

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

อุปกรณ์การวิจัย

1. เบ้าพิมพ์ทำด้วยสแตนเลส มีความกว้าง 12 cm และความยาว 12 cm
2. มีดสำหรับกรีดยางบนเครื่องบดสองลูกกลิ้ง
3. เวอร์เนียบคาลิเปอร์
4. เครื่องวัดความหนา ความละเอียด 0.01 mm
5. นาฬิกาจับเวลา
6. ตู้ดูดความชื้น
7. กระดาษชั่งสาร
8. ซ้อนตักสารพลาสติก
9. เบ้าสแตนเลสสำหรับเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบความต้านทานต่อการสึกหรอ ตามมาตรฐาน BS 903 Part A9 Method C Akron machine
10. ใบบีมัดวงกลมสำหรับตัดชิ้นตัวอย่างทดสอบการบวมตัว ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 8 mm
11. ขวดทดลองมีฝาปิด ขนาด 15 ml

เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

1. เครื่องบดสองลูกกลิ้ง ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 นิ้ว ยาว 8 นิ้ว ผลิตโดยบริษัท YASUDA SEIKI รุ่น 191 – TM
2. เครื่องอัดความดัน ผลิตโดยบริษัท Kao Tieh รุ่น KT – 7014
3. เครื่องชั่งความละเอียด 2 ตำแหน่ง ผลิตโดยบริษัท Mettler
4. เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง ผลิตโดยบริษัท Mettler
5. เครื่องตัดชิ้นตัวอย่างรูปดัมเบลล์ ตามมาตรฐาน ASTM D412 แบบ Die C
6. เครื่องตัดชิ้นตัวอย่างสำหรับทดสอบความต้านทานต่อการนิกขาดแบบมูม ตามมาตรฐาน ASTM D 624 แบบ Die C
7. ตู้อบแบบเกียร์ ผลิตโดยบริษัท ESPEC (TABAI ESPEC CORP.)
8. ตู้อบไอโซน ผลิตโดยบริษัท TOYOSEIKI รุ่น PPHM - S

9. เครื่องทดสอบคุณสมบัติการดึงยืด ผลิตโดยบริษัท LLOYD instrument รุ่น LR10K
10. เครื่องทดสอบความต้านทานต่อการสึกหรอ ผลิตโดยบริษัท YASUDA รุ่น Akron type BS 902
11. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) ผลิตโดยบริษัท JEOL รุ่น JSM-5800 LV
12. เครื่องวิเคราะห์ทางกลศาสตร์ความร้อนเชิงพลวัต (Dynamic Mechanical Thermal Analysis : DMTA) Rheometric Scientific รุ่น DMTA V
13. เครื่องทดสอบการวัลคาไนซ์ของยาง ผลิตโดยบริษัท Alpha Technologies รุ่น Rheometer MDR 2000 ตามมาตรฐาน ASTM D5289

สารเคมี

1. ยางธรรมชาติ ชนิดควบคุมความหนืด (STR 5L CV 60) จากบริษัทจะนะน้ำยาง จำกัด
2. ยางสังเคราะห์ชนิดคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทิลีน (Chlorosulfonated polyethylene : CSM) ชนิด Hypalon[®] 40 ผลิตโดยบริษัท DuPont Dow Elastomers Pte. Ltd.
3. ยางธรรมชาติอีพ็อกไซด์ (Epoxydized natural rubber) ชนิด Epoxyprene[®] 25 (ENR25) และชนิด Epoxyprene[®] 50 (ENR50) ผลิตโดยบริษัท Kupulan GuthrienBerhad Malaysia
4. กรดสเตียริก (Stearic acid) ทำหน้าที่เป็นสารช่วยบดย่อยยาง เพื่อให้ยางนึ่งเร็วขึ้น และเป็นสารตัวกระตุ้น จากบริษัททกิจไพบูลย์เคมี จำกัด
5. ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide) ชนิด White seal ทำหน้าที่เป็นสารตัวกระตุ้น (Activators) จากบริษัท Univenture Public Co., Ltd.
6. Butylated reaction product of p-cresol and dicyclopentadiene (Wingstay[®] L) ทำหน้าที่เป็นสารแอนติออกซิแดนท์ (Antioxidant) ผลิตโดยบริษัท Goodyears Co., Ltd.
7. N-cyclohexyl-2-benzothiazyl sulphenamide (CBS) ทำหน้าที่เป็นสารตัวเร่ง (Accelerator) จากบริษัทเคมีอินโนเวชัน จำกัด
8. Dibenzothiazyl disulphide (MBTS) ทำหน้าที่เป็นสารตัวเร่งและสารวัลคาไนซ์ จากบริษัททกิจไพบูลย์เคมี จำกัด
9. Tetramethyl thiuramdisulphide (TMTD) ทำหน้าที่เป็นสารตัวเร่ง จากบริษัททกิจไพบูลย์เคมี จำกัด
10. ซัลเฟอร์ (Sulphur) ทำหน้าที่เป็นสารวัลคาไนซ์ (Vulcanizing agent หรือ Curing agent) จากบริษัทสยามเคมี จำกัด

