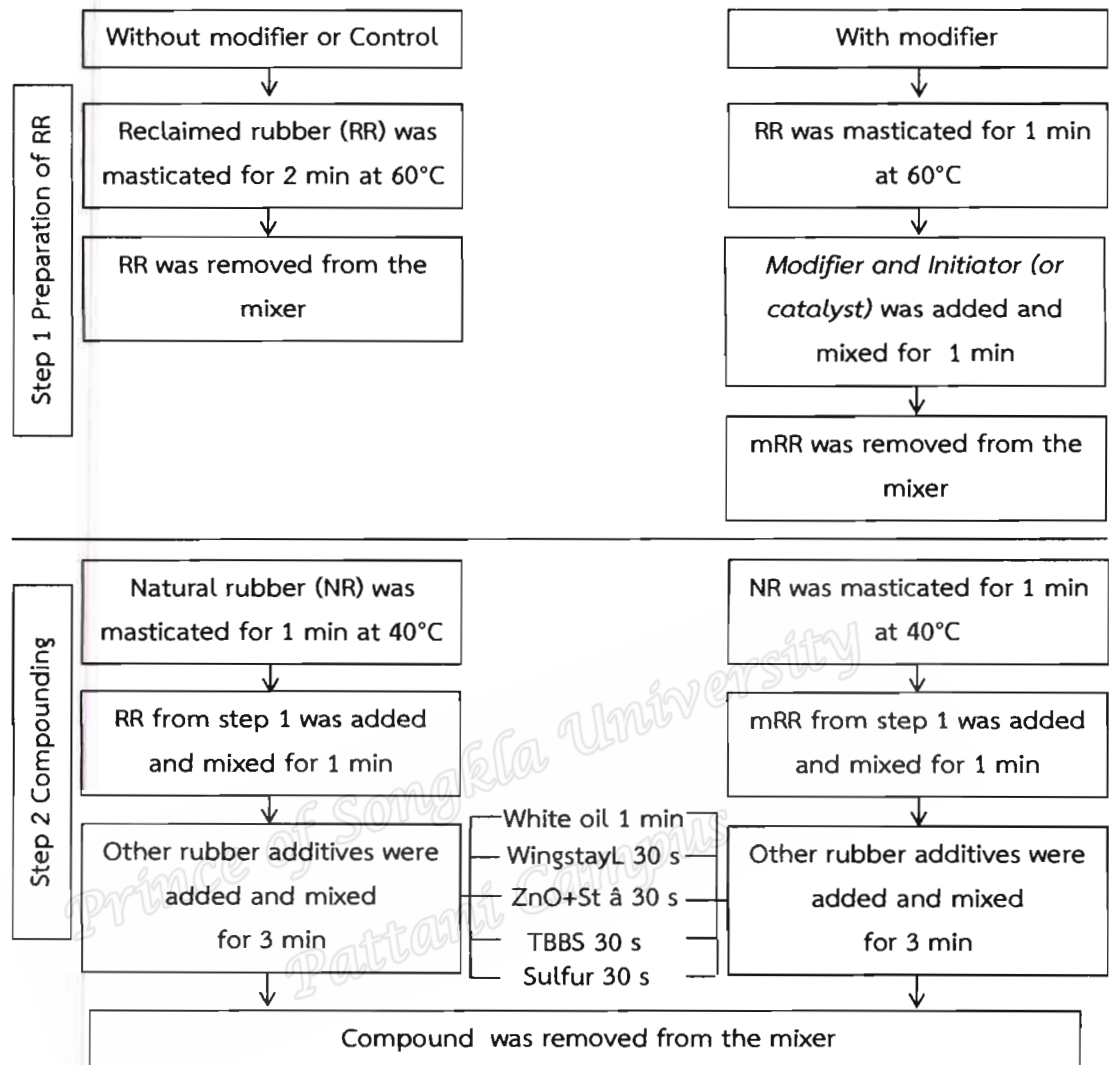
ทำการผสมยางคอมพาวนด์จากการเบลนดอย่างธรรมชาติและยางรีเคลมที่อัตราส่วนการเบลนด 50/50 ส่วนโดยน้ำหนักของเนื้อยาง โดยใช้เครื่องผสมแบบปิด อุณหภูมิการผสมเริ่มต้น 40°C ความเร็วรอบโรเตอร์ 60 รอบต่อนาที fill factor เท่ากับ 0.8 ของปริมาตรความจุห้องผสม โดยขั้นตอนการเตรียมคอมพาวนด์แสดงดังรูปที่ 3.10 จากนั้นนำยางคอมพาวนด์ออกมาบดด้วยเครื่องผสมสองลูกกลิ้ง (Two roll mill) เพื่อเพิ่มการกระจายตัวของสารเคมี โดยนำยางมาผ่านลูกกลิ้ง 10 ครั้ง จากนั้นปรับความหนาและรีดอย่างเป็นแผ่นยางให้เหมาะสม พักยางทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำไปทดสอบหาลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางด้วยเครื่อง Mini-MDR ที่อุณหภูมิ 150°C จากนั้นนำไปเตรียมชิ้นทดสอบด้วยวิธีการอัดเข้า และนำยางวัลคาไนซ์ที่ได้ไปทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืดจนขาด ความแข็ง การผิดรูปถาวรแบบดึง และความต้านทานต่อการบ่มเร่ง

