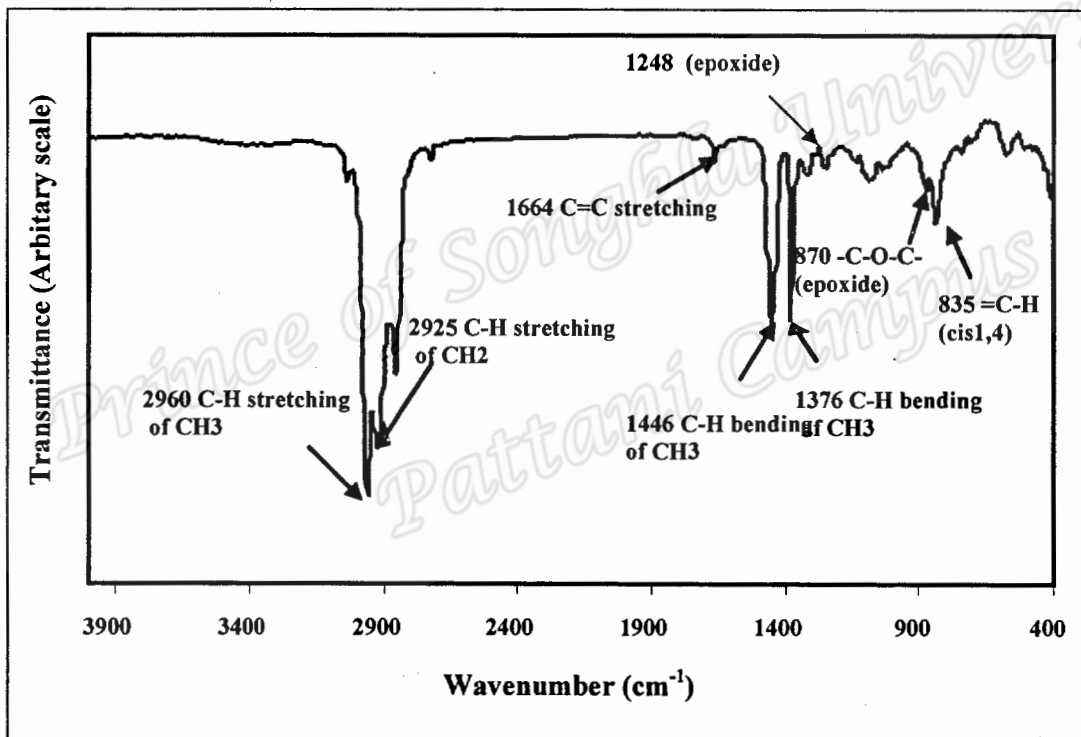


บทที่ 4

ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 การเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์

จากการทดลองวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในยางธรรมชาติอีพอกไซด์โดยเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์โดยการเกิดปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน นำตัวอย่างยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่ได้ไปทดสอบด้วยเครื่อง FTIR ได้สเปกตรัมของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ดังรูปที่ 4.1 และลักษณะเฉพาะของหมู่อีพอกไซด์ แสดงดังตารางที่ 4.1



รูปที่ 4.1 สเปกตรัมอินฟราเรดของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 30 โมลเปอร์เซ็นต์ (ENR-30)

ตารางที่ 4.1 ตำแหน่งเลขคลื่นและหมู่ฟังก์ชันของยางธรรมชาติอีพอกไซด์จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR

Functional group	Wave number (cm ⁻¹)
C-H stretching of CH ₃	2960
C-H stretching of CH ₂	2925
C-H bending of CH ₂	1446
C-H bending of CH ₃	1376
-C-O-C-(epoxide)	870, 1248
-C=H (cis 1,4)	835

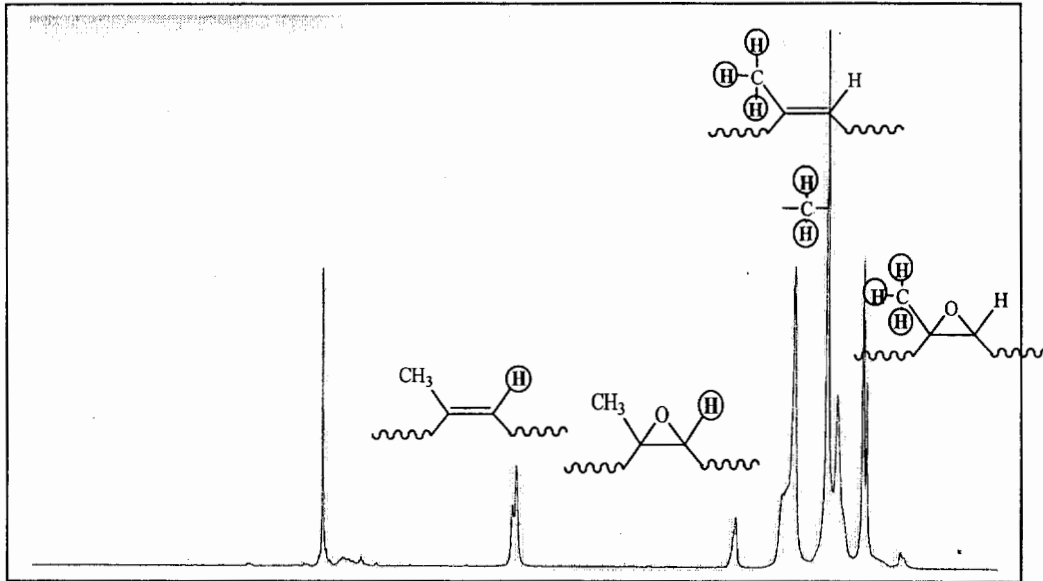
จากสเปกตรัมอินฟราเรดแสดงลักษณะเฉพาะของหมู่อีพอกไซด์ แสดงดังรูปที่ 4.1 และตารางที่ 4.1 แสดงว่ามีหมู่อีพอกไซด์อยู่บนโครงสร้างยางธรรมชาติ

จากสเปกตรัมอินฟราเรด สามารถนำไปหาเปอร์เซ็นต์การเกิดหมู่อีพอกไซด์ (mole% epoxide) โดยใช้ค่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรด (absorbance ratio) ของหมู่อีพอกไซด์ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 cm⁻¹ เปรียบเทียบกับตำแหน่งเลขคลื่น 835 cm⁻¹ ซึ่งแสดงถึงการเกิด out-of-plane bending ของพันธะ C-H ที่เกาะกับ C=C ของ cis-1,4-polyisoprene ไปคำนวณหาค่า absorbance ratio (Ar) เพื่อเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในหน่วยโมลเปอร์เซ็นต์ จากสมการ 4.1

$$Ar = \frac{a_{870}}{a_{870} + a_{835}} \quad (4.1)$$

จากนั้นคำนวณหาปริมาณหมู่อีพอกไซด์โดยใช้กราฟมาตรฐานดังรูปที่ 3.9 (Davey and Loadman, 1984) ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีปริมาณหมู่อีพอกไซด์ 30% (ENR-30) ต้องใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 6 hr 15 min

จากการทดลองนำยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่เตรียมให้มีปริมาณหมู่อีพอกไซด์ 30 โมลเปอร์เซ็นต์ มาวิเคราะห์ด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ชนิดโปรตอน (¹H-NMR) ได้สัญญาณของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ดังรูปที่ 4.2

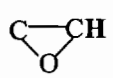
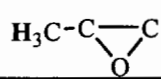


Chemical shift

รูปที่ 4.2 สัญญาณ $^1\text{H-NMR}$ ของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 30 โมลเปอร์เซ็นต์อีพอกไซด์ (CDCl_3 เป็นตัวทำละลาย)

จากรูปที่ 4.2 สามารถสรุปตำแหน่ง Chemical shift จากการเกิดเรโซแนนซ์ของโปรตอนในโมเลกุลยางธรรมชาติอีพอกไซด์ แสดงดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ตำแหน่ง Chemical shift และหมู่ฟังก์ชันของยางธรรมชาติอีพอกไซด์จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง $^1\text{H-NMR}$

Proton resonance	Chemical shift (ppm)
$-\text{CH}_2, -\text{CH}_3$	1-2.5
$\text{C}=\text{CH}$	5.1
	2.7
$\text{H}_3\text{C}-\text{C}-\text{C}$ 	1.4

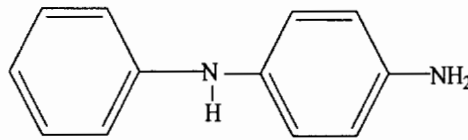
จากรูปที่ 4.2 พบว่าโปรตอนที่เกี่ยวข้องกับคาร์บอนที่เกิดพันธะคู่ (Vinyllic proton) ปรากฏที่ chemical shift ประมาณ 5.1 ppm และโปรตอนตติยภูมิ (Tertiary proton) ที่เกาะอยู่กับคาร์บอนของหมู่อีพอกไซด์ที่ chemical shift 2.7 ppm (Gan and Hamid, 1997) เมื่อนำพื้นที่ใต้พีคมาคำนวณการเกิดปริมาณหมู่อีพอกไซด์ (Degree of epoxidation) ได้ปริมาณหมู่อีพอกไซด์ 30%

จากการทดลอง พบว่าการวิเคราะห์ปริมาณหมู่เอพอกไซด์ในยางธรรมชาติอีพอกไซด์ด้วยเทคนิค FT-IR และ $^1\text{H-NMR}$ ให้ผลที่ใกล้เคียงกัน ดังนั้นสามารถเลือกใช้วิธีการใดก็ได้ในการวิเคราะห์ปริมาณหมู่เอพอกไซด์ในยางธรรมชาติอีพอกไซด์

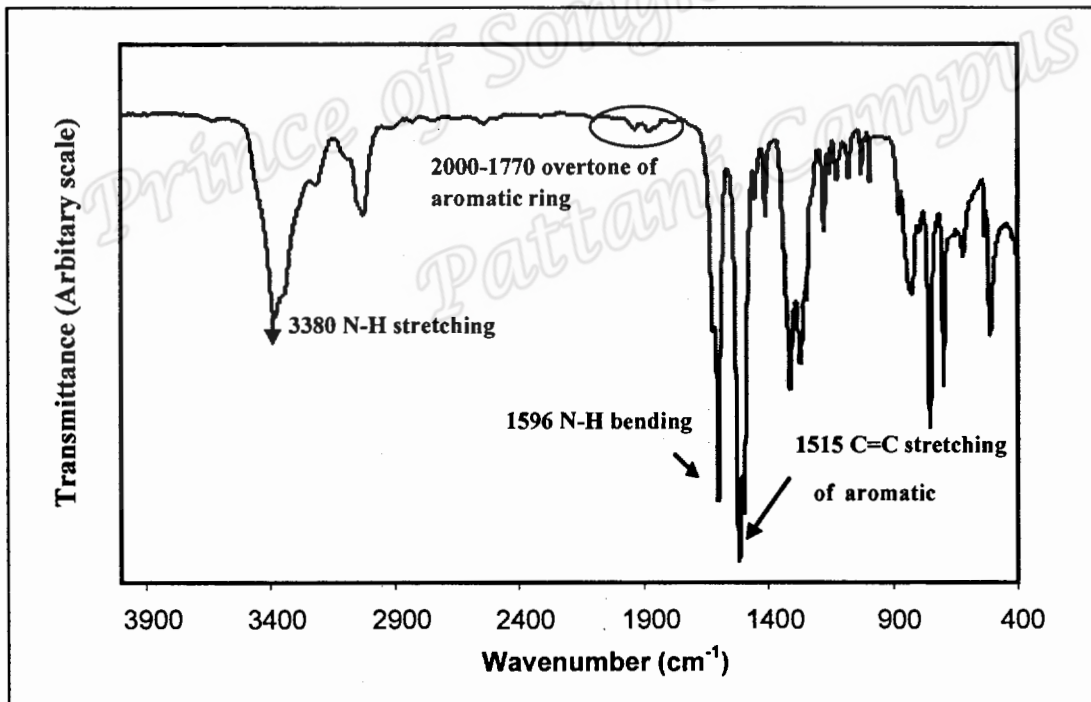
4.2 การเตรียมยางธรรมชาติเกาะติดสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA

