# บทที่ 2

# วิธีการวิจัย

## วัสดุและอุปกรณ์การวิจัย

1. เครื่องทดสอบสมบัติการดึงยืด ( Tensile Testing Machine ) ยี่ห้อ Lloyd รุ่น 1000S พร้อมเลเซอร์สแกน ( laserscan )
2. เครื่องตัดแผ่นฟิล์มยาง
3. เครื่องวัดความหนาแบบควบคุมความดันยี่ห้อ HEIDENHAIN รุ่น MT12 และ ส่วนที่อ่านผล ( readout , VRZ counter )
4. เครื่องกวนน้ำยางชนิดปรับความเร็วรอบได้
5. ตู้อบอากาศร้อนมีพัดลมหมุนเวียนอากาศขนาด 40 x 60 x 80 $cm^3$ ผลิตโดยบริษัท Memmert
6. มีดตัดแผ่นฟิล์มยาง ( Standard Die ) สำหรับตัดยางเป็นรูปดัมเบล ( Dumbbell Specimens ) ชนิด DIE C ตามมาตรฐาน ASTM D-412-98a

## สารเคมี

1. น้ำยางข้น 60 % ชนิดแอมโนเนียสูง( High Ammonia NR Concentrated Latex )จาก บริษัท จะนะน้ำยางข้น จำกัด อำเภอจะนะ จังหวัดสงขลา ที่มีคุณสมบัติตามมาตรฐาน ISO 2004-1979 (E ) สำหรับการเตรียมน้ำยางพรีวัลคาไนซ์
2. นอร์มัลบิวธิลอะไครเลต เทคนิคัลเกรดของบริษัท Toagosei Chemind. จำกัด ประเทศญี่ปุ่น
3. น้ำตาลฟรุคโตส ( D ( - ) Fructose ) A.R Grade บริษัท Fluka Switzerland
4. น้ำตาลกลูโคส ( D ( + ) Glucose anhydrous ) A.R Grade บริษัท Fluka Switzerland
5. น้ำตาลซูโครส Commercial Grade บริษัท Ever Thai Agri – Produc Thailand
6. เทอธิวรี่บิวทิลไฮโดรเปอร์ออกไซด์ A.R Grade บริษัท Fluka Switzerland
7. โพแทสเซี่ยมไฮดรอกไซด์ ( Potassium ydroxide, KOH ) A.R Grade บริษัท Eka Nobel AB. Sweden
8. โทลูอีน ( Toluene ) A.R Grade บริษัท Labscan Asia Thailand

**วิธีดำเนินการทดลอง**

1. ศึกษาเปรียบเทียบผลของสารเคมีแต่ละชนิดต่อการวัลคาไนซ์น้ำยางดำเนินการทดลองดังนี้

1.1 เตรียมน้ำยางธรรมชาติและสารเคมีสำหรับทำการวัลคาไนซ์

ในการเตรียมตัวอย่างยางซึ่งเป็นน้ำยางเนื่องจากมีปริมาณน้ำเข้ามาเกี่ยวข้องด้วย ดังนั้นจึงต้องมีการคำนวณในหน่วย phr ก่อนที่จะชั่งสารเคมีแต่ละชนิดในหน่วยเป็นกรัมโดยคำนวณจากปริมาณเนื้อยางแห้งที่อยู่ในน้ำยางหลังจากนั้นทุกหัวข้อจะดำเนินตามขั้นตอนดังต่อไปนี

1.1.1 การเตรียมน้ำยางธรรมชาติสำหรับทำการวัลคาไนซ์

ทำการเจือจางน้ำยางข้น 60% ด้วยสารละลายโพแทสเซี่ยมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.5 % ให้น้ำยางมีปริมาณของแข็งทั้งหมด ( TSC ) เท่ากับ 50 % ซึ่งทำได้โดยการเติมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.5% ปริมาณ 33 กรัม ลงในน้ำยางจำนวน 167 กรัม จะได้น้ำยางที่มีเนื้อยางแห้ง 100 กรัม หลังจากนั้นชั่งสารเคมีตามสูตรที่ได้กำหนดไว้ดังนี้