ตารางที่ 3.1 สูตรการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์เมื่อแปรชนิดสารตัดแปร

Ingredients	Quantity (phr)			
	Control	Ph	MA	GM
Natural rubber, NR	50	50	50	50
Reclaimed rubber, RR*	90	90	90	90
Phenolic resin	-	5	-	-
Maleic anhydride	-	-	5	-
Glycidyl methacrylate	-	-	-	5
Stannous chloride	-	1	-	-
Benzoyl peroxide	-	-	1	1
White oil	5	5	5	5
Stearic acid	1	1	1	1
ZnO	5	5	5	5
Wingstay L	1	1	1	1
TBBS	0.8	0.8	0.8	0.8
Sulfur	4	4	4	4

หมายเหตุ: \*ยางรีเคลมมีปริมาณเนื้อยาง 55%





รูปที่ 3.10 ลำดับขั้นตอนการเตรียมคอมพาวนด์โดยใช้เครื่องผสมแบบปิด

### 3.3.3 การศึกษาอิทธิพลของวิธีการผสมสารดัดแปรต่อสมบัติของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติ ยางรีเคลม และโพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์

จากการศึกษาอิทธิพลของชนิดสารดัดแปรในหัวข้อที่ 3.3.1 เลือกใช้สารดัดแปรชนิดฟีนอลิกเรซิน เพื่อนำมาศึกษาอิทธิพลของวิธีการผสมสารดัดแปร 2 วิธี ได้แก่ วิธีที่ 1. วิธีการดัดแปรพื้นผิวของยางรีเคลมในสภาวะหลอม (Melt mixing method) และ วิธีที่ 2. วิธีการเบลนด์แบบรีแอคทีฟ (Reactive blending method) วิธีการทดลองแสดงในหัวข้อที่ 3.3.3.1 และ 3.3.3.2 ตามลำดับ โดยจะนำมาเปรียบเทียบกับเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ไม่ใส่สารดัดแปร (Without modifier)



### 3.3.3.1 วิธีการตัดแปรพื้นผิวของยางรีเคลมในสภาวะหลอม (Melt mixing method)

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ยางธรรมชาติ ยางรีเคลม และ โพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์ ซึ่งสารเคมีที่ใช้ในการทดลองแสดงในตารางที่ 3.2 และมีขั้นตอนการผสม แสดงดังรูปที่ 3.11 โดยขั้นตอนที่ 1 นำยางรีเคลมไปบดผสมกับสารตัดแปรชนิดฟีนอลิกเรซินด้วย เครื่องบราเวนเดอร์พลาสติกคอคเตอร์ที่อุณหภูมิ 60°C ความเร็วรอบโรเตอร์ 60 รอบต่อนาที fill factor 0.8 ของปริมาตรความจุห้องผสม เป็นเวลารวม 2 นาที ขั้นตอนที่ 2 นำยางรีเคลมจากขั้นตอนที่ 1 มาเบลนด์กับยางธรรมชาติและสารเคมียางเพื่อเตรียมยางคอมพาวนด์ โดยบดผสมที่อุณหภูมิ 40°C ใช้สภาวะการผสมอื่นๆเช่นเดียวกับข้างต้น จากนั้นนำยางคอมพาวนด์มาบดผสมด้วยเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้ง และพักยางทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำยางคอมพาวนด์ที่ได้มาเบลนด์กับโพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์เพื่อเตรียมเป็นเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ โดยใช้อัตราส่วนการเบลนด์ของ NR/RR/PEC เท่ากับ 30/30/40 ส่วนโดยน้ำหนัก การผสมใช้เครื่องบราเวนเดอร์พลาสติกคอคเตอร์ที่อุณหภูมิ 155°C ขณะที่สภาวะการผสมยังคงเดิม จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้มารีดเป็นแผ่นด้วยเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้ง นำไปขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดเบ้าที่อุณหภูมิ 165°C แล้วทำการหล่อเย็นภายใต้ความดันเพื่อให้เกิดการคงรูป ก่อนนำไปเตรียมเป็นชิ้นตัวอย่างสำหรับทดสอบสมบัติเชิงกล ก่อนและหลังบ่มแรง สมบัติการไหล สมบัติเชิงกลพลวัต และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

### 3.3.3.2 วิธีการเบลนด์แบบรีแอคทีฟ (Reactive blending method)

การเตรียมแบบรีแอคทีฟ จะใช้สารเคมีและขั้นตอนการเตรียมเหมือนกับหัวข้อที่ 3.3.3.1 แต่จะเปลี่ยนลำดับขั้นตอนในการใส่ฟีนอลิกเรซิน โดยวิธีเบลนด์แบบรีแอคทีฟจะใส่ฟีนอลิกเรซินในขั้นตอนการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ดังแสดงในรูปที่ 3.11