4.2.1 การสร้างกราฟมาตรฐานของปริมาณการเกาะติดของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA บนโมเลกุลยางธรรมชาติ

สารต้านออกซิเดชัน 4-Aminodiphenylamine (4-ADPA) ต่อไปนี้เรียกว่า "4-ADPA" มีลักษณะเป็นของแข็ง สีดำ ซึ่งมีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 4.3 และ IR spectrum แสดงในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 สูตรโครงสร้างของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA



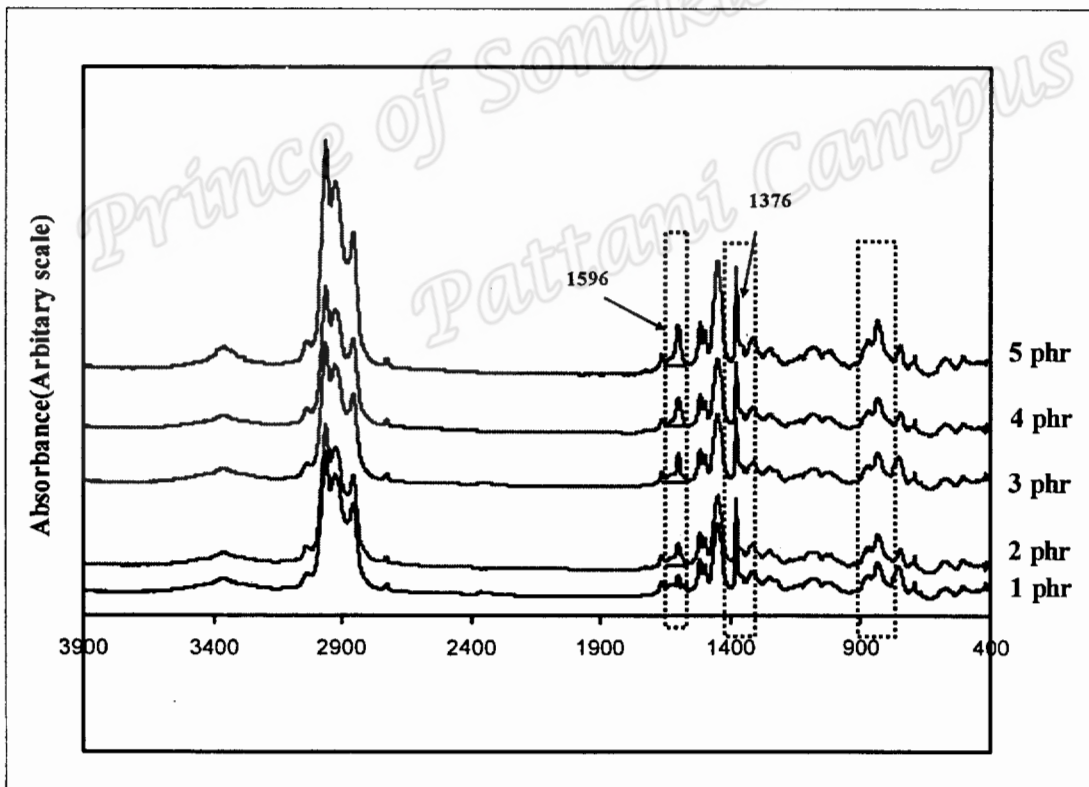
รูปที่ 4.4 สเปกตรัมอินฟราเรดของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA

จากสเปกตรัมอินฟราเรด พบว่ามีตำแหน่งพีคของการดูดกลืนแสง ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA ดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ตำแหน่งเลขคลื่นและหมู่ฟังก์ชันของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR

Functional group	Wave number (cm ⁻¹)
N-H stretching	3380
Overtone of aromatic ring	2000-1770
N-H bending	1598
C=C stretching of aromatic	1515

เมื่อนำยางธรรมชาติเกาะติดสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA ที่เตรียมได้จากวิธีทางกายภาพ (Physical mixture) ตรวจสอบโดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ซึ่งแสดงผลการทดลองตามรูปที่ 4.5



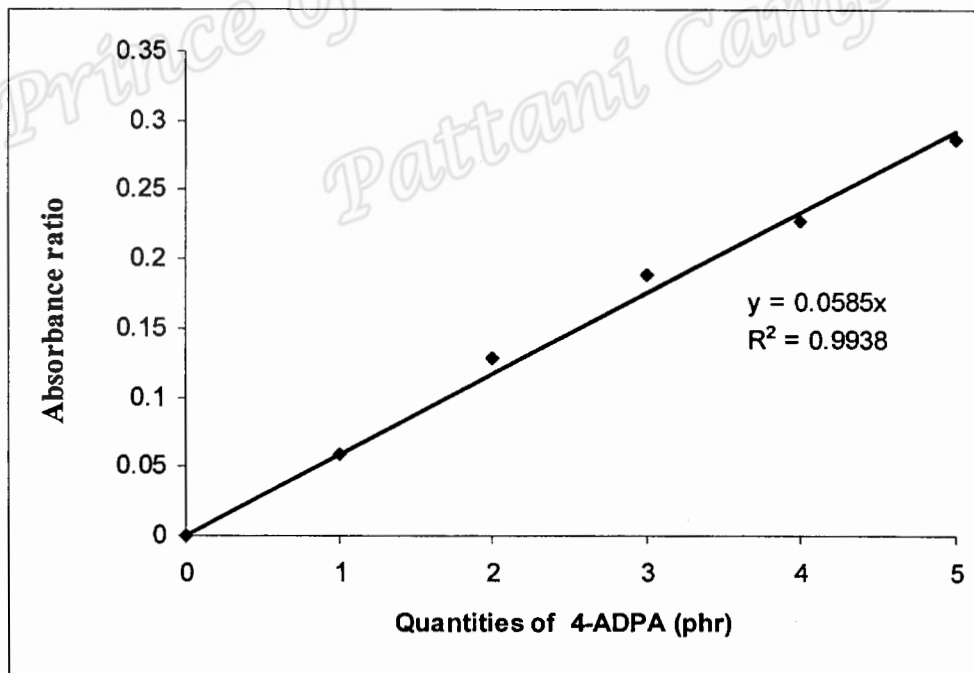
รูปที่ 4.5 สเปกตรัมของของ Physical mixture จากการผสม ENR กับ 4-ADPA ปริมาณ 1, 2, 3, 4 และ 5 phr

จากสเปกตรัมในรูปที่ 4.5 สามารถหาความสัมพันธ์ระหว่างค่าอัตราส่วนการดูดกลืน (absorbance ratio) ระหว่างหมู่เอมีน (เลขคลื่น 1596 cm^{-1}) และหมู่ C-H bending of CH_3 (เลขคลื่น 1376 cm^{-1}) ของยางธรรมชาติกับปริมาณสารต้านออกซิเดชัน 4-aminodiphenylamine (ดัดแปลงจาก Barra *et al*, 1999) โดยให้ผลการทดลองตามตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 อัตราส่วนการดูดกลืน (absorbance ratio) ของหมู่เอมีนเลขคลื่น 1596 cm^{-1} และ หมู่ C-H bending of CH_3 ที่เลขคลื่น 1376 cm^{-1} ของยางธรรมชาติกับปริมาณสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA

Quantities of 4-ADPA (phr)	Absorbance ratio
1	0.0587
2	0.1276
3	0.1882
4	0.2278
5	0.2861

จากตารางที่ 4.4 นำมาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Absorbance ratio กับปริมาณ 4-ADPA ได้ผลดังรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสาร 4-ADPA กับ Absorbance ratio ในการทำปฏิกิริยาระหว่างยางธรรมชาติอีพอกไซด์กับสารต้านออกซิเดชัน

จากตารางที่ 4.4 พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณสาร 4-ADPA ในการทำปฏิกิริยาจะส่งผลให้เกิดการเกาะติดสารต้านออกซิเดชันบนโมเลกุลของยางธรรมชาติเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากในโมเลกุลยางธรรมชาติมีตำแหน่งพันธะคู่ (C=C) ซึ่งว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เมื่อถูกกระทำภายใต้อุณหภูมิและแรงเฉือนสูงเพียงพอจะทำให้เกิดอนุมูลอิสระหรือเกิดการจัดเรียงตัวใหม่ให้สาร 4-ADPA เข้าไปเกาะติดบนโมเลกุลของยางธรรมชาติได้

จากรูปที่ 4.6 พบว่าอัตราส่วนการดูดกลืน (absorbance ratio) ของหมู่เอมีน เลขคลื่น 1596 cm^{-1} กับหมู่ C-H bending of CH_3 ที่เลขคลื่น 1376 cm^{-1} ถ้าหากมีค่า 0.0585 จะทำให้ทราบปริมาณของสาร 4-ADPA ที่เข้าไปเกาะติดบนโมเลกุลของยางธรรมชาติซึ่งได้เท่ากับ 1 phr จากสูตรดังนี้

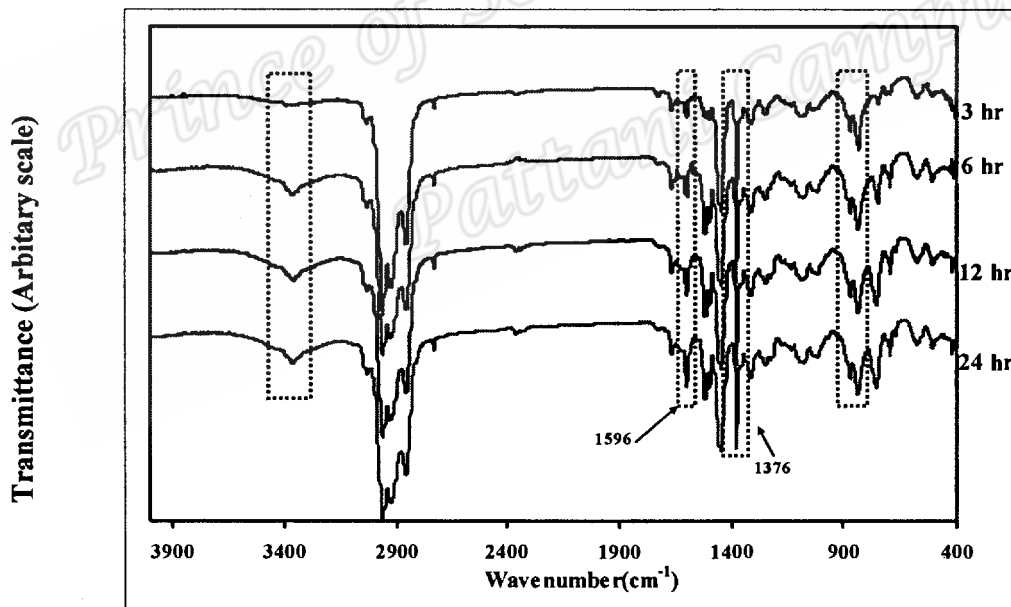
$$Y = 0.0585 X \quad (4.2)$$

โดยที่

Y = อัตราส่วนการดูดกลืน (absorbance ratio) ของหมู่เอมีน เลขคลื่น 1596 cm^{-1} กับหมู่ C-H bending of CH_3 ที่เลขคลื่น 1376 cm^{-1}