ตารางที่ 1 สูตรน้ำยางที่มีปริมาณสารเคมีเพียงชนิดเดียว

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 1.0 | - | - | - | - |
| n-BA | - | 3.0 | - | - | - |
| น้ำตาลฟรุคโตส | - | - | 1.0 | - | - |
| น้ำตาลกลูโคส | - | - | - | 1.0 | - |
| น้ำตาลซูโครส | - | - | - | - | 2.0 |

1.1.2 ทำการกวนส่วนผสมน้ำยางให้เข้ากันด้วยเครื่องกวนน้ำยาง และเติมสารเคมีตามขั้นตอนดังนี้คือน้ำตาล t-BHPO อะไครเลต ตามลำดับสลับกันไปจนหมด โดยในระหว่างที่ทำการเติมสารเคมีนั้นให้กวนน้ำยางตลอดเวลา

1.1.3 กวนน้ำยางเป็นเวลา 30 – 40 นาที ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง แล้วทำให้เกิดการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิที่กำหนดตามขั้นตอนการทดลองโดยการกวนนั้นจะทำการควบคุมอุณหภูมิด้วยอ่างควบคุมอุณหภูมิพร้อมกับการรีฟลักซ์ ( reflux )

1.1.4 เมื่อครบกำหนดเวลา นำน้ำยางมากรองเอาฟองอากาศออก ทิ้งไว้ให้เย็นเพื่อให้ฟองอากาศในน้ำยางลอยตัวขึ้นมา

1.2 การเตรียมแผ่นฟิล์มยาง

1.2.1 นำน้ำยางที่ผ่านการผสมสารเคมีแล้วไปเทเป็นแผ่นฟิล์มในเพลทกระจก โดยใช้น้ำยางปริมาตร 40 มิลลิลิตร

1.2.2 ทิ้งไว้ประมาณ 1-2 วัน เพื่อให้ยางแห้งจากนั้นแกะออกจากเพลทนำฟิล์มยางที่ได้ไปแช่น้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วนำไปตากให้แห้งที่อุณหภูมิห้องประมาณ 2 วัน

1.2.3 ใช้แป้งทาแผ่นยางให้ทั่วเพื่อป้องกันยางติดกัน จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 90 นาที

1.3 วิธีทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพของแผ่นฟิล์มยาง

การทดสอบสมบัติทางกายภาพ วิธีการทดสอบโดยทั่วไปแบ่งได้เป็น 2 วิธีตามลักษณะของตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบ คือ

Method A ตัวอย่างเป็นรูปดัมเบล ( dumbell )

Method B ตัวอย่างเป็นรูปวงแหวนที่ตัดจากแผ่นยาง

โดยทั่วไปผลจากการทดสอบทั้งสองแบบให้ค่าใกล้เคียงกัน ซึ่งในการทดลองนี้จะทำการทดลองเฉพาะ Method A เท่านั้น

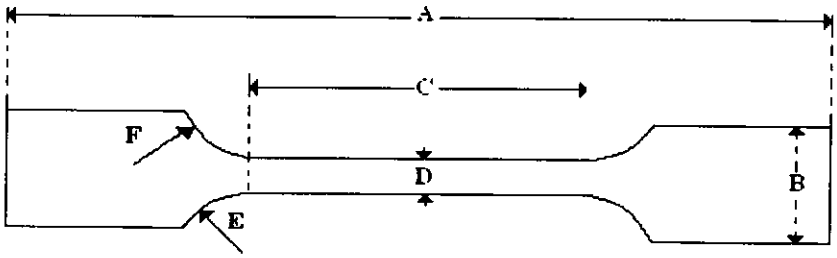
เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบคือ เครื่องทดสอบสมบัติการดึงยืด ซึ่งมีส่วนประกอบ 4 ส่วน คือ