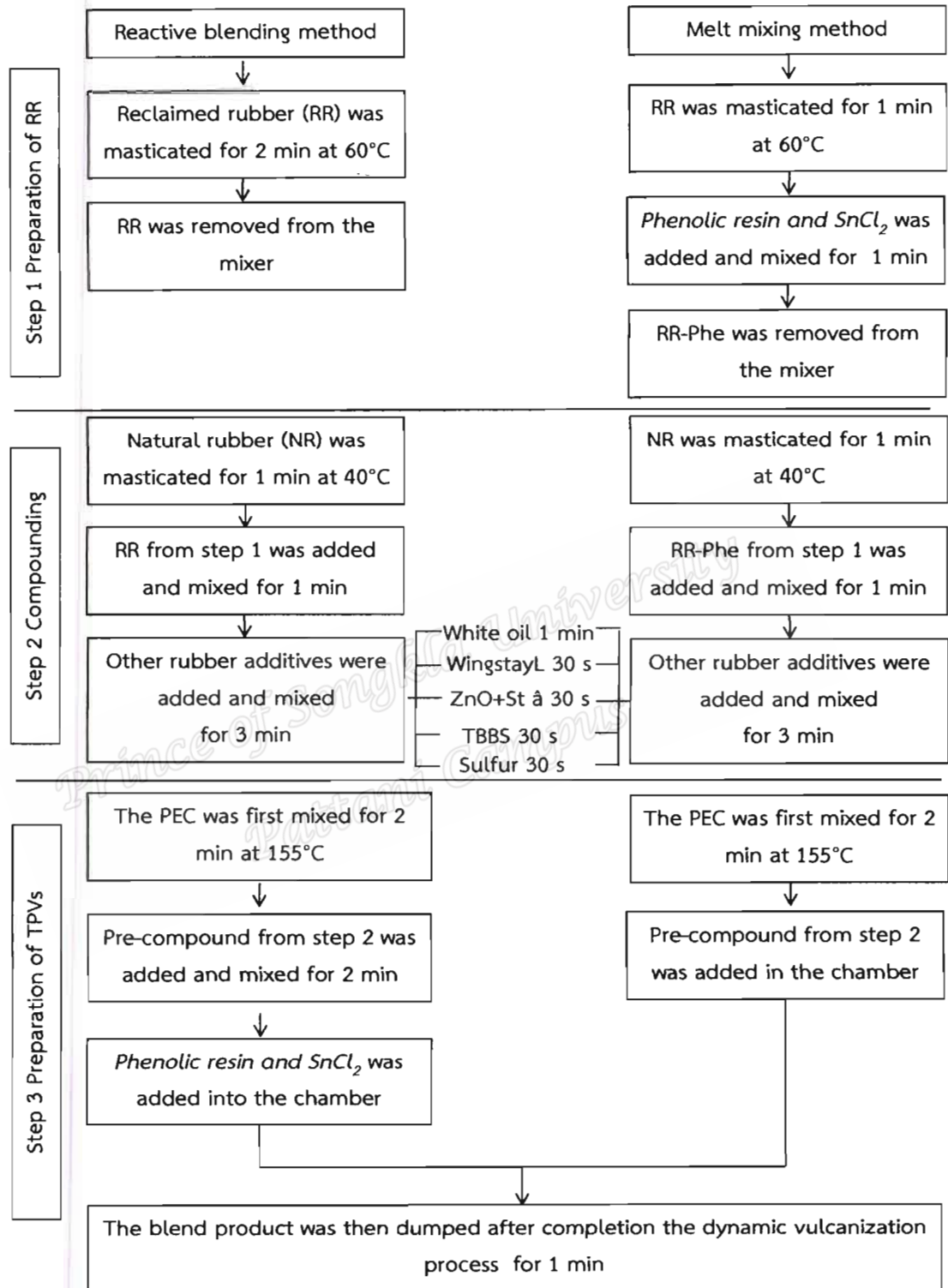
ตารางที่ 3.2 สูตรการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

Ingredients	Quantity (phr)
Natural rubber, NR	50
Reclaimed rubber, RR*	90
Phenolic resin	5
Stannous chloride	1
Propylene-ethylene copolymer, PEC**	67
White oil	5
Stearic acid	1
ZnO	5
Wingstay L	1
TBBS	0.8
Sulfur	4

หมายเหตุ: \*ยางรีเคลมมีปริมาณเนื้อยาง 55%

\*\*สัดส่วน NR/RR/PEC คิดเป็น 30/30/40 ส่วนโดยน้ำหนัก

Prince of Songkhla University  
Pattani Campus



รูปที่ 3.11 ลำดับขั้นตอนการผสมวิธี Reactive blending method และ Melt mixing method

### 3.3.4 การศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารตัดแปรต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ระหว่าง NR/RR/PEC