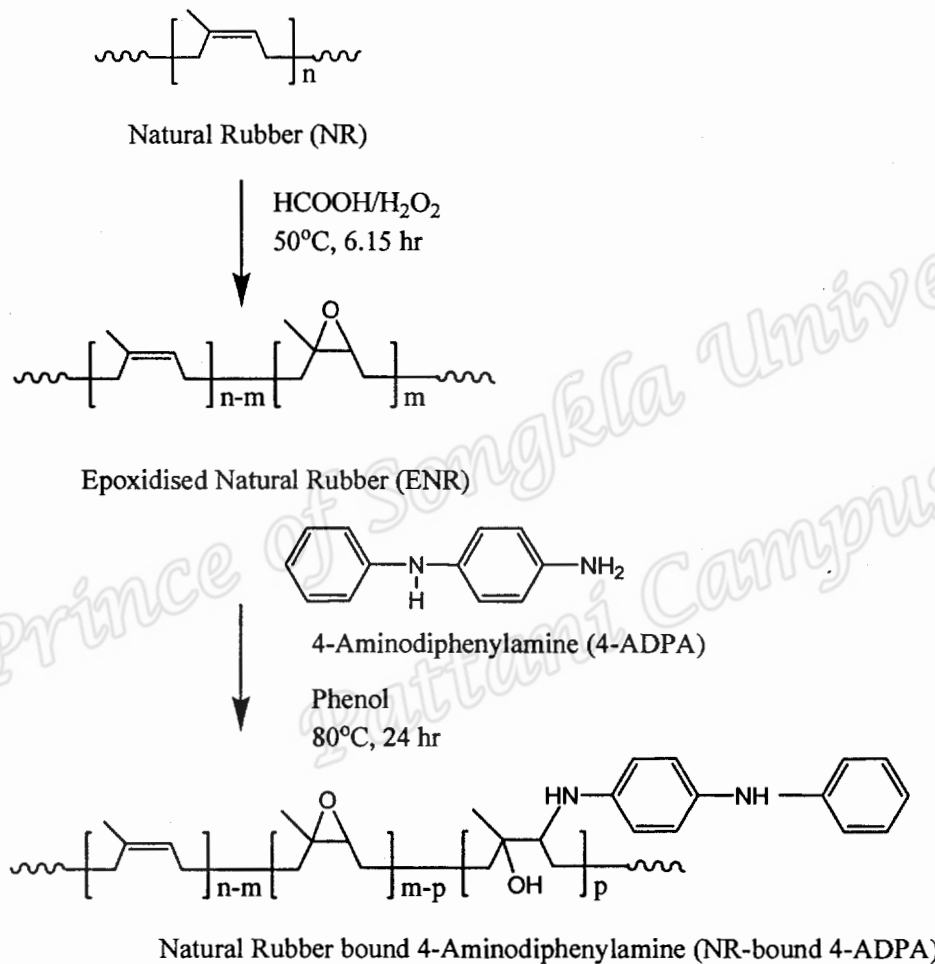
X = ปริมาณของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA (phr) ที่เกาะติดบนโมเลกุลของยางธรรมชาติ

เมื่อนำผลิตภัณฑ์ NR-bound-4-ADPA ที่ได้ผ่านการทำให้บริสุทธิ์จากนั้นตรวจสอบโดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ซึ่งแสดงผลการทดลองตามรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 สเปกตรัมอินฟราเรดของ NR-bound-4-ADPA ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 3, 6, 12 และ 24 hr ตามลำดับ

จากรูปที่ 4.7 พบว่าตำแหน่งพีคของการดูดกลืนแสงปรากฏสเปกตรัมที่ 1596 cm^{-1} และ 3380 cm^{-1} ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA ซึ่งในการศึกษาสเปกตรัมของสารต้านทานออกซิเดชัน ก็เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติเกาะติดสารต้านออกซิเดชันว่ามีการเกาะติดของสารต้านทานการออกซิเดชันหรือไม่ หากมีสเปกตรัมที่ตำแหน่ง 1596 cm^{-1} และที่ 3380 cm^{-1} แสดงว่ามีการเกาะติดของสารต้านทานการออกซิเดชันจริง และจะเห็นได้ว่าสเปกตรัมมีความชัดเจนมากขึ้นเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยามากขึ้นด้วย โดยเวลาที่ใช้ในการเตรียมปฏิกิริยาที่เวลา 24 hr มีความชัดเจนของสเปกตรัมมากที่สุด ปฏิกิริยาที่คาดว่าจะเกิดขึ้นแสดงในรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.8 ปฏิกิริยาที่เป็นไปได้ของปฏิกิริยาระหว่างยางธรรมชาติอีพอกไซด์กับสารต้านทานการออกซิเดชัน 4-ADPA

4.2.2 การหาปริมาณการเกาะติดของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA บนโมเลกุลยางธรรมชาติ

นำยางธรรมชาติเกาะติดสาร 4-ADPA (NR-bound-4-ADPA) ที่เตรียมได้มาหาปริมาณการเกาะติด โดยนำยางที่กรองได้ในขั้นตอนการทำยางเกาะติดด้วย 4-ADPA ให้บริสุทธิ์ อบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 24 hr ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วชั่งน้ำหนักยางที่ได้ จากสเปกตรัมอินฟราเรด สามารถนำไปหาปริมาณการเกาะติดของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA บนโมเลกุลยางธรรมชาติโดยใช้ค่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรด (absorbance ratio) ของหมู่เอมีน เลขคลื่น 1596 cm^{-1} กับหมู่ C-H bending of CH_3 ที่เลขคลื่น 1376 cm^{-1} ไปคำนวณหาค่า absorbance ratio (Ar) เพื่อเปรียบเทียบกับกราฟสำหรับหาปริมาณการเกาะติดของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA บนโมเลกุลยางธรรมชาติ จากสมการ 4.2 ซึ่งแสดงผลการทดลองตามตารางที่ 4.5

$$Y = 0.0585 X \quad (4.2)$$

โดยที่

- Y = อัตราส่วนการดูดกลืน (absorbance ratio) ของหมู่เอมีน เลขคลื่น 1596 cm^{-1} กับหมู่ C-H bending of CH_3 ที่เลขคลื่น 1376 cm^{-1}
 X = ปริมาณของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA (phr) ที่เกาะติดบนโมเลกุลของยางธรรมชาติ

ตารางที่ 4.5 ปริมาณการเกาะติดของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA บนโมเลกุลยางธรรมชาติ และอัตราส่วนการดูดกลืน (Absorbance ratio) ของหมู่เอมีน เลขคลื่น 1596 cm^{-1} กับหมู่ C-H bending of CH_3 ที่เลขคลื่น 1376 cm^{-1} ของยางธรรมชาติ ที่เวลาการทำปฏิกิริยาต่างๆ

Reaction time (hr)	Absorbance ratio	Quantities of 4-ADPA (phr)
3	0.0589	1.00
6	0.0865	1.48
12	0.1524	2.61
24	0.2312	3.95

เมื่อทำการเกาะติดสาร 4-ADPA ลงบนโมเลกุลของยางธรรมชาติโดยใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 80 °C แปรเวลาการทำปฏิกิริยาแต่ละชุดเป็น 3, 6, 12 และ 24 hr พบว่าเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นทำให้ปริมาณการเกาะติดมีมากขึ้น โดยที่เวลาการทำปฏิกิริยา 3 hr พบว่าจะมีปริมาณสาร 4-ADPA เกาะติด 1 phr บนโมเลกุลยาง ดังนั้นในการเตรียมยางธรรมชาติเกาะติดสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA จึงใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 hr ซึ่งได้ปริมาณสาร 4-ADPA เกาะติด เท่ากับ 1 phr เพื่อสามารถเปรียบเทียบ

สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางผสมสารเคมี (ยางคอมปอนด์) ยาง NR-bound-4-ADPA ยางคอมปอนด์ ยางธรรมชาติ (NR) และยางคอมปอนด์ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR-30) ที่ผสมกับสารต้าน ออกซิเดชัน 4-ADPA 1 phr เท่ากันที่ผสมโดยตรงแบบวิธีปกติ ตามหัวข้อ 4.4

4.2.3 การหาปริมาณเจล (Gel content)

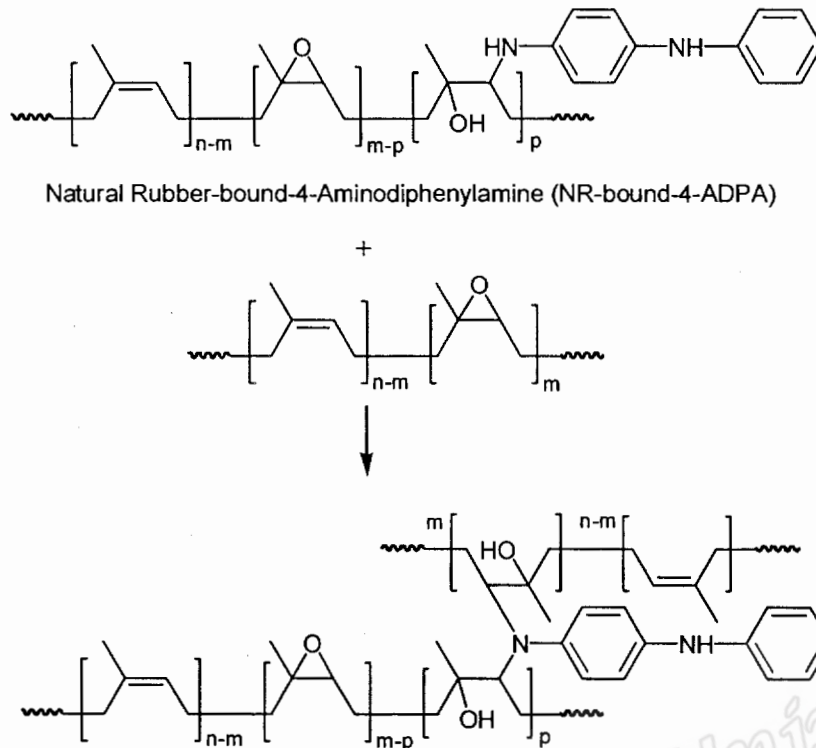
ทำได้โดยนำ NR-bound-4-ADPA ที่กรองได้ในขั้นตอนการทำยางธรรมชาติเกาะติด 4-ADPA ให้บริสุทธิ์ อบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 24 hr ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วชั่งน้ำหนักยางที่ได้ ซึ่งแสดงผลการ ทดลองตามตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 ปริมาณเจลที่เวลาการทำปฏิกิริยาต่างๆ