11. แมกนีเซียมออกไซด์ (High activity magnesium oxide (Maglite[®] D) Magnesia) ทำหน้าที่เป็นสารช่วยในการจับกรด (Acid acceptor) ที่เกิดขึ้นในระหว่างการวัลคาไนซ์ของยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทิลีน ผลิตโดยบริษัท Sunny World Co., Ltd.
12. Pentaerythritol (Hercules[®] PE-200) ทำหน้าที่เป็นสารตัวกระตุ้น ใช้คู่กับแมกนีเซียมออกไซด์ ผลิตโดยบริษัท Hercules, Inc.
13. Dipentamethylene thiuram tetrasulfide (Tentrone[®] A) ทำหน้าที่เป็นสารวัลคาไนซ์สำหรับยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทิลีน ผลิตโดยบริษัท DuPont Dow Elastomers Pte. Ltd.
14. เอทิลีนไกลคอล (PEG 4000[®]) ทำหน้าที่เป็นสารตัวกระตุ้น จากบริษัทเคมีอินโนเวชัน จำกัด
15. Struktol[®] 60 NS ทำหน้าที่เป็นสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ (Compatibilizers หรือ Homoginizing agents) จากบริษัทเคมีอินโนเวชัน จำกัด เป็นของผสมของอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอนที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ มีความหนาแน่น 0.95 g/cm³ และมีจุดอ่อนตัวที่ 100°C
16. แคลเซียมสเตียเรต (Calcium stearate) ทำหน้าที่เป็นสารช่วยในการจับกรดที่เกิดจากหมู้อีพ็อกซีในยางธรรมชาติอีพ็อกไซด์ จากบริษัทเคมีอินโนเวชัน จำกัด
17. แคลเซียมคาร์บอเนต (Calcium carbonate) ทำหน้าที่เป็นสารตัวเติม (Fillers) จากบริษัททิก-ไพบูลย์เคมี จำกัด
18. น้ำมัน ASTM เบอร์ 1 มีค่าอะนิลีนพอยน์ (aniline point) $124 \pm 1^{\circ}\text{C}$ ค่าความหนืดไคเนมาติก (kinematic viscosity) ที่ 99°C 18.7 – 21.0 mm²/s และมีค่าแฟลชพอยน์ (flash point COC) ต่ำสุด 243°C
19. น้ำมัน IRM 903 มีค่าอะนิลีนพอยน์ (aniline point) $70 \pm 1^{\circ}\text{C}$ ค่าความหนืดไคเนมาติก (kinematic viscosity) ที่ 38°C 31.9 – 34.1 mm²/s และมีค่าแฟลชพอยน์ (flash point COC) ต่ำสุด 163°C ค่าความถ่วง (gravity, API 16°C) 21.0 – 23.0 ค่ารีแฟร็กทีฟอินเดกซ์ (refractive index) 1.5026 และมีปริมาณอะโรมาติก (aromatic, C_A) 14%

วิธีดำเนินการทดลอง

1. การเตรียมสูตรยางธรรมชาติและสูตรยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทิลีน (CSM) ที่เหมาะสมเพื่อนำไปใช้เป็นสูตรของยางผสม โดยมีขั้นตอนการทดลองดังนี้
 - 1.1. นำยางธรรมชาติและยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทิลีน ผสมกับสารเคมีในปริมาณต่างๆ ตามสูตรดังแสดงในตารางที่ 3.1 และตารางที่ 3.2 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 สูตรต่างๆของยางธรรมชาติ (หน่วยเป็น phr)

สารเคมี	สูตรที่ 1 (NR1)	สูตรที่ 2 (NR2) ^a	สูตรที่ 3 (NR3) ^b	สูตรที่ 4 (NR4)	สูตรที่ 5 (NR5)
STR 5L CV 60	100	100	100	100	100
Stearic acid	1.0	2.0	2.0	2.0	2.0
ZnO	5.0	10.0	5.0	5.0	5.0
Wingstay [®] L	1.0	3.0	2.0	1.0	1.0
CBS	-	0.6	1.4	1.2	1.5
MBTS	0.75	-	-	-	-
TMTD	0.3	-	0.4	-	-
Sulfur	1.5	2.8	0.35	2.5	1.5

หมายเหตุ : ^a Morton, 1987 : 205^b Morton, 1987 : 203

ตารางที่ 3.2 สูตรต่างๆของยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทธิลีน (หน่วยเป็น phr)

สารเคมี	สูตรที่1 (C1) ^a	สูตรที่2 (C2) ^b	สูตรที่3 (C3) ^b	สูตรที่4 (C4) ^b	สูตรที่5 (C5)	สูตรที่6 (C6)	สูตรที่7 (C7)	สูตรที่8 (C8)	สูตรที่9 (C9)	สูตรที่10 (C10)	สูตรที่11 (C11)	สูตรที่12 (C12)	สูตรที่13 (C13)
CSM	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
CaCO ₃	-	65	35	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Stearic acid	-	-	1.0	1.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-
MgO	4.0	3.0	4.0	4.0	5.0	4.0	7.0	1.0	5.0	5.0	5.0	20.0	5.0
PE-200 [®]	3.0	6.0	3.0	3.0	3.0	-	-	-	5.0	5.0	3.0	-	3.0
PEG 4000 [®]	-	2.0	-	-	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	4.0	2.0
ZnO	-	-	-	-	-	1.0	-	-	-	-	-	-	-
Tetrone [®] A	2.0	1.5	2.0	2.0	2.0	1.0	-	1.5	-	1.5	-	-	-
MBTS	-	1.5	1.5	1.5	0.5	-	1.0	-	-	0.5	-	-	-
TMTD	-	-	-	-	-	1.5	0.5	-	2.0	-	2.0	-	-
Sulfur	-	0.7	-	-	-	-	-	-	1.0	-	1.0	-	-
DCP	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5.0	5.0