1. เครื่องทดสอบสมบัติการดึงยืด สามารถควบคุมการทำงานด้วยระบบของตัวเอง ใช้ทดสอบคุณสมบัติเชิงกลในด้านยืดดึง การทดสอบทุกชนิดกระทำที่อุณหภูมิห้อง ใช้ความเร็วในการทดสอบ 500 มม /นาที การคำนวณใช้ความยาวก่อนยืด ( $L_o$ ) เท่ากับ 20 มม. ซึ่งเป็นระยะระหว่างหัวจับชิ้นงานซึ่งจะมี ตัวจับ ( Grips ) ที่จับยางเป็นแบบอัตโนมัติ ( self – tightening ) และแรงกดจะสม่ำเสมอตลอดชิ้นงาน เมื่อดึงยางขึ้นแรงกดบนยางจะเพิ่มขึ้นเพื่อกันไม่ให้ยางหลุดออก และจะต้องทำให้ยางขาดในส่วนของคอคอด โดยทดสอบชิ้นงาน 5-8 ชิ้นต่อหนึ่งตัวอย่างแล้วหาค่าเฉลี่ย

2. เครื่องเลเซอร์แกน สำหรับวัดระยะจุดที่ยางขาดพอดี

3. เครื่องวัดความหนาโดยใช้วัดความหนาแบบควบคุมความดัน

4. เครื่องตัดชิ้นยางเป็นรูปดัมเบล โดยใช้ดาย (die) C และการวัดขนาดเพื่อตัดจะต้องชัดเจน และตั้งฉากกับระนาบที่เกิดจากคมมีดที่ตัด โดยดายจะต้องคม ไม่มีรอยบิ่น เพื่อป้องกันไม่ให้ขอบยางที่ตัดเป็นริ้วลักษณะของชิ้นดัมเบลดังภาพประกอบ 3




A : ความยาวทั้งหมด = 115 mm. D: ความกว้างส่วนที่คอดขนาน = 6.0 ± 0.4 mm.

B : ความกว้างปลาย = 25 ± 2 mm. E: Small radius = 14 ±1 mm

C: ความยาวส่วนคอดที่ขนาน = 33 ± 2 mm. F: Large radius = 25 ± 2 mm .

ภาพประกอบ 3 ชิ้นงานที่ใช้ทดสอบการดึงยาง

1.3.1 การตรียมแผ่นยางทดสอบ

1.3.1.1 แผ่นฟิล์มยางที่เตรียมจะต้องไม่มีฟองอากาศและสิ่งสกปรกอื่นๆอยู่ ซึ่งจะส่งผลต่อค่าความต้านทานต่อแรงดึงที่วัดได้

1.3.1.2 แผ่นฟิล์มยางที่ตัดเป็นรูปดัมเบล ควรมีความเรียบสม่ำเสมอ และมีความหนาไม่ต่ำกว่า 1.5 มิลลิเมตร

1.3.1.3 แผ่นฟิล์มยางมาติดแถบสะท้อนแสงบนยางรูปดัมเบลบริเวณตรงกลางของชิ้นตัวอย่างโดยติดให้ห่างกัน 2 เซนติเมตร

1.3.1.4 วัดความหนาของชิ้นตัวอย่างยาง 3 จุด คือ บริเวณตรงกลาง และตรงปลายของแถบสะท้อนแสงที่ติดอยู่ทั้ง สองแถบ แล้วใช้ค่าเฉลี่ยเป็นความหนาของชิ้นตัวอย่าง

1.3.1.5 เริ่มต้นการทดสอบด้วยเครื่องทดสอบสมบัติการดึงยืดโดยทำตามขั้นตอนดังนี้ เปิดเครื่องแล้วเข้าสู่โปรแกรม จากนั้นตั้งค่าที่จำเป็นได้แก่

LOAD..... $N/mm^2$

EXTENTION .....mm.

SPEED 500 mm/min

GAUGE LENGTH 20 mm.