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ โดยใช้อัตราส่วนการเบลนด์ของ NR/RR/PEC เท่ากับ 30/30/40 ส่วนโดยน้ำหนัก ใช้วิธีการผสมแบบ Melt mixing method ตามหัวข้อที่ 3.3.3.1 โดยใช้เครื่องบราเบนเดอร์พลาสติกคอคเตอร์ขนาดห้องผสม 55 cm<sup>3</sup> ที่อุณหภูมิ 60, 40 และ 155°C เพื่อเตรียมยางรีเคลมผสมกับสารตัดแปรชนิดฟีนอลิกเรซิน ยางคอมพาวนด์ และเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ตามลำดับ ความเร็วโรเตอร์ 60 รอบต่อนาที ใช้ Fill factor 0.8 ของปริมาตรความจุห้องผสม โดยแปรปริมาณฟีนอลิกเรซินที่ 0, 3, 5, 7 และ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเนื้อยางทั้งหมด กำหนดปริมาณของสแตนท์สโคลอไรด์คงที่ที่ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเนื้อยางทั้งหมด สารเคมีที่ใช้แสดงในตารางที่ 3.2 และขั้นตอนการผสมแสดงในรูปที่ 3.11 จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้ไปเตรียมเป็นชิ้นทดสอบเพื่อทดสอบสมบัติเชิงกลก่อนและหลังการบ่มแรง สมบัติเชิงกลพลวัต สมบัติการไหล และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

### 3.3.5 การศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนการเบลนด์ต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ระหว่าง NR/RR/PEC

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ โดยแปรอัตราส่วนการเบลนด์ของ NR/RR/PEC เท่ากับ 60/0/40, 45/15/40, 30/30/40, 15/45/40 และ 0/60/40 ส่วนโดยน้ำหนัก ใช้วิธีการผสมแบบ Melt mixing method ตามหัวข้อที่ 3.3.3.1 โดยใช้เครื่องบราเบนเดอร์พลาสติกคอคเตอร์ขนาดห้องผสม 55 cm<sup>3</sup> ที่อุณหภูมิ 60, 40 และ 155°C เพื่อเตรียมยางรีเคลมผสมกับสารตัดแปรชนิดฟีนอลิกเรซิน ยางคอมพาวนด์ และเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ตามลำดับ ความเร็วโรเตอร์ 60 รอบต่อนาที ใช้ Fill factor 0.8 ของปริมาตรความจุห้องผสม สารเคมีที่ใช้แสดงในตารางที่ 3.3 และขั้นตอนการผสมแสดงในรูปที่ 3.11 จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้ไปเตรียมเป็นชิ้นทดสอบเพื่อทดสอบสมบัติเชิงกลก่อนและหลังการบ่มแรง สมบัติเชิงกลพลวัต สมบัติการไหล และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

ตารางที่ 3.3 สูตรการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ในการศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนการเบลนด์

Ingredients	Quantity (phr)				
	60/0/40	45/15/40	30/30/40	15/45/40	0/60/40
NR	100	75	50	25	-
RR*	-	45	90	135	180
PEC	67	67	67	67	67
Phenolic resin	10	10	10	10	10
Stannous chloride	1	1	1	1	1
White oil	5	5	5	5	5
Stearic acid	1	1	1	1	1
ZnO	5	5	5	5	5
Wingstay L	1	1	1	1	1
TBBS	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
Sulfur	4	4	4	4	4

หมายเหตุ: \*ยางรีเคลมมีปริมาณเนื้อยาง 55%

3.3.6 การศึกษาผลของการใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิดกราฟต์โคพอลิเมอร์ของโพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์กับฟีนอลิกเรซิน (Propylene-ethylene copolymer grafted phenolic resin, PEC-g-Ph) ร่วมกับวิธีการปรับปรุงความเข้ากันได้โดยใช้สารตัดแปรต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ระหว่าง NR/RR/PEC

3.3.6.1 การเตรียมกราฟต์โคพอลิเมอร์ของโพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์กับฟีนอลิกเรซิน (PEC-g-Ph)

เตรียม PEC-g-Ph โดยนำโพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์ไปอบที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้น ชั่งโพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์ที่อบแล้วปริมาณ 100 ส่วนโดยน้ำหนัก โดยใช้ฟีนอลิกเรซิน (HRJ-10518) ปริมาณ 4 ส่วนโดยน้ำหนักโพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์ และสแตนนัสคลอไรด์ปริมาณ 0.8 ส่วนโดยน้ำหนักโพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์ เตรียมโดยใช้เครื่องบราเวนเดอร์พลาสติกคอคเตอร์ที่อุณหภูมิ 180°C ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที และ Fill factor 0.8 ของปริมาตรความจุห้องผสม โดยบดโพรพิลีนเอทิลีนโคพอลิเมอร์ เป็นเวลา 2 นาที จากนั้นเติมฟีนอลิกเรซิน (HRJ-10518) ลงในห้องผสมแล้วบดต่อเป็นเวลา 1 นาที และเติมสแตนนัสคลอไรด์ บดผสมต่ออีก 1 นาที นำพอลิเมอร์ออกทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำพอลิเมอร์ที่ได้ไปตัดเป็นชิ้นเล็กๆ แล้วนำไปสกัดเอาสารเคมีที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาออกโดยแช่ในสารละลายผสม

ของน้ำและอะซีโตน (95/5 vol/vol) พร้อมทั้งกวน เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำไปกรองและนำมาสกัดซ้ำอีก 2 ครั้ง (สกุลรัตน์, 2551) จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 1 คืน หลังจากนั้นนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR)