หมายเหตุ : ^a Morton, 1987 : 363

^b บริษัท PI Industry Ltd.

ทำการผสมยางและสารเคมีด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง การผสมยางธรรมชาติกับสารเคมีจะใช้เวลาในการผสมประมาณ 17 นาที โดยใน 2 นาทีแรก จะบดยางให้หืนม แล้วจึงเติมสารเคมีลงไปโดยเรียงตามลำดับ (ดังแสดงในตารางที่ 3.1) เมื่อเติมสารเคมีครบทุกชนิดแล้ว จะทำการบดต่อไปอีกประมาณ 3 นาที เพื่อให้สารเคมีกระจายในยางคอมปาวด์ได้ดีขึ้น จากนั้นจึงรีดยางคอมปาวด์เป็นแผ่นหนาประมาณ 2 mm เพื่อนำไปขึ้นรูปต่อไป

ส่วนยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทิลีน จะใช้เวลาในการผสมทั้งหมดประมาณ 25 นาที โดยต้องรีดยางให้เป็นแผ่นเพื่อให้พันลูกกลิ้ง แล้วจึงเติมสารเคมีต่างๆลงไปโดยเรียงตามลำดับ (ดังตารางที่ 3.2) เมื่อเติมสารเคมีครบทุกชนิดแล้ว บดยางต่อไปอีก 5 นาที เพื่อให้สารเคมีกระจายตัวในยางคอมปาวด์ได้ดีขึ้น จากนั้นจึงรีดยางคอมปาวด์เป็นแผ่นหนาประมาณ 2 mm เพื่อนำไปขึ้นรูปในลำดับต่อไป

1.2 นำยางคอมปาวด์ของยางทั้งสองชนิดประมาณ 5 g ไปทดสอบด้วยเครื่อง MDR เพื่อหาเวลาในการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์ทั้งสองชนิด โดยใช้อุณหภูมิในการทดสอบ 150°C แต่ก่อนที่จะนำยางคอมปาวด์ไปหาเวลาในการวัลคาไนซ์ จะวางยางคอมปาวด์ไว้อย่างน้อย 16 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง หลังจากทำการผสมเสร็จแล้ว

1.3 นำยางคอมปาวด์ที่ทราบเวลาในการวัลคาไนซ์แล้วไปทำการขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดความดัน ที่อุณหภูมิ 150°C โดยใช้ความดัน 500 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร ใช้เวลาในการขึ้นรูปตามเวลาการวัลคาไนซ์ที่ได้จากเครื่อง MDR จะได้แผ่นยางที่มีความหนาประมาณ 1.5 mm นำไปทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึง เพื่อนำผลการทดสอบที่ได้ไปพิจารณาเลือกสูตรที่ต้องการนำไปใช้ในการเตรียมยางผสมต่อไป

2. การเตรียมยางผสมระหว่างยางธรรมชาติกับยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทิลีน

หลังจากทำการทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึงของยางธรรมชาติและยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทิลีน เลือกสูตรยางธรรมชาติและสูตรยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทิลีนที่ให้ค่าความทนต่อแรงดึงสูง โดยทำการเลือกสูตรที่มีค่าความทนต่อแรงดึงมากกว่า 18 MPa ซึ่งจากผลการทดสอบ จะได้สูตรยางธรรมชาติที่เหมาะสม 3 สูตร คือ สูตรที่ 1, สูตรที่ 2 และสูตรที่ 5 ส่วนสูตรยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทิลีน จะได้สูตรที่เหมาะสม 2 สูตร คือ สูตรที่ 1 และสูตรที่ 4 กำหนดสัญลักษณ์แทนสูตรยางธรรมชาติ และสูตรยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทิลีน ดังนี้

ยางธรรมชาติสูตรที่ 1 แทนด้วย NR1

ยางธรรมชาติสูตรที่ 2 แทนด้วย NR2

ยางธรรมชาติสูตรที่ 5 แทนด้วย NR5

ยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทรีลีนสูตรที่ 1 แทนด้วย C1

ยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทรีลีนสูตรที่ 4 แทนด้วย C4

สูตรยางผสมแสดงในตารางที่ 3.3 การเตรียมยางผสมจะแปรปริมาณอัตราส่วนระหว่างยางธรรมชาติต่อยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทรีลีนตั้งแต่ 80/20 – 20/80 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก การวิจัยนี้ศึกษายางผสม 5 สูตรและกำหนดสัญลักษณ์แทนสูตรยางผสมดังนี้