Time of reaction (hr)	Gel content (% Gel)
3	6.54
6	7.62
12	9.74
24	13.25

เมื่อทำการเกาะติดสาร 4-ADPA ลงบนโมเลกุลของยางธรรมชาติโดยใช้อุณหภูมิในการทำ ปฏิกิริยาที่ 80 °C แปรเวลาการทำปฏิกิริยาแต่ละชุดเป็น 3, 6, 12 และ 24 ชั่วโมง พบว่าเมื่อเวลาใน การทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ทำให้ยางเกิดการเจลมากขึ้น อันเนื่องมาจากมีสาร 4-ADPA ประพடுத்தัวเป็น Crosslinking agent ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Perera (1990) โดยพบว่าสาร 4-ADPA ซึ่งเป็นสาร เอมีนปฐมภูมิ มีความว่องไวต่อปฏิกิริยา ทำให้เกิดการเชื่อมโยงเป็นโครงร่างตาข่าย

ปฏิกิริยาการเกิดโครงร่างตาข่าย (เกิดเจล) ในการทำปฏิกิริยาระหว่างยางธรรมชาติอีพอกไซค์ กับสารต้านออกซิเดชัน แสดงในรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 ปฏิกิริยาการเกิดโครงร่างตาข่าย (เกิดเจล) ในการทำปฏิกิริยาระหว่างยางธรรมชาติ
อีพอกไซด์กับสารต้านออกซิเดชัน

4.3 ศึกษาสมบัติของยางธรรมชาติเกาะติดสาร 4-ADPA ที่ไม่มีสารวัลคาไนซ์

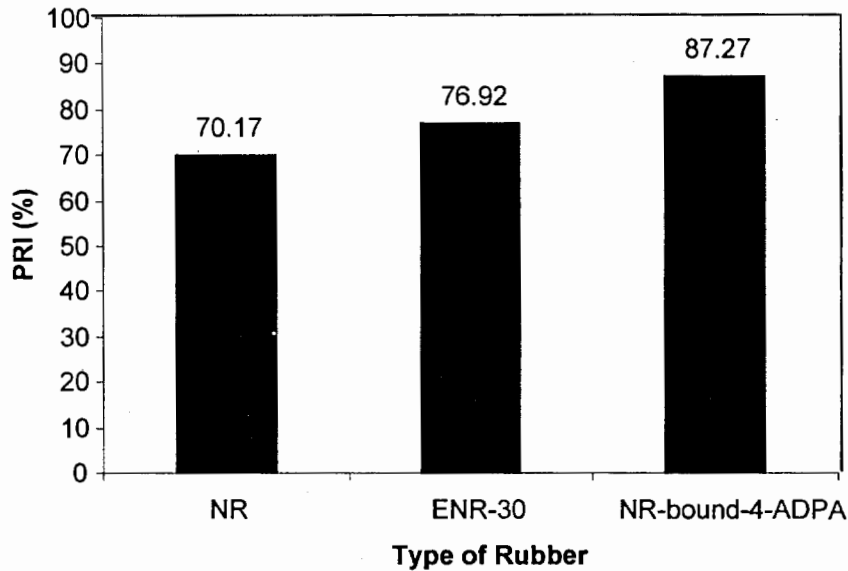
4.3.1 ทดสอบค่าความต้านทานต่อการถูกออกซิไดซ์ของยางธรรมชาติ

จากการหาค่าความต้านทานต่อการถูกออกซิไดซ์ (PRI) ของยางธรรมชาติ (NR) ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ NR-bound-4-ADPA ทดสอบด้วยเครื่อง Wallace Rapid Plastometer จากนั้นนำค่าที่ได้มาคำนวณหาค่า Plasticity Retention Index (PRI) ซึ่งแสดงดังตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 ค่า P_0 , P_{30} และค่า PRI จากการทดสอบด้วยเครื่อง Wallace Rapid Plastometer

Type of rubber	P_0	P_{30}	PRI
NR	57	40	70.17
ENR-30	62	50	76.92
NR-bound-4-ADPA	65	58	87.27

จากตารางที่ 4.7 นำค่าที่ได้มาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า PRI (Plasticity Retention Index) ของ NR, ENR-30 และ NR-bound-4-ADPA ได้ดังรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 เปรียบเทียบค่า PRI ของยางธรรมชาติ ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ และ NR-bound-4-ADPA

จากรูปที่ 4.12 เมื่อทำการเปรียบเทียบค่า PRI ของยางธรรมชาติ (NR) ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ NR-bound-4-ADPA พบว่า NR-bound-4-ADPA มีความต้านทานต่อการถูกออกซิไดซ์สูงกว่า ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ และยางธรรมชาติตามลำดับ ซึ่งแสดงว่าความสามารถในการต้านทานการออกซิเดชันของ NR-bound-4-ADPA สูงกว่ายางธรรมชาติอีพอกไซด์ และยางธรรมชาติตามลำดับ

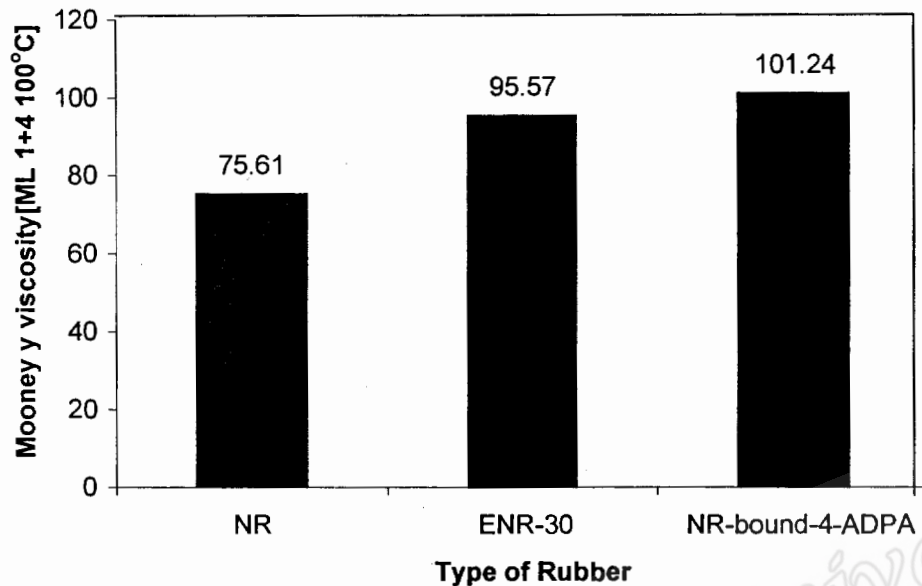
4.3.2 ทดสอบค่าความหนืดมูนนี่

นำยางธรรมชาติ (NR) ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ NR-bound-4-ADPA ไปทดสอบหาความหนืดมูนนี่ด้วยเครื่อง Mooney viscometer ได้ผลการทดสอบดังตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 ค่าความหนืดมูนนี่ของยางธรรมชาติ (NR) ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ NR-bound-4-ADPA

Types of rubber	Mooney viscosity (ML 1+4 100°C)
NR	75.61
ENR-30	95.57
NR-bound-4-ADPA	101.24

จากตารางที่ 4.8 สามารถนำมาเขียนกราฟแสดงค่าความหนืดมูนนี่ของยางธรรมชาติ (NR) ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR-30) และ NR-bound-4-ADPA ดังรูปที่ 4.11



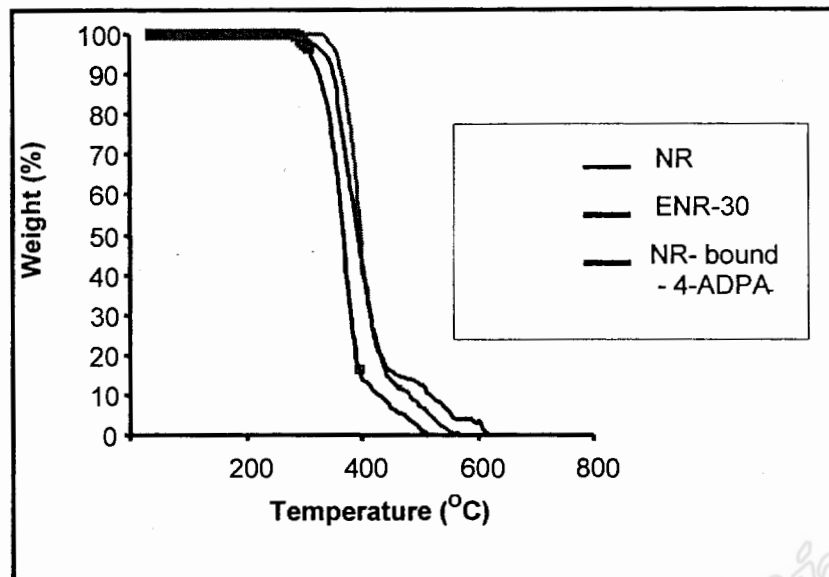
รูปที่ 4.11 เปรียบเทียบค่าความหนืดมูนนี่ของยางธรรมชาติ (NR) ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR-30) และ NR-bound-4-ADPA

จากรูปที่ 4.13 พบว่าค่าความหนืดมูนนี่ของ NR-bound-4-ADPA สูงกว่ายางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR-30) และยางธรรมชาติ (NR) ตามลำดับ เนื่องจากเป็นผลมาจากการเกิดอันตรกิริยาระหว่างโมเลกุลของ NR-bound-4-ADPA และ ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR-30) ได้มากขึ้น ซึ่งเป็นผลให้โมเลกุลเกิดการเคลื่อนไหวได้น้อยลง เมื่อถูกเจือด้วยโรเตอร์ จึงมีความต้านทานต่อการถูกเจือมากขึ้นด้วย ทั้งนี้เนื่องมาจากมีหมู่เอมีนและหมู่อีพอกไซค์ซึ่งเป็นหมู่ที่ทำให้มีสภาพขั้วในโมเลกุลของยางมากขึ้น ส่งผลให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลสูงขึ้น ดังนั้นการไหลของยางที่หลอมภายใต้สภาวะการทดสอบก็จะยากขึ้นตามปริมาณที่เพิ่มขึ้น ซึ่งจากผลการทดลองเห็นได้ว่ายางธรรมชาติเป็นยางที่มีความหนืดมูนนี่ต่ำที่สุด

4.3.3 ทดสอบสมบัติเชิงความร้อน

จากการหาค่าสมบัติการสลายตัวของพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิสูงโดยใช้เทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA) ของยางธรรมชาติ (NR) ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR-30) และ NR-bound-4-ADPA ทดสอบด้วยเครื่องทดสอบด้วยเครื่อง TGA รุ่น TGA-50

นำค่าที่ได้จากการทดสอบมาวิเคราะห์หาความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เสียดังกล่าวกับความร้อนเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของยาง(%) กับอุณหภูมิ ซึ่งข้อมูลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.12 และได้ข้อมูลดังตารางที่ 4.9



รูปที่ 4.12 เปรียบเทียบค่า TGA thermograms ของยางธรรมชาติ (NR) ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ NR-bound-4-ADPA ทดสอบโดยใช้ heating rate 10 °C/min ภายใต้บรรยากาศ O₂

ตารางที่ 4.9 อุณหภูมิการสลายตัวของยางธรรมชาติ (NR) ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ NR-bound-4-ADPA