### 3.3.6.2 การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์เพื่อศึกษาผลของการใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิด (PEC-g-Ph) ร่วมกับวิธีการปรับปรุงความเข้ากันได้โดยใช้สารตัดแปรต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนดระหว่าง NR/RR/PEC

ในศึกษาผลของการใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิด PEC-g-Ph ร่วมกับการใช้สารตัดแปรชนิดฟีนอลิกเรซิน ซึ่งจะเปรียบเทียบผลของการใช้และไม่ใช้สารตัดแปรฟีนอลิกเรซิน ผลของการใช้และไม่ใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิด PEC-g-Ph และผลของการใช้สารตัดแปรฟีนอลิกเรซินร่วมกับสารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิด PEC-g-Ph โดยสารเคมีที่ใช้แสดงดังตารางที่ 3.4 สำหรับการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์เมื่อใช้และไม่ใช้สารตัดแปรฟีนอลิกเรซิน เตรียมด้วยวิธีการผสมสารตัดแปรแบบ Melt mixing method ตามวิธีการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.11 การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์เพื่อศึกษาผลของสารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิด PEC-g-Ph จะเตรียมด้วยวิธีการผสมสารตัดแปรแบบ Melt mixing method เช่นเดียวกัน แต่จะมีการเติมสารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิด PEC-g-Ph ในขั้นตอนการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ดังแสดงในรูปที่ 3.12 เตรียมโดยใช้เครื่องบราเวนเดอร์พลาสติกคอเดอร์ขนาดห้องผสม 55 cm<sup>3</sup> ที่อุณหภูมิ 60, 40 และ 155°C เพื่อเตรียมยางรีเคลมผสมกับสารตัดแปรชนิดฟีนอลิกเรซิน ยางคอมพาวนด์ และเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ตามลำดับ ความเร็วโรเตอร์ 60 รอบต่อนาที ใช้ Fill factor 0.8 ของปริมาตรความจุห้องผสม โดยจะเติมสารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิด PEC-g-Ph ในขั้นตอนการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์หลังบดผสมยางคอมพาวนด์เป็นเวลา 1 นาที จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้ไปเตรียมเป็นชิ้นทดสอบเพื่อทดสอบสมบัติเชิงกลก่อนและหลังการบ่มแรง สมบัติเชิงกลพลวัต สมบัติการไหล และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