ยางผสมสูตรที่ 1 แทนด้วย B1 (ได้จาก NR1 ผสมกับ C1)

ยางผสมสูตรที่ 2 แทนด้วย B2 (ได้จาก NR1 ผสมกับ C4)

ยางผสมสูตรที่ 3 แทนด้วย B3 (ได้จาก NR2 ผสมกับ C4)

ยางผสมสูตรที่ 4 แทนด้วย B4 (ได้จาก NR5 ผสมกับ C4)

ยางผสมสูตรที่ 5 แทนด้วย B5 (ได้จาก NR1 ผสมกับ C1 และเติม Struktol® 60 NS 3.0 phr)

ตารางที่ 3.3 สูตรยางผสม (หน่วยเป็น phr)

สารเคมี	ยางผสม				
	สูตรที่ 1 (B1)	สูตรที่ 2 (B2)	สูตรที่ 3 (B3)	สูตรที่ 4 (B4)	สูตรที่ 5 (B5)
STR 5L CV 60	80 – 20	80 – 20	80 – 20	80 – 20	80 – 20
CSM	20 – 80	20 – 80	20 – 80	20 – 80	20 – 80
Stearic acid	1.0	1.0/1.0*	2.0/1.0*	2.0/1.0*	1.0
MgO	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0
PE-200®	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
ZnO	5.0	5.0	10.0	5.0	5.0
Wingstay® L	1.0	1.0	3.0	1.0	1.0
Tetrone® A	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
CBS	-	-	0.6	1.5	-
MBTS	0.75	0.75/1.5*	1.5	1.5	0.75
TMTD	0.3	0.3	-	-	0.3
Sulfur	1.5	1.5	2.8	1.5	1.5
Struktol® 60 NS	-	-	-	-	3.0

หมายเหตุ * เลขตัวหน้าเป็นปริมาณที่ใช้กับยางธรรมชาติ และเลขตัวหลังเป็นปริมาณที่ใช้กับยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทรีลีน

การเตรียมยางผสม ต้องทำการบดยางธรรมชาติเป็นเวลา 2 นาที เพื่อให้ยางธรรมชาตินุ่มมากขึ้น ซึ่งจะช่วยให้ผสมเข้ากับยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทรีนได้ง่ายขึ้น หลังจากบดยางธรรมชาติแล้ว จึงนำยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทรีนบดรวมกับยางธรรมชาติ โดยใช้เวลาในการบด 8 นาที เพื่อให้ยางทั้งสองชนิดผสมเข้ากันได้ดี จากนั้นจึงเติมสารเคมีลงไปโดยเรียงตามลำดับ (ดังแสดงในตารางที่ 3.3) รวมเวลาในการผสมยางผสม 23 นาที และเก็บยางคอมปาวด์ที่ได้เป็นแผ่น เพื่อนำไปขึ้นรูปเป็นลำดับต่อไป การหาเวลาในการวัลคาไนซ์และการขึ้นรูปนั้น ใช้วิธีการเดียวกันกับการหาเวลาในการวัลคาไนซ์และการขึ้นรูปของยางธรรมชาติ

3. การเตรียมยางผสม เมื่อใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้

เนื่องจากยางธรรมชาติและยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทรีน มีสภาพขั้วที่แตกต่างกัน จึงผสมให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกันได้ยาก จึงนำสารที่ช่วยเพิ่มความเข้ากันได้เติมลงในยางผสม ซึ่งสารที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้มี 2 ชนิด คือ Struktol® 60 NS และยางธรรมชาติอีพ็อกซิไคซ์ (Epoxydized natural rubber : ENR) ชนิด Epoxyprene® 25 (ENR25)

3.1 เมื่อใช้ Struktol® 60 NS เป็นสารที่ช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ซึ่งจะแบ่งเป็น 2 กรณี คือ

3.1.1 เติม Struktol® 60 NS ปริมาณ 3.0 phr ลงในยางผสมสูตรที่ 1 (B1) ทุกอัตราส่วนระหว่างยางธรรมชาติกับยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทรีน โดยในขั้นตอนของการผสมนั้น จะทำการผสม Struktol® 60 NS กับยางธรรมชาติก่อน เมื่อผสมเข้ากันได้ดีแล้ว จึงนำยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทรีนมาผสมกับยางธรรมชาติดังกล่าว เมื่อยางทั้งสองชนิดกระจายเป็นเนื้อเดียวกันแล้ว จึงเติมสารเคมีต่างๆ ลงไปตามลำดับ จากนั้นจึงนำยางคอมปาวด์ที่ได้ไปหาเวลาในการวัลคาไนซ์และขึ้นรูป ได้เป็นยางผสมที่พร้อมจะนำไปทดสอบสมบัติต่างๆต่อไป และนำไปตรวจสอบความเข้ากันได้ของยางผสม เพื่อนำข้อมูลที่ได้ไปเปรียบเทียบกับยางผสมที่ไม่มีการเติมสารที่ช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ และกำหนดสัญลักษณ์แทนยางผสมสูตรนี้เป็น B5

3.1.2 เติม Struktol® 60 NS ในปริมาณ 1.0 และ 3.0 phr ในสูตรยางผสมทุกสูตร (ได้แก่ B1 – B4) ที่อัตราส่วนระหว่างยางธรรมชาติต่อยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทรีนเป็น 70/30 โดยมีขั้นตอนการเตรียมยางผสมเช่นเดียวกับในกรณีข้อ 3.1.1

3.2 เมื่อใช้ยางธรรมชาติอีพ็อกซิไคซ์เป็นสารที่ช่วยเพิ่มความเข้ากันได้

เนื่องจากยางธรรมชาติอีพ็อกซิไคซ์สามารถผสมเข้ากันได้ดีกับยางธรรมชาติและยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทรีน โดยในขั้นตอนการผสมนั้น จะทำการผสมยางธรรมชาติ-อี

พ็อกซีไคซ์กับยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทธิลีนให้เข้ากันก่อน แล้วจึงนำไปผสมกับยางธรรมชาติ บดยางทั้ง 3 ชนิดให้เข้ากัน ซึ่งใช้เวลาในการบดยางให้เข้ากันประมาณ 8 นาที เมื่อยางผสมเข้ากันได้ดีแล้ว จึงเติมสารเคมีต่างๆลงไปตามลำดับ จากนั้นนำยางคอมปาวด์ไปหาเวลาในการวัลคาไนซ์และขึ้นรูป

เลือกยางผสมที่อัตราส่วนระหว่างยางธรรมชาติต่อยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทธิลีนเป็น 70/30 ของยางผสมทั้ง 4 สูตร (B1 – B4) แล้วเติมยางธรรมชาติพ็อกซีไคซ์ลงในยางผสมดังกล่าว ในปริมาณ 1.0, 3.0 และ 5.0 phr และเติมแคลเซียมสเตียเรต 3.0 phr (ตามปริมาณยางธรรมชาติพ็อกซีไคซ์ที่ใช้ในยางผสม) ส่วนปริมาณสารเคมีชนิดอื่นๆ แสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 สูตรยางธรรมชาติพ็อกซีไคซ์

สารเคมี	ปริมาณที่ใช้ (phr)
ENR	100
Calcium stearate	3.0
Stearic acid	2.0
ZnO	5.0
Wingstay [®] L	1.0
CBS	1.5
Sulfur	1.5

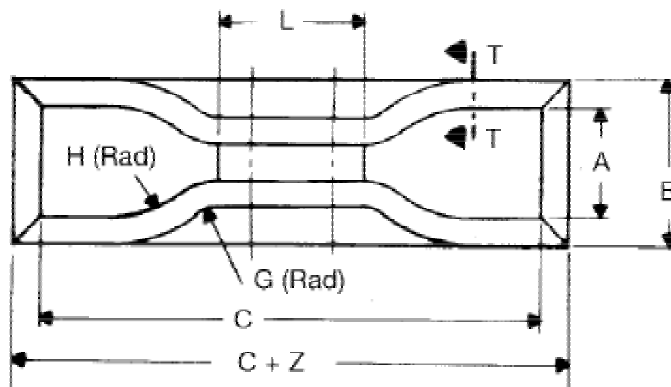
นำยางผสมที่ได้ไปทดสอบสมบัติต่างๆและตรวจสอบความเข้ากันได้ด้วยเครื่อง SEM เพื่อศึกษาผลของยางธรรมชาติพ็อกซีไคซ์ที่มีต่อความเข้ากันได้ของยางผสม เปรียบเทียบผลการทดสอบที่ได้กับผลการทดสอบสมบัติต่างๆและความเข้ากันได้ของยางผสมที่ไม่มีการเติมสารที่ช่วยเพิ่มความเข้ากันได้และยางผสมที่เติม Struktol[®] 60 NS

4. การทดสอบสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติ ยางคลอโรซัลโฟเนตเตตพอลิเอทธิลีน และยางผสม

4.1 การทดสอบความทนต่อแรงดึง (Tensile test)

4.1.1 นำแผ่นยางที่ขึ้นรูปแล้วตัดเป็นชิ้นตัวอย่าง เพื่อทดสอบความทนต่อแรงดึง โดยตัดชิ้นตัวอย่างเป็นรูปดัมเบลล์ ตามมาตรฐาน ASTM D 412 ซึ่งใช้เครื่องตัดชิ้นตัวอย่างแบบ Die C ดังรูปที่

3.1 วัดความหนาของชิ้นตัวอย่าง 3 ตำแหน่งในช่วงระยะ L หาค่าเฉลี่ยของความหนาที่วัดได้ และวัดความกว้างในช่วงความยาวนี้ด้วย