1.3.1.6 วัดค่าความต้านทานต่อแรงดึง โมดูลัส (600%) และ ความสามารถในการยืดยางจนขาดโดยที่ค่าความต้านทานต่อแรงดึงและโมดูลัสจะขึ้นอยู่กับพื้นที่หน้าตัดของยางก่อนทำการทดลอง

1.4 วิธีทดสอบอัตราการบวม ( swelling ratio ) ของแผ่นยาง

1.4.1 ตัดยางเป็นรูปวงกลมโดยใช้ที่ตัดยางขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3/4 นิ้ว จากนั้นนำไปวัดความหนา แล้วชั่งน้ำหนัก บันทึกค่าไว้

1.4.2 นำมาแช่ในตัวทำละลายโทลูอีน ใส่ไว้ในขวดรูปชมพู่ที่ปิดปากขวดสนิทเพื่อป้องกันการระเหยของโทลูอีน ทิ้งไว้เป็นเวลา 1 วัน แล้วนำชิ้นยางที่เกิดการบวมมาทำการซับด้วยกระดาษกรอง แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก บันทึกค่าไว้

1.4.3 นำค่าน้ำหนักก่อนและหลังแช่ในตัวทำละลายโทลูอีนไปทำการหาอัตราส่วนการบวม (Q ) ดังนี้

$$Q = \frac{V_2}{V_1} = 1 + (d_r / d_s)(W_2 / W_1) - (d_r / d_s)$$

$v_1$ คือ ปริมาตรของชิ้นยางก่อนแช่ในตัวทำละลาย

$v_2$ คือ ปริมาตรของชิ้นยางหลังแช่ในตัวทำละลาย

$d_r$ คือ ความหนาแน่นของชิ้นยางก่อนแช่ในตัวทำละลาย

$d_s$ คือ ความหนาแน่นของตัวทำละลาย

( โทลูอีนมีค่าเท่ากับ 0.867 $g/cm^3$ )

$w_1$ คือ น้ำหนักของชิ้นยางก่อนแช่ในตัวทำละลาย

$w_2$ คือ น้ำหนักของชิ้นยางหลังแช่ในตัวทำละลาย

2. ศึกษาเปรียบเทียบ ชนิด และ ปริมาณที่เหมาะสมของน้ำตาล กับ ปริมาณที่เหมาะสมของ n-BA ต่อการวัลคาไนซ์น้ำยางที่อุณหภูมิต่างๆ ดำเนินการทดลองโดยใช้สารเคมี 3 ชนิดร่วมกัน คือ n-BA tBHPO และน้ำตาลอีกสามชนิดคือ น้ำตาลฟรุคโตส น้ำตาลกลูโคส และ น้ำตาลซูโครส โดยขั้นตอนนี้ ทำการศึกษาโดยวิธี Response Surface methodology ( RSM ) ( George C. Derringer, 1986.) ซึ่งจะทำการหาสูตรที่ให้คุณสมบัติทางกายภาพที่ดีที่สุด โดยการแปรปริมาณของ n-BA และน้ำตาลไปพร้อมกันโดยไม่ต้องใช้จำนวนสูตรมากเกินไป และ บอกได้ถึงผลกระทบที่เกิดต่อสมบัติทางกายภาพเมื่อใช้ n-BA และน้ำตาลร่วมกันได้ ซึ่งจะดีกว่าการแปรปริมาณทีละตัว ที่ไม่สามารถบอกได้ ( ปรีชา, 1992.) โดยเตรียมผสมน้ำยางตามสูตร โดยการคำนวณตามวิธี RSM ดังนี้

2.1 กำหนดจำนวนตัวแปรอิสระ และ ช่วงของตัวแปรที่จะทำการทดลอง โดยตัวแปรอิสระตัวแรกคือ น้ำตาล ตัวแปรอิสระตัวที่สอง คือ n-BA และช่วงของตัวแปรที่จะทำการทดลองโดยแปรปริมาณออกเป็น 5 ระดับดังนี้ น้ำตาลฟรุคโตส น้ำตาลกลูโคส และ n-BA ใช้ 1.0 1.5 2.0 2.5 และ 3.0 phr เหมือนกัน ส่วนน้ำตาลซูโครส และ n-BA ที่ใช้ร่วมกับน้ำตาลซูโครสใช้ 2.0 2.5 3.0 3.5 และ 4.0 phr

Central Library
Prince of Songkla University



2.2 คำนวณหา Scale of Variable ( S ) ดังนี้

$$S = \frac{\text{พิสัย(Range)}}{2\sqrt{2}}$$

พิสัย คือ ค่าสูงสุดของกลุ่มข้อมูล- ค่าต่ำสุดของกลุ่มข้อมูล พิสัยของน้ำตาล ฟรุคโตส กลูโคส ซูโครส และ n-BA คือ 2 phr