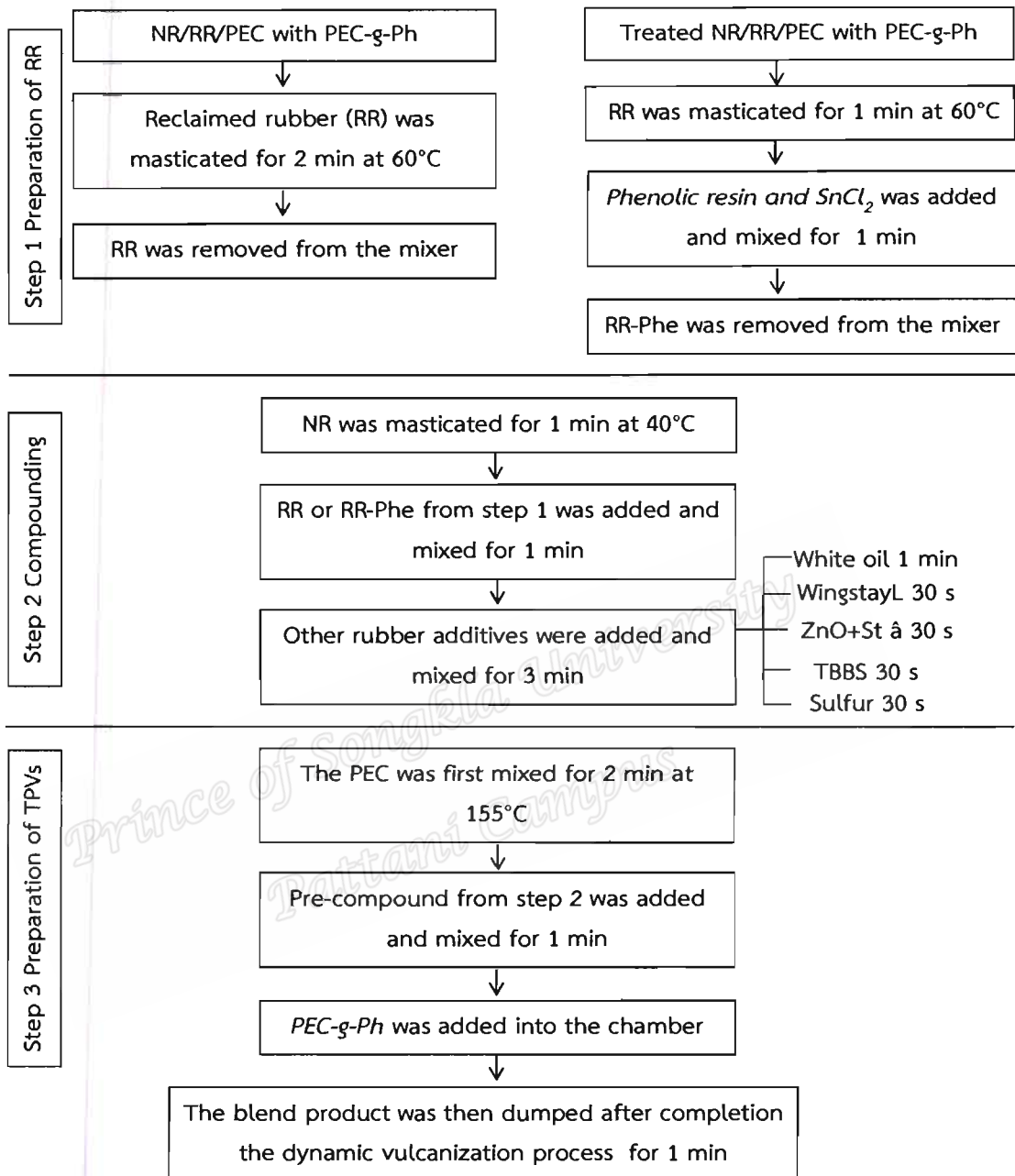


ตารางที่ 3.4 สูตรการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์สำหรับศึกษาการใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้

Ingredients	Quantity (phr)			
	NR/RR/PEC*	NR/RR/PEC with PEC-g-Ph	Treated NR/RR/PEC**	Treated NR/RR/PEC with PEC-g-Ph
NR	50	50	50	50
RR	90	90	90	90
PEC	67	67	67	67
PEC-g-Ph (7 wt% of PEC)	-	4.7	-	4.7
Phenolic resin	-	-	10	10
Stannous chloride	-	-	1	1
White oil	5	5	5	5
Stearic acid	1	1	1	1
ZnO	5	5	5	5
Wingstay L	1	1	1	1
TBBS	0.8	0.8	0.8	0.8
Sulfur	4	4	4	4

หมายเหตุ: \*\*NR/RR/PEC คือ เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ไม่ใส่ฟีนอลิกเรซิน (Without modifier)

\*\*Treated NR/RR/PEC คือ เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ใช้ฟีนอลิกเรซินเป็นสารดัดแปร



รูปที่ 3.12 ลำดับขั้นตอนการผสมวิธี Melt mixing method เมื่อใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ PEC-g-Ph

### 3.3.7 การศึกษาอิทธิพลของชนิดยางธรรมชาติต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ระหว่าง NR/RR/PEC

#### 3.3.7.1 การเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซด์

นำน้ำยางชั้นชนิดแอมโมเนียสูงมาเจือจางด้วยน้ำให้มีเปอร์เซ็นต์เนื้อยางเท่ากับ 20% จากนั้นเติมสบู่ Teric N30 เพื่อให้อนุภาคยางเสถียร จากนั้นกวนเป็นเวลา 25 นาทีที่อุณหภูมิห้อง หลังจากนั้นหยดกรดฟอร์มิกพร้อมกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์อย่างช้าๆ เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 1.30, 2.30, 3.30, 4.30 และ 6.30 ชั่วโมง ต่อมาจึงนำมาจับตัวด้วยเมทานอล นำไปรีดแผ่นด้วยเครื่องรีดแผ่นยาง แล้วจึงนำไปล้างด้วยน้ำสะอาดเพื่อกำจัดสารเคมีหลงเหลือออกไป นำแผ่นยางที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 40°C จนแห้ง และนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี รายละเอียดสารเคมีที่ใช้แสดงดังตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซด์

Chemicals	Quantity (g)
60% HA latex	192.67
10% Teric N30	44.04
94% Formic acid	176.80
50% Hydrogen peroxide	13.00
H <sub>2</sub> O	385.00

#### 3.3.7.2 การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ระหว่าง NR/RR/PEC เพื่อศึกษาชนิดยางธรรมชาติ

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากยางธรรมชาติ และยางธรรมชาติอิพอกไซด์ที่มีปริมาณหมู่อิพอกไซด์ 10, 20, 30, 40 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ใช้อัตราส่วนการเบลนด์ของ (E)NR/RR/PP เท่ากับ 30/30/40 ส่วนโดยน้ำหนัก ใช้วิธีการผสมแบบ Melt mixing method ตามหัวข้อที่ 3.3.3.1 โดยใช้เครื่องบราเวนเดอร์พลาสติกคอคเตอร์ขนาดห้องผสม 55 cm<sup>3</sup> ที่อุณหภูมิ 60, 40 และ 155°C เพื่อเตรียมยางรีเคลมผสมกับสารตัดแปรงชนิดฟีนอลิกเรซิน ยางคอมพาวนด์ และเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ตามลำดับ ความเร็วโรเตอร์ 60 รอบต่อนาที ใช้ Fill factor 0.8 ของปริมาตรความจุห้องผสม สารเคมีที่ใช้แสดงในตารางที่ 3.2 และขั้นตอนการผสมแสดงในรูปที่ 3.11 จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้ไปเตรียมเป็นชิ้นทดสอบเพื่อทดสอบสมบัติเชิงกลก่อนและหลังการบ่มแรง สมบัติเชิงกลพลวัต สมบัติการไหล และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