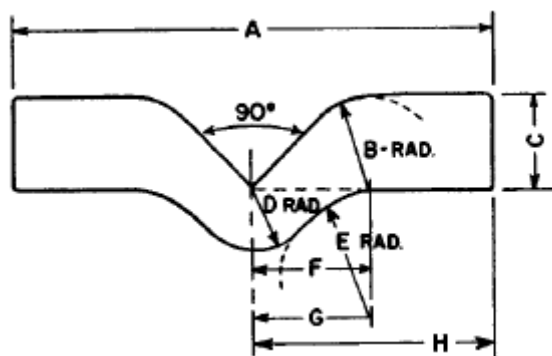


รูปที่ 3.1 ชิ้นทดสอบรูปดัมเบลล์ (Die C) สำหรับการทดสอบความทนต่อแรงดึง

4.1.2 นำชิ้นตัวอย่างไปทดสอบความทนต่อแรงดึงด้วยเครื่องทดสอบคุณสมบัติการดึง โดยใช้ความเร็วในการดึงยืด 500 mm/min บันทึกค่าความเค้นที่จุดขาด (stress at break) หรือค่าความทนต่อแรงดึง (tensile strength) และค่าการยืด ณ จุดขาด (elongation at break)

4.2 การทดสอบการฉีกขาด (Tear test)

4.2.1 ตัดชิ้นตัวอย่างจากแผ่นยางผสมที่ผ่านการขึ้นรูปแล้ว โดยจะตัดชิ้นตัวอย่างตามมาตรฐาน ASTM D 624 แบบมุม (Die C) ดังแสดงในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 ชิ้นทดสอบแบบมุม (Die C) สำหรับการทดสอบการฉีกขาด

4.2.2 วัดความหนาของชิ้นตัวอย่าง 3 ตำแหน่ง คือ บริเวณมุม 90° ของชิ้นตัวอย่าง ตามความกว้างของชิ้นตัวอย่าง หาค่าเฉลี่ยของความหนาที่วัดได้

4.2.3 ทดสอบชิ้นตัวอย่างด้วยเครื่องทดสอบคุณสมบัติการดึง โดยใช้ความเร็วในการทดสอบ 500 mm/min ดึงชิ้นตัวอย่างจนฉีกขาด และบันทึกค่าแรงดึงสูงสุดที่ทำให้ชิ้นตัวอย่างฉีกขาด เพื่อนำ

มาคำนวณหาค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดหรือความทนต่อการฉีกขาด (tear strength) ตามสูตรในการคำนวณ ดังนี้

$$T_s = \frac{F}{d} \quad (1)$$

เมื่อ T_s เป็นค่าความทนต่อแรงดึง (tear strength) มีหน่วยเป็น N/mm

F เป็นค่าแรงสูงสุด (maximum force) มีหน่วยเป็น N

d เป็นค่าความหนาของชิ้นตัวอย่าง มีหน่วยเป็น mm

4.3 การทดสอบการบ่มเร่ง (Ageing test)

4.3.1 ตัดชิ้นตัวอย่างเป็นรูปดัมเบลล์ แบบ Die C ตามมาตรฐาน ASTM D412 เช่นเดียวกับการเตรียมตัวอย่างสำหรับทดสอบความทนต่อแรงดึง

4.3.2 อบชิ้นตัวอย่างในตู้อบแบบเกียร์ (gear oven) ตามมาตรฐาน ASTM D 573 เป็นเวลา 7 วัน ที่อุณหภูมิ 70°C เมื่ออบชิ้นตัวอย่างครบตามเวลาที่กำหนดไว้แล้ว จึงนำชิ้นตัวอย่างออกจากตู้อบ และเก็บไว้ในที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาอย่างน้อย 12 ชั่วโมงก่อนนำไปทดสอบ เพื่อปรับสภาพของชิ้นตัวอย่าง

4.3.3 ทดสอบความทนต่อแรงดึงของชิ้นตัวอย่างที่บ่มเร่งด้วยเครื่องทดสอบคุณสมบัติการดึง โดยดึงด้วยความเร็ว 500 mm/min บันทึกค่าความเค้น ณ จุดขาด (stress at break) และค่าการยืด ณ จุดขาด (elongation at break)

4.3.4 นำค่าความทนต่อแรงดึงและค่าการยืด ณ จุดขาดที่ได้หลังการบ่มเร่ง เปรียบเทียบกับค่าความทนต่อแรงดึงและค่าการยืด ณ จุดขาดก่อนการบ่มเร่ง เพื่อหาค่าเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของสมบัติทั้งสองอย่าง ตามสูตรการคำนวณดังนี้

$$P = \left[\frac{A - O}{O} \right] \times 100 \quad (2)$$

เมื่อ P เป็นค่าเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงสมบัติของชิ้นตัวอย่าง

O เป็นค่าของสมบัติก่อนการบ่มเร่ง

A เป็นค่าของสมบัติหลังการบ่มเร่ง

4.4 การทดสอบการบวมตัว (Swelling test)

4.4.1 ตัดชิ้นตัวอย่างเป็นแผ่นกลมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 8 mm หนาประมาณ 1.5 mm วัดความหนา เส้นผ่าศูนย์กลาง และชั่งน้ำหนักของชิ้นตัวอย่าง

4.4.2 แช่ชิ้นตัวอย่างในน้ำมัน 2 ชนิด คือ น้ำมัน ASTM เบอร์ 1 และน้ำมัน IRM 903 และวัดความหนา เส้นผ่าศูนย์กลาง และชั่งน้ำหนักของชิ้นตัวอย่างทุกๆ 24 ชั่วโมง เป็นเวลา 168 ชั่วโมง