Type of rubber	Decomposition temperature (°C)
NR	265.7
ENR-30	284.6
NR-bound-4-ADPA	330.9

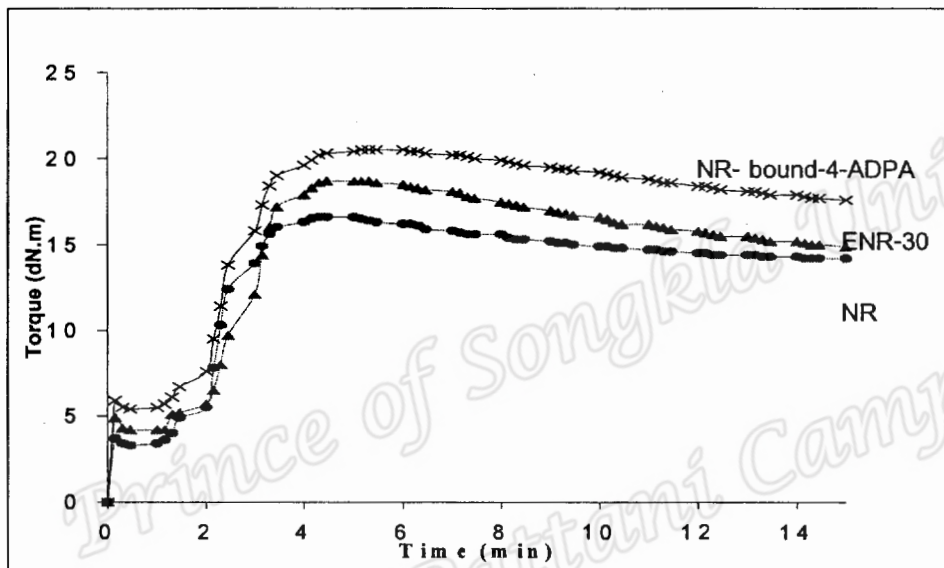
จากข้อมูลในตารางที่ 4.9 พบว่า NR-bound-4-ADPA มีอุณหภูมิการสลายตัวที่อุณหภูมิ 330.9 °C และพบว่า NR-bound-4-ADPA มีอุณหภูมิการสลายตัวที่สูงกว่ายางธรรมชาติอีพอกไซด์ และยางธรรมชาติ เนื่องจาก NR-bound-4-ADPA มีหมู่เอมีนและอีพอกไซด์ที่มีความเป็นขั้ว สามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุลได้สูง ส่งผลให้อุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์มีค่าสูง ส่วนยางธรรมชาติอีพอกไซด์ มีโครงสร้างของหมู่อีพอกไซด์ ที่แสดงความเป็นขั้วอยู่ในโมเลกุล ทำให้เกิดแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของมันเอง ส่งผลให้อุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์สูงกว่ายางธรรมชาติ

ซึ่งแสดงให้เห็นว่า NR-bound-4-ADPA มีความสามารถในการต้านทานการออกซิเดชันได้ดีกว่ายางธรรมชาติอีพอกไซด์และยางธรรมชาติ

4.4 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยาง NR-bound-4-ADPA, ยางธรรมชาติ (NR) และยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) ที่ผสมกับสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA โดยตรงแบบวิธีปกติ

4.4.1 การทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์

นำยางคอมปาวด์ที่เตรียมได้จากหัวข้อ 3.3.4 และ 3.3.5 ทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ด้วยเครื่อง ODR 2000 ที่อุณหภูมิทดสอบ 180 °C มุมบิด 1 ° ความถี่ในการหมุน 100 rpm ได้ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าทอร์กกับเวลาในการทดสอบการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และยางคอมปาวด์ NR-bound-4-ADPA

จากรูปที่ 4.13 พบว่า ยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมปาวด์ NR-bound-4-ADPA โดยลักษณะของความสัมพันธ์ค่าทอร์กกับเวลาของการวัลคาไนซ์จะเป็นแบบรีเวอร์ชัน (Reversion) คือ ค่าทอร์กมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นตามเวลาของการทดสอบจนถึงที่ค่าทอร์กสูงสุดที่เวลาการทดสอบประมาณ 5 นาที หลังจากนั้นค่าทอร์กจะมีแนวโน้มลดลง จากกราฟจะเห็นได้ว่ายางธรรมชาติ (NR) ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ NR-bound-4-ADPA ที่ทำการคอมปาวด์โดยระบบก้ำมะถันปกติจะให้กราฟทอร์กที่เป็นแบบรีเวอร์ชัน (โดยในการใช้ยางธรรมชาติจะมีแนวโน้มเป็น flat cure มากกว่า) กล่าวคือ ยางธรรมชาติโดยทั่วไปที่มีการวัลคาไนซ์แบบก้ำมะถันปกติ ซึ่งใช้ปริมาณซัลเฟอร์ที่ค่อนข้างสูง (2-2.5 phr) จึงให้ผลการเชื่อมโยง

เป็น polysulfide ($C-S_x-C$, $X > 2$) ซึ่งต่างจากระบบกำมะถันแบบอื่นที่ให้โครงสร้างเป็น monosulfide หรือ disulfide มากกว่า ซึ่งเมื่อทำการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิสูงกว่า $160^{\circ}C$ ยางวัลคาไนซ์ที่มีพันธะเชื่อมโยงแบบ polysulfide จำนวนมาก จะเกิดการรีเวอร์ชันขึ้นอย่างมาก (อาจส่งผลให้พันธะเชื่อมโยงบางส่วนอาจแตกออก โดยจะจัดโครงสร้างเป็น Cyclic) ส่วนการเกิดรีเวอร์ชันในยาง ENR จะเกิดจากการแตกออกของวงแหวนของหมู่เอเทอร์ ซึ่งจะก่อให้เกิดการรีเวอร์ชันมากบนโครงสร้าง (Poh *et al.*, 1991)

จากความสัมพันธ์ระหว่างค่าทอร์กกับเวลาในรูปที่ 4.13 สามารถหาค่าแรงบิดสูงสุด (M_H), แรงบิดต่ำสุด (M_L), ผลต่างของแรงบิด (M_H-M_L), เวลาสกorch (scorch time), เวลาวัลคาไนซ์ (cure time) และดรรชนีอัตราในการวัลคาไนซ์ (cure rate index, CRI) ได้ผลดังตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางคอมเพาต์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมเพาต์ยางธรรมชาติ อีพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมเพาต์ NR-bound-4-ADPA

Properties	Types of rubbers		
	NR	ENR-30	NR-bound-4-ADPA
M_H (dN-m)	16.60	18.70	20.50
M_L (dN-m)	3.32	4.22	5.40
M_H-M_L	13.28	14.58	15.10
Scorch time(min)	2.00	2.00	1.68
Cure time (min)	3.45	3.56	3.60
Cure rate index (min^{-1})	68.49	64.52	52.36

จากตารางที่ 4.10 พบว่าเมื่อเปรียบเทียบค่าแรงบิดสูงสุด แรงบิดต่ำสุด และความแตกต่างของแรงบิดของยางคอมเพาต์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมเพาต์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมเพาต์ NR-bound-4-ADPA พบว่ายางธรรมชาติมีค่าความแตกต่างของแรงบิดใกล้เคียงกับยาง ENR-30 ค่าความแตกต่างของแรงบิดสูงสุดและแรงบิดต่ำสุดจะบอกถึงปริมาณการเชื่อมโยงของโมเลกุลยาง เนื่องจากการมีหมู่เอเทอร์อยู่บนโครงสร้างของโมเลกุล ซึ่งเป็นหมู่ที่มีสภาพขั้วทำให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลสูง ทำให้ต้องใช้แรงบิดมากขึ้น เมื่อพิจารณาค่าเวลาในการวัลคาไนซ์ของยางเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติ พบว่ายางธรรมชาติ ใช้เวลาในการวัลคาไนซ์นานกว่ายาง ENR-30 และ NR-bound 4-ADPA แต่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์จะใช้เวลาในการวัลคาไนซ์นานกว่ายางธรรมชาติ เนื่องมาจากยางธรรมชาติอีพอกไซด์มีหมู่เอเทอร์ ซึ่งมีความเหนียวที่จะทำปฏิกิริยากับสารตัวเร่งก่อนที่จะเข้ามามีส่วนในปฏิกิริยาวัลคาไนซ์ ทำให้ปริมาณสารตัวเร่งที่จะทำหน้าที่ในการเร่งปฏิกิริยาลดลง จึงส่งผลทำให้เวลาในการวัลคาไนซ์ยาวนานขึ้น

เมื่อพิจารณาค่าดัชนีอัตราการวัลคาไนซ์ (Cure rate index) ของยางคอมปาวด์ NR-bound-4-ADPA ยางธรรมชาติอีพอกไซด์และยางธรรมชาติ จะมีค่าลดลงตามลำดับ เนื่องจากปริมาณหมู่อีพอกไซด์และหมู่เอมีนที่สูงขึ้น ทำให้พันธะคู่ในโครงสร้างมีน้อย ทำให้โมเลกุลของ NR-bound-4-ADPA ยางธรรมชาติอีพอกไซด์เกิดการเชื่อมโยงกับกำมะถันได้น้อยลง ส่วนโมเลกุลของยางธรรมชาติสามารถเกิดการเชื่อมโยงกับกำมะถันได้ดีกว่า ทำให้ดัชนีอัตราการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติจึงมีค่ามากกว่า ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ และ NR-bound-4-ADPA ตามลำดับ

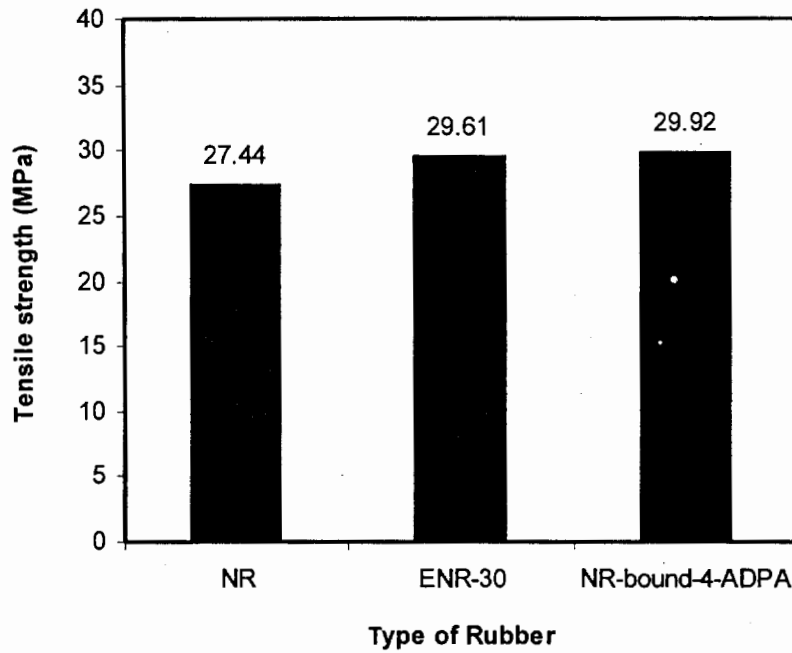
4.4.2 การทดสอบสมบัติเชิงกล

นำคอมปาว์ที่เตรียมได้จากหัวข้อ 3.3.4 และ 3.3.5 เตรียมตัวอย่างชิ้นทดสอบตามหัวข้อ 3.4.2 มาทดสอบสมบัติเชิงกล เช่น ความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile strength) ความสามารถในการยืดจนขาด (Elongation at break) และ ความสามารถในการคืนรูป (Tension set) ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.11 ความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืดจนขาด และความสามารถในการคืนรูปของยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมปาวด์ NR-bound-4-ADPA