### 3.4 วิธีการทดสอบสมบัติ

#### 3.4.1 การทดสอบค่าความหนืดมูนนี่

ทดสอบค่าความหนืดมูนนี่ของยางธรรมชาติ และยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีปริมาณหมู่อีพอกไซด์แตกต่างกัน โดยใช้เครื่อง Mooney viscometer ทำการทดสอบโดยใช้โรเตอร์เล็ก เนื่องจากยางมีความหนืดสูง ใช้เวลาในการอุ่นยาง 1 นาที เดินเครื่อง 4 นาที ที่อุณหภูมิ 100°C อ่านค่าได้เป็น MS(1+4), 100°C

#### 3.4.2 การทดสอบสมบัติความต้านทานต่อการดึงและความสามารถในการยืดจนขาด

ทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดจนขาดตามมาตรฐาน ASTM D412 โดยการเตรียมชิ้นทดสอบจะต้องมีความหนาระหว่าง 1.5-3.0 mm นำมาตัดเป็นชิ้นทดสอบรูปดัมเบล (Dumbbell) Die C ซึ่งจะมีขนาดความยาว 115 mm กว้าง  $6.0 \pm 0.4$  mm ชิ้นทดสอบทุกชิ้นจะต้องวัดความหนาที่บริเวณกึ่งกลาง 3 จุดแล้วหาค่ากลาง พร้อมทั้งกำหนดระยะเริ่มต้นของการทดสอบ เพื่อติดตามระยะการยืดของชิ้นทดสอบ

นำไปทดสอบโดยใช้เครื่องทดสอบสมบัติเทนไซล์ (Tensile testing machine) โดยชิ้นทดสอบจะถูกติดตั้งเข้ากับเครื่องทดสอบ และถูกดึงด้วยความเร็ว  $500 \pm 5$  mm/min ค่าที่ตรวจวัดคือความสัมพันธ์ของความเค้นและความเครียด ความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile strength) และความสามารถในการยืดจนขาด (Elongation at break) สามารถคำนวณโดยใช้สมการดังต่อไปนี้

#### การคำนวณ

$$\text{ความต้านทานต่อแรงดึง (MPa)} = \frac{F}{A} \quad (3.7)$$

โดยที่ F คือ แรงที่ใช้ดึงยางจนขาด (N)

A คือ พื้นที่หน้าตัดของชิ้นทดสอบขณะไม่ได้ยืด ( $\text{mm}^2$ )

$$\text{ความสามารถในการยืดจนขาด (\%)} = \left( \frac{L_1 - L_0}{L_0} \right) \times 100 \quad (3.8)$$

โดยที่  $L_1$  คือ ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบเมื่อยืดจนขาด (cm)

$L_0$  คือ ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบเดิม (cm)

### 3.4.3 การทดสอบการผิดรูปถาวรแบบดึง (Tension set)

นำชิ้นทดสอบตามมาตรฐานการทดสอบสมบัติการดึงในหัวข้อ 3.8.2 นำชิ้นทดสอบโดยใช้เครื่องทดสอบสมบัติการดึง โดยนำชิ้นตัวอย่างมาจับด้วยตัวยึดจับ (Grip) โดยวางตัวอย่างให้ได้แนวกลางของที่จับ จากนั้นยืดชิ้นทดสอบให้มีระยะยืด 100% ปล่อยให้ยางยืดในระยะนี้เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำชิ้นทดสอบออกจากเครื่องทดสอบ แล้ววางตัวอย่างทิ้งไว้ 10 นาที ที่อุณหภูมิห้องจึงวัดระยะห่างระหว่างรอยขีดที่ขีดไว้ คำนวณหา Tension set (%) ได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$\text{การผิดรูปถาวรแบบดึง (\%)} = \left( \frac{L_1 - L_0}{L_0} \right) \times 100 \quad (3.9)$$

โดยที่  $L_1$  คือ ระยะห่างระหว่างขีดสัญลักษณ์หลังทดสอบ (cm)

$L_0$  คือ ระยะห่างระหว่างขีดสัญลักษณ์ก่อนทดสอบ (cm)

### 3.4.4 การทดสอบสมบัติเชิงกลหลังบ่มแรง

ทดสอบการบ่มแรงโดยนำชิ้นทดสอบที่เตรียมตามมาตรฐาน ASTM D412 สำหรับใช้ทดสอบสมบัติการดึงตามหัวข้อที่ 3.8.2 นำไปบ่มแรงโดยใช้ตู้อบอากาศร้อนที่มีการไหลของอากาศบ่มแรงที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 22 ชั่วโมง จากนั้นนำตัวอย่างออกจากตู้อบแรง และวางตัวอย่างทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องอย่างน้อย 16 ชั่วโมง ก่อนนำมาทดสอบสมบัติการดึงตามวิธีในหัวข้อที่ 3.8.1 จากนั้นจึงนำค่าที่ได้จากการทดสอบมาคำนวณเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงสมบัติ (%Change in property) ได้จากสมการที่ (3.10)

$$\text{เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงสมบัติ} = \left( \frac{B - A}{A} \right) \times 100 \quad (3.10)$$