S สำหรับน้ำตาลตาลฟรุคโตส กลูโคส ซูโครส และ n-BA คือ 0.707

2.3 คำนวณหาปริมาณจริงของตัวแปร ดังนี้

ปริมาณจริง $= S \times$ รหัส(Code) + ค่ากลาง(Mean)

ค่ากลาง คือ ผลรวมของข้อมูลทั้งหมด / จำนวนข้อมูลทั้งชุด

ค่ากลางของ น้ำตาลฟรุคโตส น้ำตาลกลูโคส และ n-BA คือ 2.0 phr ส่วนน้ำตาลซูโครส มีค่าเท่ากับ 3.0 phr และ n-BA ที่ใช้ร่วมกับ น้ำตาลซูโครส คือ 3.0 phr เช่นกัน

รหัส คือ ระดับของการแปรปริมาณของตัวแปรอิสระ มีค่า – a -1 0 +1 และ +a

โดย $a = 2^{k/4}$

k คือ จำนวนตัวแปรอิสระ

ดังนั้นค่า a คือ $2^{1/2}$ = 1.414 โดยมีรหัส ของการแปรปริมาณ 5 ระดับ คือ 1.1414 -1.414 1 0 -1

2.4 ทำการทดลองตามปริมาณจริงตามสูตรที่คำนวณได้ตามจำนวนของการทดลองดังนี้

ตารางที่ 2 สูตรน้ำยางแสดงอัตราส่วนระหว่างน้ำตาลฟรุคโตส กับ n-BA ในการเตรียมน้ำยางสำหรับการทำพรีวัลคาร์ไนซ์

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| n-BA | 1.3 | 2.7 | 1.3 | 2.7 | 2.0 | 2.0 | 3.0 | 1.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 |
| ฟรุคโตส | 1.3 | 1.3 | 2.7 | 2.7 | 1.0 | 3.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 |

ตารางที่ 3 สูตรน้ำยางแสดงอัตราส่วนระหว่างน้ำตาลกลูโคส กับ n-BA ในการเตรียมน้ำยางสำหรับการทำพรีวัลคาร์ไนซ์

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| n-BA | 1.3 | 2.7 | 1.3 | 2.7 | 2.0 | 2.0 | 3.0 | 1.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 |
| กลูโคส | 1.3 | 1.3 | 2.7 | 2.7 | 1.0 | 3.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 |

ตารางที่ 4 สูตรน้ำยางแสดงอัตราส่วนระหว่างน้ำตาลซูโครส กับ n-BA ในการเตรียมน้ำยางสำหรับการทำพรีวัลคาร์ไนซ์

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| n-BA | 2.3 | 3.7 | 2.3 | 3.7 | 3.0 | 3.0 | 4.0 | 2.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 |
| ซูโครส | 2.3 | 2.3 | 3.7 | 3.7 | 2.0 | 4.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 |

2.5 นำผลการทดลองที่ได้ไปคำนวณหาสัมประสิทธ์ของความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติที่สนใจกับตัวแปรอิสระ ( $b_0$ $b_i$ $b_{ii}$ $b_{ij}$) สำหรับการทดลองที่มี 2 ตัวแปรอิสระ

$b_0 = 0.2(T) + 0.1(A^2+B^2)$

$b_1 = 0.125(A)$

$b_2 = 0.125(B)$

$b_{11} = 0.125(A^2) + 0.01875\ (A^2+B^2)-0.1(T)$

$b_{22} = 0.125(B^2) + 0.01875\ (A^2+B^2)-0.1(T)$

$b_{12} = 0.125(AB)$

T คือ ผลรวมของผลคูณระหว่างจำนวนการทดลองกับผลการทดลองทั้งหมด

A คือ ผลรวมของผลคูณระหว่าง Code ของตัวแปร A กับผลการทดลองทั้งหมด

B คือ ผลรวมของผลคูณระหว่าง Code ของตัวแปร B กับผลการทดลองทั้งหมด

$A^2$ คือ ผลรวมทั้งหมดของผลคูณระหว่าง Code ของตัวแปร $A^2$ กับผลการทดลอง

$B^2$ คือ ผลรวมทั้งหมดของผลคูณระหว่าง Code ของตัวแปร $B^2$ กับผลการทดลอง

AB คือ ผลรวมทั้งหมดของผลคูณระหว่าง Code ของตัวแปร AxCode ของตัวแปร B กับผลการทดลอง