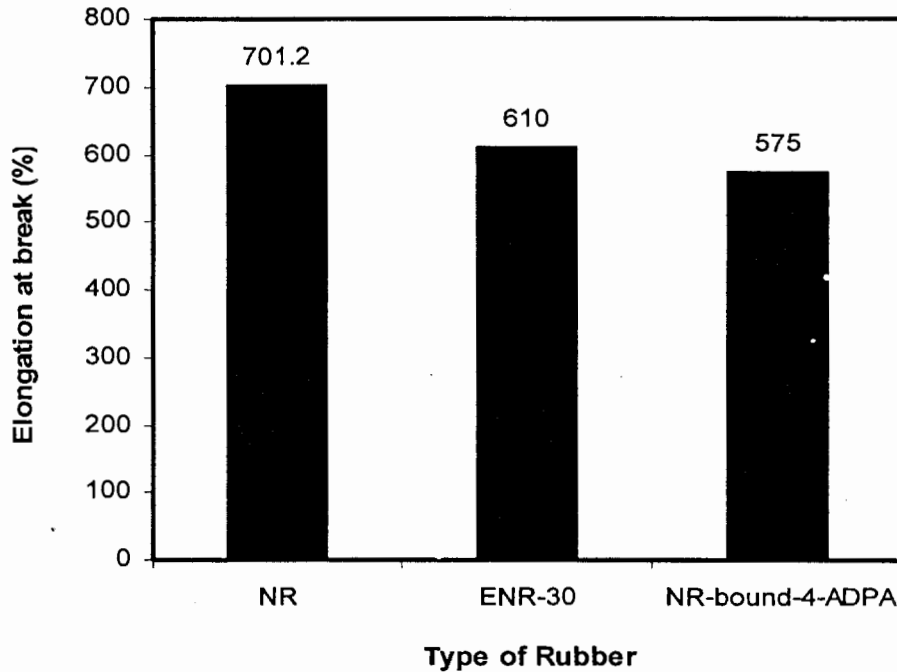
Properties	Types of rubbers		
	NR	ENR-30	NR-bound-4-ADPA
Tensile strength (MPa)	27.44	29.61	29.92
Elongation at break (%)	701.20	604.00	575.00
Modulus (MPa)			
-100% Modulus (MPa)	0.87	0.84	0.90
-200% Modulus (MPa)	1.34	1.35	1.45
-300% Modulus (MPa)	2.12	2.19	2.24

จากตารางที่ 4.11 เขียนกราฟเปรียบเทียบระหว่างความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืดจนขาดและความสามารถในการคืนรูปกับชนิดของยางดังแสดงในรูปที่ 4.15, 4.16 และ 4.17 ตามลำดับ



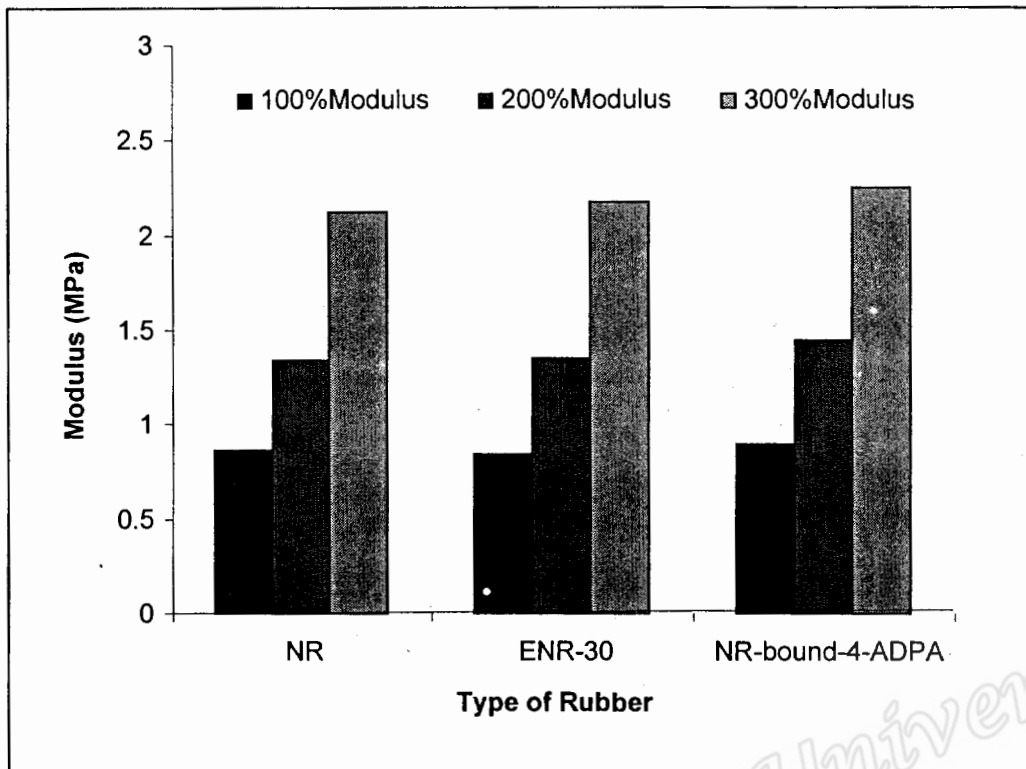
รูปที่ 4.14 เปรียบเทียบสมบัติความต้านทานแรงดึงของยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมปาวด์ NR-bound-4-ADPA

จากรูปที่ 4.14 พบว่ายางธรรมชาติ มีความต้านทานต่อแรงดึงใกล้เคียงกับ ENR-30 และ NR-bound-4-ADPA ซึ่งอาจกล่าวได้ว่า ENR-30 และ NR-bound-4-ADPA สามารถเกิดผลึกเมื่อทำการดึงยืดได้เช่นเดียวกับยางธรรมชาติ ทำให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงใกล้เคียงกันกับยางธรรมชาติและเมื่อเปรียบเทียบระหว่างปริมาณหมู่มิซัวพบว่า เมื่อปริมาณหมู่มิซัวเพิ่มขึ้นแนวโน้มของความต้านทานต่อแรงดึง จะเพิ่มขึ้น โดยที่ NR-bound-4-ADPA จะให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงสูงสุด เนื่องจากสามารถเกิดผลึกเมื่อทำการดึงยืดได้สูง



รูปที่ 4.15 เปรียบเทียบสมบัติความทนทานต่อการยืดจนขาดของยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมปาวด์ NR-bound-4-ADPA

จากรูปที่ 4.15 พบว่ายางธรรมชาติมีความทนทานต่อการยืดจนขาดสูงกว่า ENR-30 และ NR-bound-4-ADPA ซึ่ง ENR-30 กับ NR-bound-4-ADPA มีความสามารถในการยืดจนขาดใกล้เคียงกัน ซึ่งอธิบายได้เช่นเดียวกับความต้านทานแรงดึง และเมื่อเปรียบเทียบความสามารถในการยืดจนขาดของยางที่ปริมาณหมู่มีซิว พบว่าเมื่อปริมาณหมู่มีซิวเพิ่มสูงขึ้น ความสามารถในการยืดจนขาดมีแนวโน้มลดลง เนื่องจากยางจะมีพันธะที่มี -C-O- linkage ค่อนข้างสูงจึงทำให้แตกหักได้ง่ายกว่า



รูปที่ 4.16 เปรียบเทียบสมบัติค่าโมดูลัสที่ระยะยืด 100%, 200% และ 300% ของยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติอิพอกไซด (ENR-30) และ ยางคอมปาวด์ NR-bound-4-ADPA

จากรูปที่ 4.16 พบว่าค่าโมดูลัสที่ระยะยืด 100%, 200% และ 300% ของยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติอิพอกไซด (ENR-30) และ ยางคอมปาวด์ NR-bound-4-ADPA มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณการมีหุมีขี้ผึ้ง เนื่องจากยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติอิพอกไซด (ENR-30) และ ยางคอมปาวด์ NR-bound-4-ADPA มีพันธะเชื่อมโยงกันเองได้ จึงทำให้ค่าโมดูลัสเพิ่มขึ้น โดยที่ยางคอมปาวด์ NR-bound-4-ADPA มีค่าโมดูลัสที่ระยะยืด 100%, 200% และ 300% สูงที่สุด

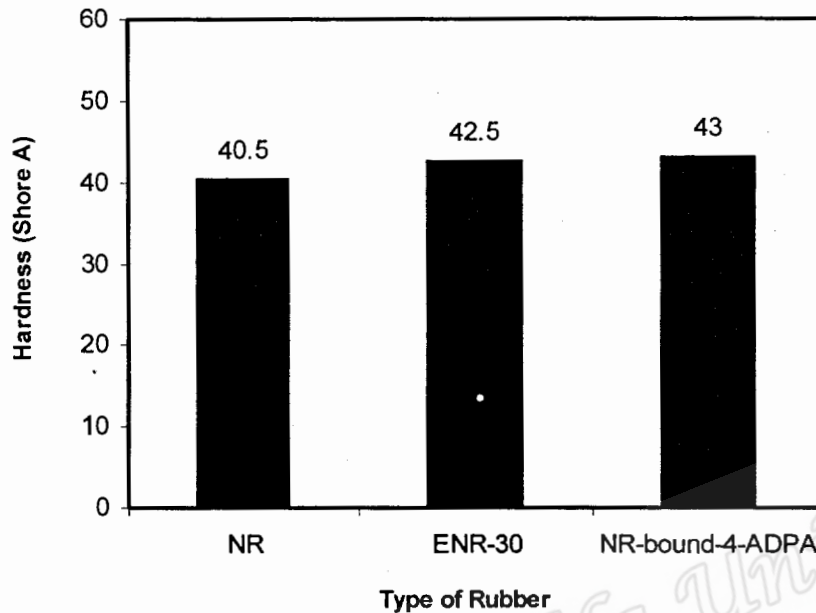
4.4.3 การทดสอบสมบัติความแข็ง (Hardness)

นำคอมปาว์ที่เตรียมได้จากหัวข้อ 3.3.4 และ 3.3.5 ทำการทดสอบสมบัติความแข็ง (Hardness) ได้ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.11 และรูปที่ 4.17

ตารางที่ 4.12 ความแข็ง (Shore A) ของยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปาวด์ยางธรรมชาติอิพอกไซด (ENR-30) และ ยางคอมปาวด์ NR-bound-4-ADPA

Properties	Types of rubbers		
	NR	ENR-30	NR-bound 4-ADPA
Hardness (Shore A)	40.5	42.5	43.0

จากตารางที่ 4.12 สามารถนำมาเขียนกราฟแสดงค่าความแข็ง (Shore A) ของยางคอมปอร์ตยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปอร์ตยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมปอร์ต NR-bound-4-ADPA ดังรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.17 เปรียบเทียบค่าความแข็งของยางคอมปอร์ตยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปอร์ตยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมปอร์ต NR-bound-4-ADPA