โดยที่ A คือ สมบัติก่อนบ่มแรง

B คือ สมบัติหลังบ่มแรง

### 3.4.5 การทดสอบความแข็งด้วยเครื่อง Durometer

ทดสอบสมบัติด้านความแข็งโดยใช้ Durometer แบบ Shore A โดยใช้ชิ้นทดสอบสมบัติการดึงนำมาซ้อนทับกันให้แนบสนิทไม่มีอากาศให้มีความหนา 10 มิลลิเมตร ความกว้างและความยาวไม่น้อยกว่า 20 มิลลิเมตร การทดสอบจะใช้เครื่องมือวัดความแข็งโดยการกดลงให้แป้นสัมผัสกับผิวหน้าของชิ้นตัวอย่าง โดยทำการวัดที่จุดต่างๆบริเวณผิวหน้าของชิ้นทดสอบ 5 จุด หลังจากนั้นอ่านค่าความแข็งของชิ้นทดสอบจากหน้าปัดของเครื่องมือ ใช้ค่ากลางของข้อมูลเป็นความแข็งของตัวอย่างที่ทดสอบ

### 3.4.6 การทดสอบสมบัติการไหลด้วยเครื่อง Capillary rheometer

ทดสอบหาความเค้นเฉือนและความหนืดเฉือนของเทอร์โมพลาสติกโพลีเอทิลีน ที่อุณหภูมิ 150°C ความดัน 1400 bar ใช้อัตราการเฉือนตั้งแต่ 1 ถึง 1,000 s<sup>-1</sup> ใช้บาร์เรลเดี่ยว ใช้หัว die ที่มี L/D ratio 32/2 โดยเครื่องจะอัดพอลิเมอร์ผ่าน die ที่อัตราเฉือนที่เพิ่มขึ้น ซึ่งอัตราเฉือนที่เปลี่ยนไปนั้นจะขึ้นอยู่กับความเร็วในการอัดผ่าน die ใช้เวลาทดสอบ 10 นาที ซึ่งจะเป็นการอุ่น 5 นาทีและทดสอบ 5 นาที โดยในระหว่างการทดสอบความดันตกคร่อมที่เกิดขึ้นที่ตายจะถูกบันทึก คำนวณหาค่าปรากฏของความเค้นและความหนืดตามกฎของ the Poiseuille law สำหรับการไหลในคาร์บิลลารีตามสมการที่ 3.11-3.13

- ความเค้นเฉือนปรากฏ (Pa)

$$\tau = \frac{R\Delta P}{2L} \quad (3.11)$$

- อัตราเฉือนปรากฏ (s<sup>-1</sup>)

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad (3.12)$$

- ความหนืดเฉือนปรากฏ (Pa.s)

$$\eta_s = \frac{\tau}{\dot{\gamma}_{app}} \quad (3.13)$$



- โดยที่  $\Delta P$  คือ ความดันตกคร่อมในตาย  
 Q คือ อัตราการไหล ( $m^3/s$ )  
 R คือ รัศมีของตายคาปิลลารี (m)  
 L คือ ความยาวของตายคาปิลลารี (m)

จากสมการที่ (3.11)-(3.13) เป็นค่าที่เป็นสมบัติปรากฏ (Apparent values) แทนที่จะเป็นค่าจริงของการไหลของพอลิเมอร์หลอม ทั้งนี้เนื่องจากการคำนวณได้ใช้ของไหลนิวโตเนียนเป็นตัวเปรียบเทียบการทดสอบจะเปรียบเทียบสมบัติการไหลในรูปแบบของความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการไหลปรากฏกับความเค้นเฉือนปรากฏ และความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการไหลปรากฏกับความหนืดเฉือนปรากฏ

#### 3.4.7 การทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัตด้วยเครื่อง Moving die rheometer

ทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัต โดยทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D6601 โดยใช้เครื่อง rheoTECH MDpt โดยทดสอบที่อุณหภูมิ 165°C ค่าความเครียด (Strain) 3% แปรค่าความถี่ในการทดสอบ (Frequency sweep) ซึ่งจะรายงานค่าออกมาเป็น ค่ามอดุลัสสะสม (Storage modulus,  $G'$ ) มอดุลัสสูญเสีย (Loss modulus,  $G''$ ) แทนเจนต์สูญเสีย (Tan  $\delta$ ) และ ค่าความหนืดเชิงซ้อน (Complex viscosity,  $\eta^*$ )

#### 3.4.8 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM)

การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาโดยใช้เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เตรียมตัวอย่างด้วยการทำให้ขึ้นตัวอย่างแตกหักด้วยไนโตรเจนเหลวเพื่อให้ได้ผิวหน้าใหม่สำหรับทดสอบ หลังจากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปสกัดเฟสพลาสติกออกด้วยไซลีนที่อุณหภูมิเดือด เป็นเวลา 15-25 นาที นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 40°C จากนั้นนำไปเคลือบผิวหน้าขึ้นตัวอย่างด้วยทองคำโดยนำตัวอย่างวางในเครื่องสำหรับเคลือบทองคำภายใต้สุญญากาศเป็นเวลา 2 นาที ก่อนนำไปทดสอบในโหมด SEI (Secondary electron image) ในการบันทึกภาพ โดยทดสอบที่กำลังขยาย 1,000 เท่า