

2. วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

2.1 วัสดุ

สารเคมีที่ใช้ทุกชนิดเป็นชนิด commercial grade

1. ยางธรรมชาติอีพอกซิไดซ์ (epoxidized natural rubber, ENR) ชนิด Epoxyprene™ 50 ผลิตโดยบริษัทเมืองใหม่กัททรี จำกัด
2. ไนลอน 6 (Nylon 6) ได้แก่ Amilan™ CM1017 ผลิตโดย Toray Industries Inc. และ Ultramide™ B36 ผลิตโดย BASF
3. กรดสเตียริก (stearic acid) จำหน่ายโดย ห้างหุ้นส่วน กิจไพบูลย์เคมี จำกัด
4. ซิงค์ออกไซด์ (zinc Oxide, ZnO) ชนิด white seal ผลิตโดย Univenture Public Co., Ltd.
5. สารแอนติออกซิแดนท์ (antioxidant) สำหรับยางชนิด Wingstay™ L จำหน่ายโดย ห้างหุ้นส่วน กิจไพบูลย์เคมี จำกัด
6. สารแอนติออกซิแดนท์ (antioxidant) สำหรับไนลอน 6 ชนิด Irganox™ B1171 ผลิตโดย Ciba Specialty Chemicals
7. สารเชื่อมโยง (curing agent) มี 2 ชนิด ได้แก่
 - ไดคิวมิวเปอร์ออกไซด์ (dycumyl peroxide, DCP) ชนิด Perkadox™ BC-40B-pd มีความเข้มข้น 40% ผลิตโดย Akzo Nobel Co.
 - ฟีนอลิกเรซิน (phenolic resin) ชนิด SP1045 ผลิตโดย Schenectady International Inc.
8. สารร่วมการเชื่อมโยง (co-agent) มี 3 ชนิด ได้แก่
 - Saret™ SR75EPM2M ผลิตโดย Sartomer Co. เรียกชื่อย่อว่า SR350
 - Saret™ SR350 ผลิตโดย Sartomer Co. เรียกชื่อย่อว่า SR75
 - Diallyl iso phthalate monomer ผลิตโดย Daiso Co. Ltd. เรียกชื่อย่อว่า DAP

2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องบดสองลูกกลิ้งขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 นิ้ว ยาว 23 นิ้ว ผลิตโดยโรงงานชัยเจริญการช่าง
2. เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ รุ่น Prism™ TSE 16TC
3. เครื่องผสมแบบปิด รุ่น Brabender™ Mixer 350E
4. เครื่องอัดความดัน ผลิตโดยบริษัท Kao Tieh รุ่น KT-7014
5. เครื่องตัดชิ้นตัวอย่างรูปดัมเบลล์ ตามมาตรฐาน ASTM D412 แบบ Die C
6. เครื่องตัดชิ้นตัวอย่างสอบความต้านทานต่อการฉีกขาด ตามมาตรฐาน ASTM D624 แบบ Die C
7. ตู้อบสุญญากาศ
8. เครื่องทดสอบคุณสมบัติการดึงยืด ผลิตโดยบริษัท LLOYD instrument รุ่น LR10K
9. เครื่องทดสอบการวัลคาไนซ์ของยาง ผลิตโดยบริษัท Alpha Technologies รุ่น Rheometer MDR 2000
10. เครื่องวัดความแข็งแบบชอเอ (hardness Shore A) รุ่น Shore Durometer™ PTC 408
11. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope) รุ่น Jeol™ JSM5800LV
12. เครื่องวิเคราะห์ทางกลศาสตร์เชิงความร้อนแบบพลวัต (dynamic mechanical thermal analyzer) รุ่น Rheometric Scientific™ DMTA V
13. เครื่องวัดความหนา ความละเอียด 0.01 มิลลิเมตร ผลิตโดยบริษัท Teclock® รุ่น SM-112

2.3 วิธีการทดลอง

2.3.1 การเตรียมยางคอมปาวด์ด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง

บดยางประมาณ 150 g เป็นเวลา 2 นาที เพื่อให้ยางนิ่มขึ้น เติมสารเคมีต่างๆตามสูตร เมื่อผสมสารเคมีหมดแล้วบดอย่างต่อเนื่องประมาณ 3 นาที ใช้เวลาในการผสมทั้งหมดประมาณ 17 นาที

2.3.2 การเตรียมยางคอมปาวด์ด้วยเครื่องผสมแบบปิด

ตั้งสภาวะในการผสมที่อุณหภูมิ 80 °C ความเร็วรอบโรเตอร์ 60 rpm ปริมาตรวัสดุที่ใช้ทั้งหมดเท่ากับ 70 % ของปริมาณห้องผสม เติมยางประมาณ 130 g ลงไปบดให้นิ่มเป็นเวลา 2 นาที หลังจากนั้นเติมสารเคมี ใส่ DCP เป็นลำดับสุดท้าย แล้วทำการบดต่อไปอีก 3 - 4 นาที ใช้เวลารวมทั้งสิ้นประมาณ 8 นาที ในกรณีที่เติมฟีนอลิก เรซินจะใช้เวลาในการผสมนานขึ้นเพื่อให้ผสมได้ดีขึ้น โดยใช้เวลารวมทั้งสิ้นประมาณ 10 นาที และเติมเป็นลำดับสุดท้ายเช่นกัน