จากรูปที่ 4.17 การทดสอบความแข็งของยางโดยเครื่อง Shore A พบว่า ยาง NR-bound-4-ADPA ให้ความแข็งสูงสุด คือ 43.0 Shore A รองลงมาคือ ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) ให้ความแข็ง 42.5 Shore A และยางธรรมชาติ (NR) ให้ความแข็งต่ำสุด คือ 40.5 Shore A ซึ่งพบว่าเมื่อปริมาณหมู่มิซิวเพิ่มขึ้นความแข็งของยางจะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจาก NR-bound-4-ADPA เมื่อมีปริมาณหมู่อีพอกไซด์และหมู่อะมีนอยู่ในโครงสร้างจะทำให้มีสภาพขั้วในโมเลกุลเพิ่มขึ้นด้วย ส่งผลทำให้มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลของ NR-bound-4-ADPA สูงขึ้น ทำให้มีความแข็งเพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน ส่วนยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) นั้นมีหมู่อีพอกไซด์อยู่ในโครงสร้างจึงทำให้มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลสูงกว่ายางธรรมชาติ ซึ่งจะเห็นได้ว่ายางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) กับ NR-bound-4-ADPA มีค่าความแข็งของยางใกล้เคียงกันซึ่งต่างจากยางธรรมชาติที่เป็นยางไม่มีขั้ว

จากสมบัติต่างๆที่ได้กล่าวมา ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile strength) ความสามารถในการยืดจนขาด (Elongation at break) ค่าโมดูลัส (Modulus,%) และความแข็ง (Hardness) เมื่อนำยางธรรมชาติ (NR) ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ NR-bound-4-ADPA เปรียบเทียบกัน จะเห็นว่าการเพิ่มขึ้นของค่าโมดูลัส (Modulus,%) และความแข็ง (Hardness) สิ่งที่มาคือ การลดลงของความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile strength) ความสามารถในการยืดจนขาด (Elongation at break)

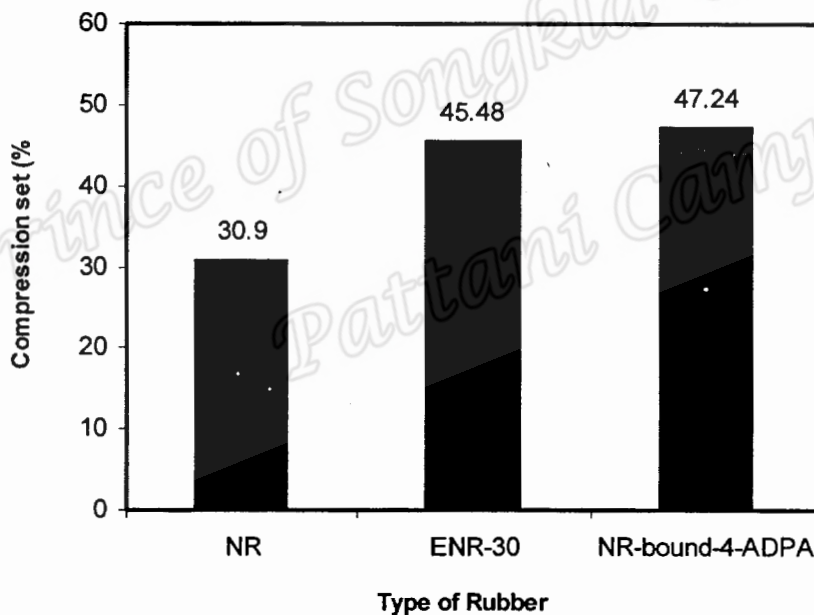
4.4.4 การทดสอบการผิดรูปจากการอัด (Compression set)

นำคอมเปาต์ที่เตรียมได้จากหัวข้อ 3.3.4 และ 3.3.5 ทำการทดสอบการผิดรูปจากการอัด (Compression set) ได้ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.13 และรูปที่ 4.18

ตารางที่ 4.13 การผิดรูปจากการอัดของยางคอมเปาต์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมเปาต์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และยางคอมเปาต์ NR-bound-4-ADPA

Properties	Types of Rubbers		
	NR	ENR-30	NR-bound-4-ADPA
Compression set (%)	30.90	45.48	47.24

จากตารางที่ 4.13 สามารถนำมาเขียนกราฟแสดงค่าการผิดรูปจากการอัด (Compression set) ของยางคอมเปาต์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมเปาต์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมเปาต์ NR-bound-4-ADPA ดังรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.18 เปรียบเทียบค่าการผิดรูปจากการอัด (Compression set) ของยางคอมเปาต์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมเปาต์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมเปาต์ NR-bound-4-ADPA

จากรูปที่ 4.18 เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบค่าการผิดรูปจากการอัด (Compression set) ของยางคอมเปาต์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมเปาต์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมเปาต์ NR-bound-4-ADPA พบว่า NR-bound-4-ADPA มีค่าการผิดรูปจากการอัดมากกว่ายางธรรมชาติอี

พอกไซต์ (ENR-30) และยางธรรมชาติตามลำดับ ทั้งนี้เชื่อว่าระดับการเชื่อมโยงภายในโครงสร้างโมเลกุลของ NR-bound-4-ADPA มีค่าต่ำกว่ายางธรรมชาติพอกไซต์ (ENR-30) และยางธรรมชาติตามลำดับ เนื่องจากการมีหมู่พอกไซต์และหมู่เอมีนเกาะอยู่บนโครงสร้างโมเลกุลยาง ทำให้เพิ่มความเกาะให้กับสายโซ่โมเลกุล ส่งผลทำให้ความยืดหยุ่น (chain flexibility) ลดลงซึ่งเป็นผลทำให้ยางคืนรูปได้น้อย

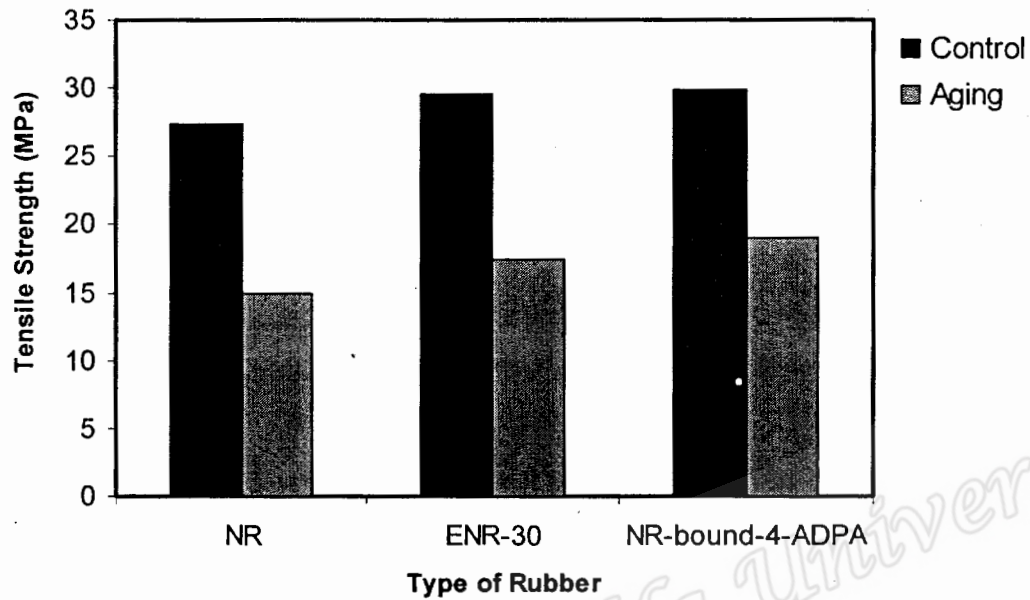
4.4.5 การทดสอบสมบัติความต้านทานต่อความร้อน

นำคอมเปาร์ที่เตรียมได้จากหัวข้อ 3.3.4 และ 3.3.5 มาทำการทดสอบสมบัติด้านความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืด โมดูลัสที่ 100% 200% และ 300% ทั้งก่อนและหลังการบ่มเร่งด้วยความร้อน ของยางคอมเปาร์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมเปาร์ยางธรรมชาติพอกไซต์ (ENR-30) และ ยางคอมเปาร์ NR-bound-4-ADPA ใช้อุณหภูมิในการทดสอบ 100 °C ระยะเวลาในการบ่มเร่ง คือ 24 hr ได้ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.14

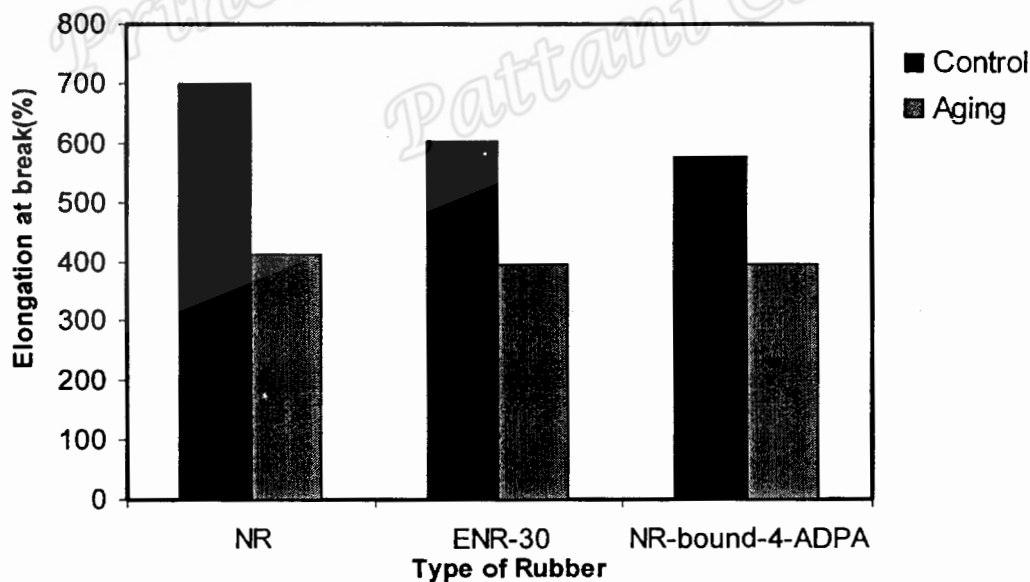
ตารางที่ 4.14 เปรียบเทียบสมบัติต่างๆ ของยางคอมเปาร์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมเปาร์ยางธรรมชาติพอกไซต์ (ENR-30) และยางคอมเปาร์ NR-bound-4-ADPA

Properties	Type of rubbers		
	NR	ENR-30	NR-bound 4-ADPA
TS (MPa), Control	27.44	29.61	29.92
TS (MPa), Aging	14.93	17.44	19.03
EB (%), Control	701.20	604.00	575.00
EB (%), Aging	410.8	395.6	394.0
100% Modulus (MPa), Control	0.87	0.84	0.90
100% Modulus (MPa), Aging	0.91	0.87	0.92
200% Modulus (MPa), Control	1.34	1.35	1.45
200% Modulus (MPa), Aging	1.45	1.42	1.51
300% Modulus (MPa), Control	2.12	2.19	2.24
300% Modulus (MPa), Aging	2.34	2.35	2.38