4.4.3 คำนวณหาเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักและปริมาตรของชิ้นตัวอย่าง ตามสูตรการคำนวณดังนี้

$$P = \left[\frac{A - B}{B} \right] \times 100 \quad (3)$$

เมื่อ P เป็นค่าเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักและปริมาตร

B เป็นน้ำหนักและปริมาตรก่อนแช่ในน้ำมัน

A เป็นน้ำหนักและปริมาตรหลังแช่ในน้ำมัน

4.5 การทดสอบความต้านทานต่อโอโซน (Ozone cracking resistance test)

4.5.1 ตัดชิ้นตัวอย่างเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ที่มีความกว้าง 10 mm และยาว 70 mm ชิ้นตัวอย่างหนา 1.5 mm

4.5.2 ดึงชิ้นตัวอย่างให้ยืดออก 20% ด้วยแท่งจับตัวอย่าง เก็บชิ้นตัวอย่างนี้ไว้ในที่มีดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง ตามมาตรฐาน ASTM D1149 แล้วจึงอบชิ้นตัวอย่างในตู้อบโอโซนที่อุณหภูมิ 40°C ใช้ความเข้มข้นของโอโซน 50 pphm

4.5.3 สังเกตการเปลี่ยนแปลงของชิ้นตัวอย่างที่เวลาต่างๆ ดังนี้ 2, 4, 8, 16, 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง ตามลำดับ โดยส่องดูด้วยแว่นขยาย และบันทึกลักษณะการเปลี่ยนแปลงของชิ้นตัวอย่าง บันทึกเวลาที่เริ่มเกิดรอยแตก รวมทั้งขนาดและปริมาตรรอยแตกที่เกิดขึ้น

4.6 การทดสอบการสึกหรอ (Abrasion test)

4.6.1 เตรียมชิ้นตัวอย่าง ตามมาตรฐาน BS 903 Part A9 Method C Akron machine โดยเครื่องทดสอบประกอบด้วย ชิ้นตัวอย่างขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 12.7 mm หมุนด้วยความเร็ว 250 รอบต่อ นาที ล้อหินขัดมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 15 cm หน้ากว้าง 2.5 cm ใช้น้ำหนัก 4.5 กิโลกรัม กดให้ติดชิ้นตัวอย่าง

4.6.2 วัดความหนา เส้นผ่าศูนย์กลางและชั่งน้ำหนักของชิ้นตัวอย่าง ก่อนนำไปทดสอบเพื่อคำนวณหาปริมาตรและความหนาแน่นของชิ้นตัวอย่าง ตามสูตรการคำนวณ ดังนี้

$$V = \pi r^2 h \quad (4)$$

$$D = \frac{m}{V} \quad (5)$$

เมื่อ V = ปริมาตรของชิ้นตัวอย่าง มีหน่วยเป็น cm^3

r = ความยาวรัศมีของพื้นที่หน้าตัดของชิ้นตัวอย่าง มีหน่วยเป็น mm

h = ความหนาของชิ้นตัวอย่าง มีหน่วยเป็น mm

D = ความหนาแน่นของชิ้นตัวอย่าง มีหน่วยเป็น g/cm^3

m = น้ำหนักของชิ้นตัวอย่าง มีหน่วยเป็น g

จากนั้นนำไปทดสอบด้วยเครื่องทดสอบ ซึ่งมีขั้นตอนการทดสอบ ดังนี้

4.6.2.1 ทดสอบก่อน Running – in เพื่อหาปริมาตรที่สูญหายไป เมื่อเดินเครื่อง 500 รอบ โดยการชั่งน้ำหนักชิ้นตัวอย่าง (เพื่อนำค่าปริมาตรที่หายไป ไปหาจำนวนรอบในการเดินเครื่องในขั้นตอนการ Running – in) โดยหาปริมาตรที่เหลืออยู่ของชิ้นตัวอย่างได้จากสมการที่ 5

4.6.2.2 การ Running – in จำนวนรอบในการเดินเครื่องขั้นตอน Running – in ขึ้นอยู่กับปริมาตรที่หายไปเมื่อเดินเครื่อง 500 รอบ จำนวนรอบในการเดินเครื่อง เป็นดังนี้

ตารางที่ 3.5 ตารางการ Running – in ของการทดสอบด้วยเครื่อง Akron machine

ปริมาตรที่หายไปต่อ 500 รอบ (cm^3)	จำนวนรอบการ Running – in (รอบ)	จำนวนรอบการทดสอบจริง (รอบต่อครั้ง)
0.05 – 0.09	4,000	1,000
0.10 – 0.19	2,000	500
0.20 – 0.40	750	250
มากกว่า 0.40	125	125

เมื่อทดสอบ Running – in ครบตามจำนวนรอบที่ต้องการแล้ว นำชิ้นตัวอย่างไปชั่งน้ำหนัก เพื่อหาปริมาตรที่หายไป (หาปริมาตรที่เหลืออยู่ของชิ้นตัวอย่างได้จากสมการที่ 5)