2.6 คำนวณค่าทางสถิติ

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ( Standard Deviation , S.D )

$$S.D = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n-1}}$$

Standard Error ( S.E ) คำนวณจาก

$$SE_{(bi)} = S.D\sqrt{0.125}$$

$$SE_{(bii)} = S.D\sqrt{0.125 + 0.01875}$$

$$SE_{(bj)} = S.D\sqrt{0.25}$$

2.7 สร้างสมการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติที่ต้องการกับตัวแปรที่ทำการศึกษา ซึ่งเป็นสมการ Multiple linear regression model ( Robert M. Bethea, A et al., 1985 ) ดังนี้

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^{k} b_i x_i + \sum_{i=1}^{k} b_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k} \sum_{j=1}^{k} b_{ij} x_i x_j$$

$$Y = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_{11} x_1^2 + b_{22} x_2^2 + b_{12} x_1 x_2$$

Y คือ สมบัติที่สนใจ

X คือ รหัสของตัวแปรอิสระที่กำลังศึกษา

b คือ สัมประสิทธิ์ของตัวแปร ซึ่งเป็นตัวเทอมตัวเลขที่แสดงขนาดของผลกระทบที่เกิดจากตัวแปรแต่ละตัว อาจมีค่าเป็นบวกหรือลบ ขึ้นอยู่กับว่าตัวแปรนั้นส่งผลเชิงบวกหรือลบต่อสมบัติทางกายภาพ นั้น ๆ (Montgomerry Douglas C, 1999.)

k คือ จำนวนตัวแปรที่ทำการทดลอง

2.8 สร้างกราฟคอนทัวส์ (contour curve) โดยแทนค่าสมการด้วยรหัสของตัวแปรที่ค่าต่าง ๆ แล้วทำการทดลองเพื่อตรวจสอบความถูกต้องของสมการ โดยเปรียบเทียบ การทดลองจริง กับ การคำนวณจาก RSM จากนั้นนำ กราฟคอนทัวส์มาออกสูตรยาง ให้มีคุณสมบัติต่าง ๆ ตามต้องการ

โดยการนำ กราฟคอนทัวส์ ของคุณสมบัติที่ต้องการ คือ ความทนแรงดึง ความยาวยืดเมื่อขาด อัตราส่วนการบวมของยางมาเขียนลงในกราฟรูปเดียวกัน แล้วแรเงาส่วนที่ให้สมบัติทางกายภาพที่ต้องการไว้ จะเหลือบริเวณที่ไม่ถูกแรเงาซึ่งจะเป็นส่วนที่มีสมบัติทางกายภาพ ไม่ตรงกับที่ต้องการ จากนั้นจึงเลือกจุดใด ๆ ในบริเวณที่ถูกแรเงาไปออกสูตร ซึ่งจะมีสมบัติทางกายภาพตรงกับที่ต้องการ และ จากนั้นนำไปทดสอบคุณสมบัติต่าง ๆ ด้วยวิธีการเดียวกัน

2.9 ทดลองเพื่อยืนยันผล (confirmtion ) โดยการขยายสเกลของกราฟคอนทัวส์ ออกไป แล้วทำการทดลองเพื่อตรวจสอบความถูกต้องของสมการ โดย เปรียบเทียบการทดลองจริง กับการคำนวณจาก RSM จนแน่ใจว่าอัตราส่วนของตัวแปรอิสระกับสมบัติที่เราสนใจเป็นจุดที่ดีที่สุดโดยในการทดลองจะทำการทดลองที่ 80 $^{o}$C และ 90 $^{o}$C ซึ่งทำการทดลองดังสูตรต่อไปนี้