จากตารางที่ 4.14 สามารถนำมาเขียนกราฟแสดงค่าความต้านทานต่อแรงดึง (MPa) และค่าความสามารถในการยืด (%) ของยางคอมปोजิตยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปोजิตยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR-30) และ ยางคอมปोजิต NR-bound-4-ADPA ดังรูปที่ 4.19 และ 4.20 ตามลำดับ



รูปที่ 4.19 ความต้านทานต่อแรงดึง (MPa) ของชิ้นทดสอบควบคุม และหลังบ่มเร่งด้วยความร้อนของยางคอมปोजิตยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปोजิตยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR-30) และยางคอมปोजิต NR-bound-4-ADPA

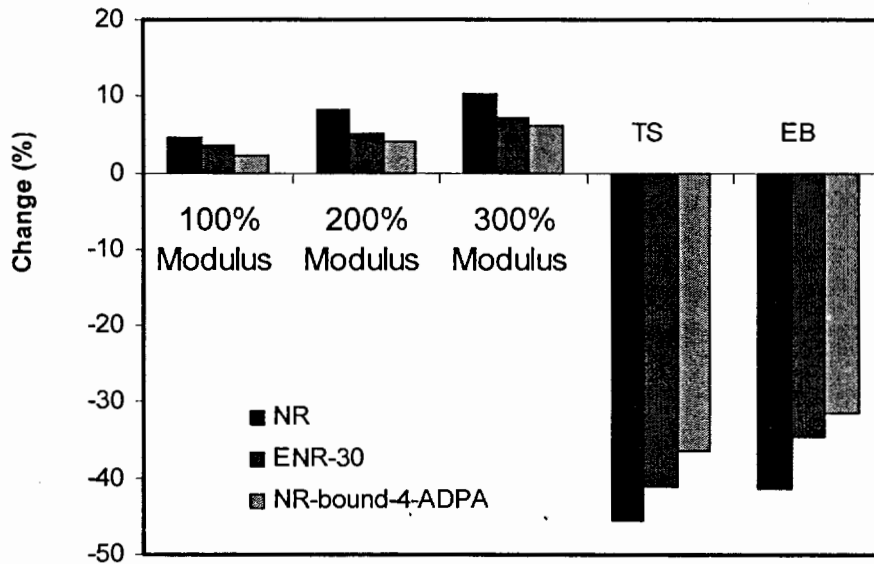


รูปที่ 4.20 ความสามารถในการยืด (%) ของชิ้นทดสอบควบคุม และหลังบ่มเร่งด้วยความร้อนของยางคอมปोजิตยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปोजิตยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR-30) และยางคอมปोजิต NR-bound-4-ADPA

จากผลการทดลองดังตารางที่ 4.14 และรูปที่ 4.19 และ 4.20 เปรียบเทียบสมบัติของยางคอมพอสิตยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมพอสิตยางธรรมชาติอิพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมพอสิต NR-bound 4-ADPA ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าความต้านทานต่อแรงดึง ยางคอมพอสิต NR-bound 4-ADPA มีความต้านทานต่อแรงดึงสูงที่สุด รองลงมายางคอมพอสิตยางธรรมชาติอิพอกไซด์ (ENR-30) และยางคอมพอสิตยางธรรมชาติ (NR) ตามลำดับ ส่วนค่าความสามารถในการยืดของยางคอมพอสิตยางธรรมชาติ (NR) มีค่าสูงที่สุด อีกทั้งยังพบว่าเมื่อทำการเปรียบเทียบความสามารถในการยืด (%) ของชิ้นทดสอบควบคุม และหลังบ่มเร่งด้วยความร้อนของยางคอมพอสิตยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมพอสิตยางธรรมชาติอิพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมพอสิต NR-bound-4-ADPA พบว่า ยางคอมพอสิต NR-bound-4-ADPA มีการเปลี่ยนแปลงสมบัติของความต้านทานต่อแรงดึง และ ความสามารถในการยืด น้อยที่สุด จากนั้นนำมาหา % ที่เปลี่ยนไปของสมบัติต่างๆ ของยาง แสดงดังตารางที่ 4.15

ตารางที่ 4.15 เปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของสมบัติต่างๆ ของยางคอมพอสิตยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมพอสิตยางธรรมชาติอิพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมพอสิต NR-bound-4-ADPA

Properties Change (%)	Types of rubbers		
	NR	ENR-30	NR- bound-4-ADPA
TS (MPa)	-45.59	-41.11	-36.40
EB (%)	-41.41	-34.50	-31.48
100% Modulus (MPa),	4.60	3.57	2.22
200% Modulus (MPa),	8.20	5.18	4.14
300% Modulus (MPa),	10.38	7.30	6.25



รูปที่ 4.21 เปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของสมบัติต่างๆ ของยางคอมพาวด์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมพาวด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมพาวด์ NR-bound-4-ADPA

จากรูปที่ 4.21 เปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงยางคอมพาวด์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมพาวด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-30) และ ยางคอมพาวด์ NR-bound-4-ADPA จะเห็นว่าหลังการบ่มเร่ง สมบัติความต้านทานต่อแรงดึง และความสามารถในการยึดพบบว่าจะมีค่าลดลง ส่วนค่าโมดูลัสที่ระเหยยึด 100%, 200% และ 300% พบว่าจะมีค่าเพิ่มขึ้น และยางคอมพาวด์ที่มีการเปลี่ยนแปลงหลังบ่มเร่งด้วยความร้อนน้อยที่สุดคือ ยางคอมพาวด์ NR-bound-4-ADPA ดังรูปที่ 4.23 ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Perera(1990) ที่พบว่าหลังการบ่มเร่ง ยางที่เกาะติดสารด้านออกซิเดชันมีสมบัติการเปลี่ยนแปลงหลังบ่มเร่งด้วยความร้อนน้อยกว่ายางที่ผสมสารด้านออกซิเดชันแบบวิธีปกติ

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

ปริมาณการเกาะติดของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA บนโมเลกุลยางธรรมชาติพบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณสาร 4-ADPA ในการทำปฏิกิริยาจะส่งผลให้เกิดการเกาะติดสารต้านออกซิเดชันบนโมเลกุลของยางธรรมชาติเพิ่มมากขึ้นปริมาณของสาร 4-ADPA ที่เข้าไปเกาะติดบนโมเลกุลของยางธรรมชาติซึ่งได้เท่ากับ 1 phr ที่อุณหภูมิ 80 °C เวลา 3 hr

ยางธรรมชาติเกาะติดสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA ที่ได้มีลักษณะเป็นของแข็งสีดำ ตำแหน่งพีคของการดูดกลืนแสง ปรากฏสเปกตรัมที่ 1596 cm^{-1} และ 3380 cm^{-1} การเกาะติดของ 4-ADPA บนยางธรรมชาติเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น

การเกาะติดสาร 4-ADPA ลงบนโมเลกุลของยางธรรมชาติโดยใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 80 °C ที่เวลา 3, 6, 12 และ 24 ชั่วโมง พบว่าเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น และยางเกิดการเจลเพิ่มขึ้นอันเนื่องมาจากมีสาร 4-ADPA ประพฤติตัวเป็น Crosslinking agent

ความต้านทานต่อการถูกออกซิไดซ์ของยางธรรมชาติ (NR) ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR 30) และ NR-bound-4-ADPA พบว่า NR-bound-4-ADPA มีความต้านทานต่อการถูกออกซิไดซ์สูงกว่า ยางธรรมชาติอีพอกไซค์และยางธรรมชาติตามลำดับ

สมบัติการสลายตัวของยางธรรมชาติ (NR) ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR 30) และ NR-bound-4-ADPA พบว่า NR-bound-4-ADPA มีอุณหภูมิการสลายตัวที่สูงกว่ายางธรรมชาติอีพอกไซค์และยางธรรมชาติ ตามลำดับ

จากการเปรียบเทียบสมบัติการวัลคาไนซ์ของยางผสมสารเคมี (ยางคอมเพาต์) ยาง NR-bound 4-ADPA ยางคอมเพาต์ยางธรรมชาติ (NR) และยางคอมเพาต์ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR-30) ที่ผสมกับสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA โดยตรงแบบวิธีปกติ เมื่อพิจารณาสมบัติการวัลคาไนซ์พบว่า เมื่อเปรียบเทียบระหว่างยางคอมเพาต์ยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมเพาต์ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR-30) และ ยางคอมเพาต์ NR-bound 4-ADPA โดยลักษณะของความสัมพันธ์ค่าทอร์กกับเวลาของการวัลคาไนซ์เป็นแบบรีเวอร์สชัน และเมื่อเปรียบเทียบอัตราการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติมีค่ามากกว่ายางธรรมชาติอีพอกไซค์ และ NR-bound-4-ADPA ตามลำดับ

สมบัติความต้านทานต่อแรงดึงระหว่างยางคอมเพาต์ NR-bound-4-ADPA พบว่า NR-bound-4-ADPA มีค่าความต้านทานต่อแรงดึงสูงสุด

ในขณะที่ความทนทานต่อการยืดจนขาด พบว่า ยางคอมเพาต์ NR-bound-4-ADPA มีความทนทานต่อการยืดจนขาดสูงสุด

เมื่อเปรียบเทียบค่าโมดูลัสที่ระยะยึด 100%, 200% และ 300% พบว่ายางคอมปोजิต NR-bound-4-ADPA มีค่าโมดูลัสที่ระยะยึด 100%, 200% และ 300% สูงที่สุด

ค่าความแข็งของยางคอมปोजิตยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปोजิตยางธรรมชาติอิพอกไซค์ (ENR-30) และยางคอมปोजิต NR-bound-4-ADPA พบว่า ยาง NR-bound-4-ADPA ให้ค่าความแข็งสูงที่สุด รองลงมาคือ ยางธรรมชาติอิพอกไซค์ (ENR-30) และยางธรรมชาติมีค่าความแข็งต่ำสุด

ส่วนค่าผิดรูปจากการอัดของยางคอมปोजิตยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปोजิตยางธรรมชาติอิพอกไซค์ (ENR-30) และ ยางคอมปोजิต NR-bound-4-ADPA พบว่า NR-bound-4-ADPA มีค่าการผิดรูปจากการอัดมากกว่ายางธรรมชาติอิพอกไซค์ (ENR-30) และยางธรรมชาติ (NR) ตามลำดับ

นอกจากนี้สมบัติความต้านทานต่อความร้อนโดยพิจารณา การเปลี่ยนแปลงของยางคอมปोजิตยางธรรมชาติ (NR) ยางคอมปोजิตยางธรรมชาติอิพอกไซค์ (ENR-30) และ ยางคอมปोजิต NR-bound-4-ADPA พบว่าหลังการบ่มเร่งสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง และความสามารถในการยึดจนขาด พบว่ามีค่าลดลง ส่วนค่าโมดูลัสที่ระยะยึด 100%, 200% และ 300% พบว่ามีค่าเพิ่มขึ้น และยางคอมปोजิตที่มีสมบัติการเปลี่ยนแปลงหลังบ่มเร่งด้วยความร้อนน้อยที่สุด คือ ยางคอมปोजิต NR-bound-4-ADPA

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ควรนำยางธรรมชาติเกาะติดของสารต้านออกซิเดชัน 4-ADPA ไปใช้ในการออกสูตรยางในการทำผลิตภัณฑ์ยาง

5.2.2 ควรศึกษาการเกาะติดของสารต้านทานการออกซิเดชันในกลุ่มเอมีนตัวอื่นๆ