4.6.2.3 เดินเครื่องทดสอบในการทดสอบจริง จะทำการทดสอบเป็นจำนวน 5 ครั้ง ตามจำนวนรอบที่กำหนดในตารางข้างต้น โดยชั่งน้ำหนักของชิ้นตัวอย่าง หลังการทดสอบในแต่ละครั้ง เพื่อนำไปหาค่าเฉลี่ยของปริมาตรที่หายไปต่อ 1,000 รอบ แล้วนำค่าที่ได้ไปคำนวณหาค่าดัชนีการสึกหรอ (Abrasion index) ตามสูตรดังนี้

$$AI = 100 \times \left[\frac{S}{T} \right] \quad (6)$$

เมื่อ AI เป็นค่าดัชนีการสึกหรอ

S เป็นปริมาตรของยางมาตรฐานที่หายไปเฉลี่ยต่อ 1,000 รอบ

T เป็นปริมาตรของยางตัวอย่างที่หายไปเฉลี่ยต่อ 1,000 รอบ

โดยในการหาปริมาตรของยางมาตรฐานที่หายไป จะทำการทดสอบวิธีเดียวกันกับยางตัวอย่าง สูตรยางมาตรฐานที่ใช้ในการทดสอบการสึกหรอ แสดงในตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 สูตรยางมาตรฐานสำหรับการทดสอบการสึกหรอ (มาตรฐาน BS 903 Part A9)

สารเคมี	ปริมาณที่ใช้ (phr)
ยางธรรมชาติ	100
Stearic acid	3.0
ZnO	5.0
HAF N330	50.0
TMQ	1.0
MBTS	1.0
Sulfur	5.0

4.7 การทดสอบสมบัติการยืดถาวร (Tension set)

4.7.1 เตรียมชิ้นตัวอย่างเป็นรูปดัมเบลล์ ตามมาตรฐาน ASTM D 412 Method A Die C

4.7.2 ทำเครื่องหมายไว้บนชิ้นตัวอย่าง โดยขีดเป็นเส้นให้ห่างกัน 25 มิลลิเมตร จากนั้นยึดติดชิ้นตัวอย่างไว้กับที่จับชิ้นตัวอย่างของเครื่องทดสอบคุณสมบัติการดึง ดึงยึดชิ้นตัวอย่างด้วยความเร็ว 200 mm/min ให้มีความเครียด 100% และรักษาความเครียดนี้ไว้เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นปล่อยชิ้นตัวอย่างให้กลับมาที่ระยะเดิมด้วยความเร็ว 100 mm/min (ภายในเวลา 30 วินาที) และเอาชิ้นตัวอย่างออกจากเครื่องทดสอบ วางชิ้นตัวอย่างไว้ 10 นาที ก่อนที่จะทำการวัดระยะของเครื่องหมายที่ทำไว้บนชิ้นตัวอย่าง บันทึกค่าที่วัดได้ เพื่อนำไปคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของความยาวชิ้นตัวอย่างหรือค่าการยืดถาวร (tension set) ตามสูตรการคำนวณดังนี้

$$E = 100 \times \left[\frac{L - L_0}{L_0} \right] \quad (7)$$

เมื่อ E เป็นค่าเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของความยาว

L เป็นระยะห่างของเครื่องหมายหลังดึงยืด

L_0 เป็นระยะห่างของเครื่องหมายก่อนดึงยืด

5. การตรวจสอบความเข้ากันได้ของยางผสม

5.1 การตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy : SEM)

ชิ้นตัวอย่างที่จะนำไปตรวจสอบด้วยเครื่อง SEM ได้มาจากชิ้นตัวอย่างรูปดัมเบลล์ ที่ผ่านการทดสอบความทนต่อแรงดึงแล้ว ซึ่งบริเวณที่ทำการตรวจสอบ คือ บริเวณผิวหน้าตัดที่เกิดจากการดึงจนขาด (fractured surface) ที่อุณหภูมิห้อง โดยตัดชิ้นตัวอย่างห่างจากผิวหน้าตัดที่ต้องการตรวจสอบประมาณ 5 มิลลิเมตร นำไปแช่ใน Osmium tetroxide ที่มีความเข้มข้น 2% เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วล้าง Osmium tetroxide ออก และอบให้ชิ้นตัวอย่างแห้งที่อุณหภูมิ 60°C จากนั้นนำชิ้นตัวอย่างดังกล่าวไปติดลงบนแท่นทองเหลือง แล้วนำไปเคลือบด้วยทองคำก่อนจะนำไปส่องดูด้วยเครื่อง SEM (ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์)

5.2 การตรวจสอบด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ทางกลศาสตร์ความร้อนเชิงพลศาสตร์ (Dynamic Mechanical Thermal Analysis : DMTA)

ชิ้นตัวอย่างเตรียมได้จากยางที่วัลคาไนซ์แล้ว ตัดชิ้นตัวอย่างให้มีความกว้าง 10 mm และยาว 25 mm ชิ้นตัวอย่างหนาประมาณ 1.5 mm ทำการทดสอบแบบดึง (tension) ใช้ความถี่ 3.5 Hz เปอร์เซ็นต์การยืด (strain control) 0.16% ช่วงอุณหภูมิการทดสอบตั้งแต่ -120°C ถึง 50°C และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 2°C/min