ตารางที่ 5 สูตรน้ำยางที่มีปริมาณน้ำตาลฟรุคโตสต่างกันร่วมกับ n-BA/t-BHPO ในการเตรียมน้ำยาง สำหรับการทำพรีวัลคาร์ไนซ์เพื่อยืนยันผล

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| n-BA | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 |
| ฟรุคโตส | 0 | 0.2 | 0.4 | 0.6 | 0.8 | 1.0 | 1.2 | 1.4 | 1.6 | 1.8 | 2.0 | 2.2 | 2.4 | 2.6 | 2.8 | 3.0 |

ตารางที่ 6 สูตรน้ำยางที่มีปริมาณน้ำตาลกลูโคสต่างกันร่วมกับ n-BA/t-BHPO ในการเตรียมน้ำยางสำหรับการทำพรีวัลคาร์ไนซ์เพื่อยืนยันผล

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| n-BA | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 |
| กลูโคส | 0 | 0.2 | 0.4 | 0.6 | 0.8 | 1.0 | 1.2 | 1.4 | 1.6 | 1.8 | 2.0 | 2.2 | 2.4 | 2.6 | 2.8 | 3.0 |

3. ศึกษาสภาวะและปริมาณที่เหมาะสมของน้ำตาลซูโครสต่อการวัลคาไนซ์น้ำยางที่อุณหภูมิต่างๆ จากการทดลองที่ 2 น้ำตาลซูโครสไม่มีผลต่อการการวัลคาไนซ์น้ำยางเลยดังนั้นจึงต้องศึกษาสภาวะที่เหมาะสมที่มีผลต่อการวัลคาไนซ์น้ำยางโดยนำซูโครสมาทำการไฮโดรไลต์ ( Hydrolyte ) ที่อุณหภูมิห้อง โดยการแปรปริมาณน้ำตาลซูโครส พร้อมกับ n- BA ตามวิธีการในข้อที่ 2 แล้วละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 10 มิลลิลิตร ทำการปรับค่า pH ของสารละลายให้เป็นกรดแล้วกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 7 วัน โดยขณะที่ทำการกวนทิ้งไว้นั้นจะต้องคอยปรับค่า pH ของสารละลาย ให้เป็นกรดอยู่เสมอ หลังจากนั้นเมื่อครบกำหนดให้นำสารละลายน้ำตาลมาทำการปรับค่า pH ของสารละลายให้เป็นด่างแล้วทำการผสมตามสูตร ( Donald Vote and Judith G. Vote, 1995 ) ทำการทดลองที่อุณหภูมิ 80 $^{o}$C และ 90 $^{o}$C โดยเตรียมสูตรดังตารางที่ 7 แล้วทำการทดลองเพื่อยืนยันผลตามสูตรในตารางที่ 8 ต่อไป

ตารางที่ 7 สูตรน้ำยางแสดงอัตราส่วนระหว่างน้ำตาลซูโครสหลังทำการไฮโดรไลต์ กับนอร์มัลบิวธิลอะไครเลต ในการเตรียมน้ำยางสำหรับการทำพรีวัลคาร์ไนซ์

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| n-BA | 2.3 | 3.7 | 2.3 | 3.7 | 3.0 | 3.0 | 4.0 | 2.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 |
| ซูโครส | 2.3 | 2.3 | 3.7 | 3.7 | 2.0 | 4.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 |

ตารางที่ 8 สูตรน้ำยางที่มีปริมาณน้ำตาลซูโครสต่างกันร่วมกับ n-BA/t-BHPO ในการเตรียมน้ำยางสำหรับการทำพรีวัลคาร์ไนซ์เพื่อยืนยันผล

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| n-BA | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 |
| ซูโครส | 0 | 0.2 | 0.4 | 0.6 | 0.8 | 1.0 | 1.2 | 1.4 | 1.6 | 1.8 | 2.0 | 2.2 | 2.4 | 2.6 | 2.8 | 3.0 | 3.2 | 3.4 |

4. ศึกษาปริมาณที่เหมาะสมของนอร์มัลบิวธิลอะไครเลตต่อการวัลคาไนซ์น้ำยางที่อุณหภูมิ 90° C

ตารางที่ 9 สูตรน้ำยางที่มีปริมาณนอร์มัลบิวธิลอะไครเลตต่างกันร่วมกับ Fructose/t-BHPOในการเตรียมน้ำยางสำหรับการทำพรีวัลคาร์ไนซ์เพื่อยืนยันผล

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| n-BA | 0 | 0.2 | 0.4 | 0.6 | 0.8 | 1.0 | 1.2 | 1.4 | 1.6 | 1.8 | 2.0 | 2.2 | 2.4 | 2.6 | 2.8 | 3.0 |
| ฟรุกโตส | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |

ตารางที่ 10 สูตรน้ำยางที่มีปริมาณ n- BA ต่างกันร่วมกับ Glucose/t-BHPO ในการเตรียมน้ำยางสำหรับการทำพรีวัลคาร์ไนซ์เพื่อยืนยันผล

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| n-BA | 0 | 0.2 | 0.4 | 0.6 | 0.8 | 1.0 | 1.2 | 1.4 | 1.6 | 1.8 | 2.0 | 2.2 | 2.4 | 2.6 | 2.8 | 3.0 |
| กลูโคส | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |

ตารางที่ 11 สูตรน้ำยางที่มีปริมาณ n- BA ต่างกันร่วมกับ Sucrose/t-BHPO ในการเตรียมน้ำยางสำหรับการทำพรีวัลคาร์ไนซ์เพื่อยืนยันผล

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| n-BA | 0 | 0.2 | 0.4 | 0.6 | 0.8 | 1.0 | 1.2 | 1.4 | 1.6 | 1.8 | 2.0 | 2.2 | 2.4 | 2.6 | 2.8 | 3.0 | 3.2 | 3.4 |
| ซูโครส | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 |

5. ศึกษาปริมาณที่เหมาะสมของ t-BHPO ต่อการวัลคาไนซ์น้ำยางที่อุณหภูมิ90$^{o}$C

จากการทดลองที่ 2 และ 3 เมื่อให้ปริมาณของ t-BHPO คงที่พบว่าปริมาณที่เหมาะสมสำหรับ น้ำตาลฟรุคโตส และ น้ำตาลกลูโคสคือ 1.0 phr โดยใช้ n-BA 1.4 phr เท่ากัน ส่วนน้ำตาลซูโครสใช้ 2.0 phr และใช้ n-BA 3.0 phr ดังนั้นขั้นตอนต่อไปที่ทำการศึกษา คือ หาปริมาณที่เหมาะสมของ t-BHPO โดยการแปรปริมาณตั้งแต่ 0.0 – 4.0 phr พร้อมกับทำการทดลองการบ่มเร่ง ( aging )โดยทำการอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 70 $^{o}$ C เป็นเวลา 7 วัน ตามสูตร ดังตารางที่ 12, 13 และ ตารางที่ 14

ตารางที่12 สูตรน้ำยางที่มีปริมาณ t-BHPO ต่างกันร่วมกับ Fructose/n-BA

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 0.0 | 0.5 | 1.0 | 1.5 | 2.0 | 2.5 | 3.0 |
| n-BA | 1.4 | 1.4 | 1.4 | 1.4 | 1.4 | 1.4 | 1.4 |
| น้ำตาลฟรุคโตส | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |

ตารางที่ 13 สูตรน้ำยางที่มีปริมาณ t-BHPO ต่างกันร่วมกับ Glucose/n-BA

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 0.0 | 0.5 | 1.0 | 1.5 | 2.0 | 2.5 | 3.0 |
| n-BA | 1.4 | 1.4 | 1.4 | 1.4 | 1.4 | 1.4 | 1.4 |
| น้ำตาลกลูโคส | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |

ตารางที่ 14 สูตรน้ำยางที่มีปริมาณมีปริมาณ t-BHPO ต่างกันร่วมกับSucrose /n-BA

| ส่วนผสม | สูตรที่ | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ( phr ) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| น้ำยาง | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| t-BHPO | 0.0 | 0.5 | 1.0 | 1.5 | 2.0 | 2.5 | 3.0 | 3.5 | 4.0 |
| n-BA | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 |
| น้ำตาลซูโครส | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 |