2.3.3 การเตรียมเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์ด้วยเครื่องผสมแบบปิด

2.3.3.1 กรณีที่ใช้ยางคอมปาวด์ที่เตรียมด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง

1. ผสมยางและสารเคมีต่างๆตามสูตรยกเว้นสารเชื่อมโยง ด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง
2. ตั้งสภาวะการผสมในเครื่องผสมแบบปิด โดยตั้งอุณหภูมิ 230 °C ความเร็วรอบโรเตอร์ 100 rpm หลอมในลอนเป็นเวลา 3 นาที ใส่ยางคอมปาวด์ผสมต่อไปจนถึงนาทีกี่ 6 แล้วเติม DCP และทำการบดผสมต่ออีกประมาณ 2 นาที ใช้เวลารวมทั้งสิ้นประมาณ 8 นาที
3. นำเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์ที่ได้รีดให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้งทันที

2.3.3.2 กรณีที่เติมสารเคมีในเครื่องผสมแบบปิด

1. ตั้งสภาวะการผสมในเครื่องผสมแบบปิด โดยตั้งอุณหภูมิ 230 °C ความเร็วรอบโรเตอร์ 100 rpm
2. ทำการเติมในลอน ใช้เวลาในการหลอมประมาณ 3 นาที หลังจากนั้นเติม ENR ลงไป ใช้เวลาผสมเป็นเวลา 2 นาที เติมสารเคมีต่างๆไปจนถึงนาทีกี่ 8 เติม DCP เป็นลำดับสุดท้าย ทำการบดผสมต่ออีก 2 นาที ใช้เวลารวมทั้งสิ้นประมาณ 10 นาที
3. นำเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์ที่ได้รีดให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง

2.3.4 การเตรียมเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่

1. เตรียมยางคอมปาวด์ด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้งหรือเครื่องผสมแบบปิด จะผสม DCP ด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้งเสมอ
2. นำยางคอมปาวด์ที่ได้ตัดเป็นชิ้นเล็กๆ เพื่อความสะดวกในการผสมด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่
3. ผสมในลอนและยางคอมปาวด์ ในเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ โดยทำการใส่ในลอนและยางคอมปาวด์พร้อมกันในเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ สภาวะการขึ้นรูปมีดังนี้ อุณหภูมิไซน 1 2 และ 3 (die) เท่ากับ 190°C 220°C และ 230°C ตามลำดับ ความเร็วรอบของสกรูเท่ากับ 150 rpm ระยะเวลาที่อยู่ในสกรู (resident time) ประมาณ 1.30 นาที
4. อบเม็ดเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์ในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์ดังกล่าวผ่านเครื่องอัดรีดนี้อีกหนึ่งรอบ

5. นำเม็ดเทอร์โมพลาสติกโกลาสโตเมอร์ที่ผ่านเครื่องอัดรีดจากรอบที่สอง อบในตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2.3.5 การขึ้นรูปแผ่นเทอร์โมพลาสติกโกลาสโตเมอร์ด้วยเครื่องอัดความดัน

นำเม็ดเทอร์โมพลาสติกโกลาสโตเมอร์ที่อบแห้งแล้ว ขึ้นรูปเป็นแผ่นที่มีความหนาประมาณ 1.5 mm ขนาด 6 x 6 in ด้วยเครื่องอัดที่อุณหภูมิ 230°C เป็นเวลา 5 นาที ที่ความดัน 450 kg/cm² ทำการหล่อเย็นโดยน้ำประปาไหลผ่านเครื่องเป็นเวลา 20 นาที

2.3.6 การทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึง (Tensile properties testing)

ทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D412C ใช้ความเร็วในการทดสอบ 15 mm/min ตัวอย่างหนึ่งชุดจะใช้ชิ้นทดสอบ 10 ชิ้น รายงานค่าความเค้นที่จุดขาด (stress at break, σ_b) หรือค่าความทนต่อแรงดึง (tensile strength) และค่าระยะยืด ณ จุดขาด (elongation at break, ϵ_b)

2.3.7 การทดสอบสมบัติความต้านทานต่อการฉีกขาด (Tear resistance testing)

ทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D624 ใช้ความเร็วในการดึงยืด 15 mm/min ตัวอย่างหนึ่งชุดจะใช้ชิ้นทดสอบ 10 ชิ้น บันทึกค่าแรงดึงสูงสุดที่ทำให้ชิ้นทดสอบฉีกขาด นำมาหารด้วยความหนาของชิ้นทดสอบได้เป็นค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดหรือความทนต่อการฉีกขาด

2.3.8 การทดสอบสมบัติการยืดถาวร (Tension set)

ทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 412 Method A Die C ทำเครื่องหมายไว้บนชิ้นตัวอย่าง โดยขีดเส้นให้ห่างกัน 10 mm (L_0) ดึงขึ้นตัวอย่างด้วยความเร็ว 15 mm/min ให้มีความเครียด (strain) 100% และรักษาความเครียดนี้ไว้เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นปล่อยขึ้นตัวอย่างให้กลับมาที่ระยะเดิมด้วยความเร็ว 15 mm/min และเอาชิ้นตัวอย่างออกจากเครื่องทดสอบ วางชิ้นตัวอย่างไว้ 10 นาที วัดระยะของเครื่องหมายที่ทำไว้บนชิ้นตัวอย่าง (L) บันทึกค่าที่วัดได้ คำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของความยาวขึ้นตัวอย่างหรือค่าการยืดถาวร (Tension set, $E = 100 \times (L - L_0)/L_0$)

2.3.9 การทดสอบความแข็ง (Hardness testing)

ทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D2240 เป็นการวัดค่าความแข็งแบบ shore A

2.3.10 การตรวจสอบด้วยการวิเคราะห์ทางกลศาสตร์ความร้อนเชิงพลศาสตร์ (Dynamic Mechanical Thermal Analysis, DMTA)

ตัดชิ้นงานให้มีความกว้าง 10 mm และยาว 25 mm ทำการทดสอบแบบดึง (tension) ใช้ความถี่ 1 Hz เปอร์เซนต์การยืด (strain control) 0.01% ช่วงอุณหภูมิการทดสอบตั้งแต่ -100°C ถึง 150°C และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 2°C/mm

2.3.11 การตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM)

จุ่มตัวอย่างในไนโตรเจนเหลวเป็นเวลา 30 นาที และทำการหักทันที นำชิ้นงานที่หักได้แช่ด้วยกรดฟอร์มิก เพื่อสกัดเอาในลอนออกไป อบชิ้นงานด้วยตู้อบสูญญากาศ ตัดตัวอย่างบนแท่งทองเหลือง ฉาบด้วยทอง

2.4 การเรียกชื่อสูตรยางผสม

เนื่องจากในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์มีตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาหลายค่า จึงกำหนดชื่อสูตรตามลำดับตัวแปรดังนี้ เครื่องผสม ชนิดและปริมาณของสารเชื่อมโยง ชนิดและปริมาณของสารร่วมการเชื่อมโยง วิธีการผสมสารเชื่อมโยง ในแต่ละสูตรมีการกำหนดสัญลักษณ์ต่างๆ ตัวอย่าง เช่น

E50/2.5/t/350-1t

| | |
|--------|--|
| E | หมายถึง ทำการเตรียมเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ในเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ |
| 50 | หมายถึง ปริมาณของ ENR เท่ากับ 50 phr |
| 2.5 | หมายถึง ปริมาณของ DCP |
| t | หมายถึง ทำการผสม DCP ในเครื่องบดสองลูกกลิ้ง |
| 350-1t | หมายถึง สารร่วมการเชื่อมโยงชนิด SR350 ปริมาณ 1 phr ถูกผสมในยางคอมปาวด์ด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง |

ตัวอย่างชื่อสูตรอื่นๆ เช่น

สูตร E50/Ph-8/t/75-3b หมายถึงเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ที่เตรียมจากเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ มีปริมาณยาง 50 phr มีการเติมฟีนอลิคเรซิน (Ph) 8 phr ในยางคอมปาวด์ด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง และมีการเติมสารร่วมการเชื่อมโยงชนิด SR75 ปริมาณ 3 phr โดยเติมในเครื่องผสมแบบปิด กรณีนี้อาจมีความซับซ้อนเล็กน้อย ดังนี้ มีการเตรียมยางคอมปาวด์ที่มีสารร่วมการเชื่อมโยงชนิด SR75 ปริมาณ 3 phr โดยเติมในเครื่องผสมแบบปิด แล้วนำยางคอมปาวด์มาผสมกับฟีนอลิคเรซินด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้งก่อนนำไปผสมกับในลอนด้วยเครื่องอัดรีด

สูตร B50/0 หมายถึงหมายถึงเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ที่เตรียมจากเครื่องผสมแบบปิดและไม่มีสารเชื่อมโยง

สูตร E50/2.5/t หมายถึงหมายถึงเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ที่เตรียมจากเครื่องผสมแบบปิดและเติม DCP ปริมาณ 2.5 phr โดยทำการผสม DCP ในยางคอมปาวด์ด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง