

บทที่ 3

สารเคมี อุปกรณ์ และวิธีการวิจัย

3.1 ยางและสารเคมี

3.1.1 ยางธรรมชาติ (Natural rubber, NR)

เป็นยางแผ่นรมควันชั้น 3 (Ribbed smoked sheet, RSS No.3) ใช้สำหรับเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ มีค่าความหนืดมูนนี่ ML 1+4, 100°C ประมาณ 72 ผลิตโดยชมรมสหกรณ์ชาวสวนยาง ต.โคกโพธิ์-แม่ลาน จังหวัดปัตตานี ประเทศไทย

3.1.2 พอลิโพรไพลีน (Polypropylene, PP)

พอลิโพรไพลีนใช้เป็นพลาสติกในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ เกรดที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ P700J มีแทคติซิตีแบบไอโซแทกติกลักษณะเป็นเม็ดขาวขุ่น มีดัชนีการไหล (MFI) เท่ากับ 12 g/10 min (2.16 kg/230°C) ความหนาแน่น 0.91 g/cm³ ผลิตโดย Thai Polypropylene Co., Ltd. มีสมบัติทั่วไปดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 สมบัติทั่วไปของพอลิโพรไพลีนเกรด P700J

Properties	Test method	Value
MFI 2.16 kg/230 °C (g/10min)	ASTM D1238	12
Density (g/cm ³)	ASTM D1505	0.91
Tensile strength at yield (kg/cm ²)	ASTM D638	380
Tensile strength at break (kg/cm ²)	ASTM D638	250
Ultimate elongation (%)	ASTM D638	500
Vicat softening temperature (°C)	ASTM D1525	155

3.1.3 ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (Epoxidized Natural Rubber, ENR)

เป็นยางธรรมชาติที่ผ่านการดัดแปลงโมเลกุลเกิดวงแหวนออกซิเรน กระจายในโครงสร้าง ซีส 1, 4-พอลิไอโซพรีน ใช้ในการเบลนด์กับโคพอลิเมอร์เอทิลีนไวนิลอะซิเตท คลอโรซัลโฟเตพอลิเอทิลีน และพอลิโพรไพลีน งานวิจัยใช้ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีปริมาณหมู่อีพอกไซด์ 25% โมล (ENR-25) และ 50% โมล (ENR-50) ผลิตโดยบริษัท เมืองใหม่ กัทรี จำกัด จังหวัดสุราษฎร์ธานี ประเทศไทย

3.1.4 โคพอลิเมอร์เอทิลีนไวนิลอะซิเตท (Ethylene-vinyl acetate copolymer, EVA)

เป็นเทอร์โมพลาสติกชนิดโคพอลิเมอร์ มีปริมาณพอลิไวนิลอะซิเตท 28 % โดยน้ำหนัก ชื่อทางการค้าคือ MV1055 และมีลักษณะเป็นเม็ดใส ผลิตโดยบริษัท ทีพีไอ (มหาชน) จำกัด จังหวัดระยอง ประเทศไทย มีสมบัติทั่วไปดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สมบัติทั่วไปของโคพอลิเมอร์เอทิลีนไวนิลอะซิเตท (TPI technical datasheet, 2007)

Properties	Test method	Value
MFI 2.16 kg/190 °C (g/10min)	ASTM D1238	8.0
Density (g/cm ³)	ASTM D1505	0.953
Tensile strength at yield (N/mm ²)	ASTM D638	2.5
Tensile strength at break (N/mm ²)	ASTM D638	23
Ultimate elongation (%)	ASTM D638	840
Vicat softening temperature (°C)	ASTM D1525	49

3.1.5 ยางคลอโรซัลโฟเนตพอลิเอทิลีน (Chlorosulfonated Polyethylene, CSM)

ยางชนิดนี้ที่ใช้มีชื่อทางการค้าคือ Hypalon ® เกรด H-40 มีลักษณะเป็นชั้นเล็กๆ สีขาวครีม ปริมาณคลอรีน 34.5±1.5% ซัลเฟอร์ 1.0±0.12% และมีค่า ML(1+4) 125°C เท่ากับ 41-44 ผลิตโดยบริษัท Dupont Dow Elastomer Co., Ltd. ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.6 อัลตราลูบ (Ultra Lube 220, UL220)

เป็นสารช่วยในการแปรรูป (Processing aids) ประกอบด้วย aliphatic fatty acid ester ผลิตโดยบริษัท Performance Additives Co., Ltd. ประเทศมาเลเซีย

3.1.7 อัลตราเบลนด์ (Ultra Blend 6000, UB6000)

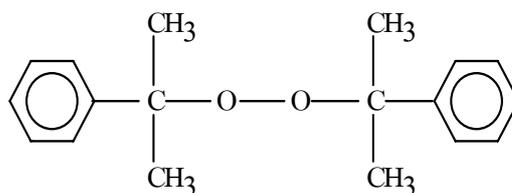
เป็นสารเพิ่มความเหนียว (Homogenizing agents) ประกอบด้วย aliphatic hydrocarbon resins ผลิตโดยบริษัท Performance Additives Co., Ltd. ประเทศมาเลเซีย

3.1.8 ไตรไฮโดรควิโนน (2,2,4-Trimethyl-1,2-dihydroquinone, TMQ)

เป็นสารต้านการออกซิเดชัน ทำหน้าที่ขจัดอนุมูล (radical scavenger) ในยางหรือพอลิเมอร์ ชนิดต่างๆ เพื่อป้องกันการเสื่อมสภาพจากการออกซิไดซ์ (oxidative aging) และมีสมบัติเป็นตัวต้านทานการเสื่อมสภาพจากความร้อน (heat aging) มีลักษณะเป็นเม็ดสีน้ำตาล สูตรโมเลกุลคือ C₁₂H₁₅N น้ำหนักโมเลกุล 173.26 g/mol ความหนาแน่น 1.02-1.10 g/cm³ จุดหลอมเหลว 75-100 °C ผลิตโดยบริษัท Flexsys America L.P. ประเทศสหรัฐอเมริกา

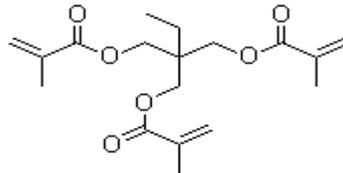
3.1.9 ไดคิวมิลเปอร์ออกไซด์ (Dicumyl peroxide, DCP)

เป็นอะโรมาติกเปอร์ออกไซด์ใช้เป็นสารวัลคาไนซ์ มีลักษณะเป็นเม็ดขนาดเล็กสีขาว มีจุดหลอมเหลว 39-41°C มีน้ำหนักโมเลกุล 270.37 g/mol ความถ่วงจำเพาะ 1.02 ผลิตโดยบริษัท Wuzhou International Co., Ltd. ประเทศจีน มีโครงสร้างโมเลกุลดังนี้คือ



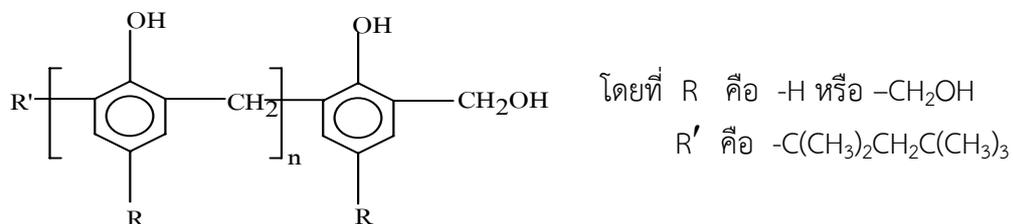
3.1.10 ไตรเมทิลอลโพรเพนไตรเมทาคริเลท (Trimethylolpropane trimethacrylate, TMPTMA)

เป็นสาร Coagent ใช้ร่วมกับไดควิมิลเปอร์ออกไซด์ในปฏิกิริยาวัลคาไนซ์ทำให้ยางมีความต้านทานต่อความร้อนได้ดี ความต้านทานต่อการฉีกขาด ความแข็ง และปริมาณพันธะเชื่อมโยงสูง มีลักษณะเป็นของเหลวสีเหลืองใส มีสูตรโมเลกุล คือ $C_{18}H_{26}O_6$ น้ำหนักโมเลกุล 338.41 g/mol ความหนาแน่น 1.06 g/cm³ ผลิตโดยบริษัท Behn Meyer Chemical Co., Ltd ประเทศจีน มีสูตรโครงสร้างดังนี้คือ



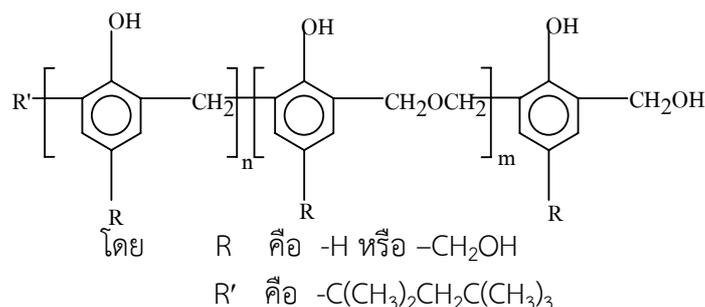
3.1.11 ไฮดรอกซีเมทิลอลฟีนอลิกเรซิน (Hydroxymethylol phenolic resin, HRJ-10518)

ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ (compatibilizer) ชนิด PhHRJ-PP มีลักษณะเป็นของแข็งสีเหลืองอำพัน มีความถ่วงจำเพาะ 1.05 ช่วงจุดอ่อนตัวอยู่ระหว่าง 30-40 °C จุดหลอมตัวอยู่ระหว่าง 80-95 °C และมีปริมาณหมู่ methylol อยู่ในช่วง 6-9 เปอร์เซ็นต์ เป็นสารเคมีในกลุ่มเมทิลอลฟีนอลิกเรซิน (Hydroxydimethylol phenolic resin) ผลิตโดยบริษัท Schenectacy International Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา มีสูตรโครงสร้างดังนี้คือ



3.1.12 ไดเมทิลอลฟีนอลิกเรซิน (Dimethylol phenolic resin, SP-1045)

ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ (compatibilizer) ชนิด PhSP-PP มีลักษณะเป็นของแข็งสีเหลืองอำพัน มีความถ่วงจำเพาะ 1.04 ช่วงจุดอ่อนตัวอยู่ระหว่าง 30-40 °C จุดหลอมตัวอยู่ระหว่าง 80-95 °C และมีปริมาณหมู่ methylol อยู่ในช่วง 8-11 เปอร์เซ็นต์ เป็นสารเคมีในกลุ่มเมทิลอลฟีนอลิกเรซิน (Hydroxydimethylol phenolic resin) ผลิตโดยบริษัท Schenectacy International Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา มีสูตรโครงสร้างดังนี้คือ



3.1.13 มาลิกแอนไฮไดรด์ (Maleic anhydride, C₄H₂O₃)

ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิด PP-g-MA เป็นสารเคมีเกรดวิเคราะห์ (AR-grade) มีความบริสุทธิ์ 98.0% ลักษณะเป็นเกล็ดสีขาวขุ่น และมีจุดหลอมเหลวอยู่ในช่วง 52-54 °C ผลิตโดยบริษัท Fluka chemika ประเทศสวิสเซอร์แลนด์

3.1.14 สแตนนัสคลอไรด์ (Stannous chloride, SnCl₂)

ใช้เป็นสารเร่งปฏิกิริยาระหว่างหมู่เมทิลอลในโครงสร้างพีนอลิกเรซินกับพันธะคู่ในโมเลกุลพอลิโพรไพลีน ในการเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ มีสูตรโมเลกุล SnCl₂·2H₂O น้ำหนักโมเลกุลรวม 225.63 g/mol ความหนาแน่น 2.71 g/cm³ และจุดหลอมเหลว 37-38 °C ผลิตโดยบริษัท Carlo Erba Reagent ประเทศฝรั่งเศส

3.1.15 ซิลิกา (Silica)

ใช้เป็นสารตัวเติมในเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว มีชื่อทางการค้าคือ Ultrasil VN 3 ผลิตโดยบริษัท Dugussa Co., Ltd ประเทศเยอรมนี มีสมบัติดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 สมบัติของซิลิกาเกรด VN3

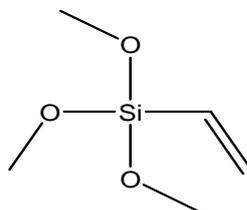
Properties	Typical value
Specific surface area (Areameter) (m ² /g)	170
Electrical conductivity 4% in water (μs/cm)	85.3
Loss on drying, 2hr at 105°C	4.4
pH value, 5 %in water (%)	6.3
Sieve residue Mocker 63 μm (%)	0.01

3.1.16 ซิลิกาตัดแปลง (Modified silica)

ซิลิกาที่ใช้ผสมลงไปในเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จะผ่านการปรับปรุงผิวด้วยไวนิลไซเลนเกรด Silquest A-171 โดยการนำซิลิกาอบในเครื่องอบซิลิกา (ดังรูปที่ 3.2) ที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พร้อมกับกวนตลอดเวลา จากนั้นใส่ไวนิลไซเลนเกรด Silquest A-171 ปริมาณ 6% โดยน้ำหนักซิลิกา โดยเตรียมสารละลายไซเลน Silquest A-171 เข้มข้น 10% โดยน้ำหนัก ในตัวทำละลายอะซิโตนผสมน้ำใช้อัตราส่วนของ A-171/acetone/water = 10/80/10 %โดยน้ำหนัก จากนั้นนำไปหยดในเครื่องอบซิลิกาเข้าเป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยปรับอุณหภูมิเป็น 100°C อบต่ออีก 24 ชั่วโมง พร้อมกับกวนตลอดเวลา

3.1.17 ไวนิลไตรเมทอกซีไซเลน (Vinyltrimethoxy Silane,)

เป็นสารคู่ควบ (coupling agent) ชนิดไวนิลไซเลนใช้ปรับปรุงผิวของอนุภาคซิลิกาในการใช้เป็นสารตัวเติมในเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ มีชื่อทางการค้าคือ Silquest A-171 ผลิตโดย Momentive performance materials ประเทศสหรัฐอเมริกา โดยมีสมบัติ ดังตารางที่ 3.4 และมีสูตรโครงสร้างโมเลกุลดังนี้คือ



ตารางที่ 3.4 สมบัติของ Silquest A-171

Properties	Typical
Appearance	Colorless to Light Straw
Specific Gravity	0.97
Refractive Index n_D 25°C	1.3905
Flash Point, Tag Closed Cup, °C (°F)	28 (82)
Boiling Point, °C (°F)	122 (252)

3.1.18 น้ำมันขาว (White oil)

เป็นน้ำมันช่วยแปรรูป (Processing oil) สำหรับเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ มืองค์ประกอบส่วนใหญ่ คือ สารประกอบไฮโดรคาร์บอนชนิดพาราฟินิกและแนฟเทนิก ถูกออกซิเดชันได้น้อยมาก จึงไม่เปลี่ยนสีและกลิ่นขณะจัดเก็บและใช้งาน ผลิตโดยบริษัท Conocophillips Co., Ltd ประเทศสหรัฐอเมริกา สมบัติทั่วไปแสดงดังในตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 สมบัติทั่วไปของน้ำมันขาว

Properties	Test method	Value
Specific Gravity at 15.6 °C	ASTM D1298	0.87
Flash Point (°C)	ASTM D92	225
Pour point (°C)	ASTM D97	-15
Viscosity Index	ASTM D2272	84
Aniline point (°C)	ASTM D611	105

3.1.19 น้ำมันพาราฟินิก (Paraffinic oil)

เป็นน้ำมันช่วยแปรรูปของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ชื่อทางการค้าคือ Process oil P-30 มีลักษณะใสไม่มีสี มีโครงสร้างส่วนใหญ่เป็นโมเลกุลไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวซึ่งประกอบด้วยคาร์บอนและไฮโดรเจน ผลิตโดยบริษัท คาลเท็กส์ จำกัด ประเทศไทย มีคุณสมบัติดังแสดงในตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 สมบัติของน้ำมันพาราฟินิก, P-30

Properties	Test method	Value
Density@30°C (g/cm ³)	ASTM-D1298	0.858
Flash Point (COC) (°C)	ASTM-D92	224
Kinematic Viscosity@100°C (cSt)	ASTM-D445	
@40°C		30.5
@100°C		4.903
Viscosity Index	ASTM-D2270	105
Carbon Type Analysis, Ca%	ASTM-D2140	4.1
Cn%	ASTM-D2140	27.6
Cp%	ASTM-D2140	68.2

3.1.20 ไดออกทิลพทาเลท (Diocetylphthalate, DOP)

เป็นน้ำมันช่วยแปรรูปของเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ มีลักษณะใส ผลิตโดยบริษัท DC Chemical Co., Ltd ประเทศเกาหลีใต้ โดยมีสมบัติดังตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 สมบัติของน้ำมันไดออกทิลพทาเลท

Properties	Test method	Value
Colour (APHA)	JIS K6751	20
Acid value (mgKOH/g)	JIS K6751	0.02
Ester value (mgKOH/g)	JIS K6751	287
Heating loss (%wt@125±3 °C, 3Hr)	JIS K6751	0.03
Acid value after heating (mgKOH/g)	JIS K6751	0.04
Volume resistivity (Ohm.cm)	JIS K6751	1.39×10 ¹¹
Moisture (%wt)	KF	0.03
Purity (%wt)	GC	99.74

3.1.21 น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ (Epoxidized soybean oil)

เป็นน้ำมันช่วยในการแปรรูปของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ มีลักษณะสีเหลืองใสและมีความเป็นขี้ผึ้งสูง สามารถละลายในตัวทำละลายที่เป็นอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน บิวทานอล คีโตน เป็นต้น ผลิตโดยบริษัท Chemical land21 Co., Ltd ประเทศเกาหลีใต้ มีสมบัติดังตารางที่ 3.8

ตารางที่ 3.8 สมบัติของน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกซีไดซ์

Properties	Typical
Physical state	Clear to yellow liquid
Melting point	< 0 °C
Boiling point	Decomposes
Specific gravity	0.985-0.995
Viscosity	ca 450 cps at 25°C
Refractive index	1.470-1.472
Flash point	> 280°C
Oxirane value	6.0% min
Acid value	1.0 max (KOH mg/g)
Iodine value	6.0 max (mg I ₂ /g oil)
Water	0.5% max
Loss drying	0.3% max
Colour, Apha	300 max

3.1.22 น้ำมันอะโรมาติก (Aromatic oil)

เป็นน้ำมันช่วยแปรรูปของเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ มีชื่อทางการค้า คือ Process oil A-20 ผลิตโดยบริษัท คาลเท็กซ์ จำกัด จำกัด ประเทศไทย โดยมีสมบัติดังตารางที่ 3.9

ตารางที่ 3.9 สมบัติของน้ำมันอะโรมาติก, A-20

Properties	Test method	Value
Density@15°C (Kg/L)	ASTM D 4052	0.978
Flash Point (COC) (°C)	ASTM D 92	253
Pour Point (°C)	ASTM D 97	24
Kinematic Viscosity@100°C	ASTM D 445	23.53
Aniline Point (°C)	ASTM D 611	42.9

3.1.23 ไซลีน (Xylene)

ใช้เป็นตัวทำละลายในการสกัดเฟสของพอลิโพรไพลีนในเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ให้เหลือเฉพาะเฟสยางวัลคาไนซ์เพื่อนำไปวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด มีสูตรโมเลกุล คือ C₆H₄(CH₃)₂ น้ำหนักโมเลกุล 106.17 g/mol ความหนาแน่น 0.86 g/cm³ จุดเดือดอยู่ในช่วง 138-142°C และมีค่า solubility parameter เท่ากับ 8.8 cal^{-1/2}.cm^{-3/2} ผลิตโดยบริษัท Labscan Co.,Ltd. ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์

3.1.24 น้ำมันมาตรฐาน ASTM oil No.1

เป็นน้ำมันที่ใช้ทดสอบสมบัติการบวมพองของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ มีลักษณะเป็นของเหลวสีเหลืองใส ผลิตโดยบริษัท DSM Co., Ltd, Rotterdam ประเทศเนเธอร์แลนด์ โดยมีสมบัติดังตารางที่ 3.10

ตารางที่ 3.10 สมบัติของน้ำมันมาตรฐาน ASTM oil No.1

Properties	Value
Flash Point, °C	286
Aniline point, °C	123.8
Viscosity (99°C) mm ² /s	19.58

3.1.25 น้ำมันมาตรฐาน IRM 903

เป็นน้ำมันที่ใช้ทดสอบสมบัติการบวมพองของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ มีลักษณะเป็นของเหลวสีเหลืองใส ผลิตโดยบริษัท DSM Co., Ltd, Rotterdam ประเทศเนเธอร์แลนด์ โดยมีสมบัติดังตารางที่ 3.11

ตารางที่ 3.11 สมบัติของน้ำมันมาตรฐาน IRM 903 oil

Properties	Value
Viscosity:cst (37.8°C) mm ² /s	33.40
Gravity, API at 1°C	22.3
Specific gravity	0.8
Pour point, °C	-31
Flash Point, °C	176
Aniline point, °C	70.6
Naphthenics, Cn%	49
Paraffinics, Cp%	38
Aromatic, Ca%	14
Viscosity-gravity constant	0.880

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

3.2.1 เครื่องผสมแบบปิด (Internal mixer)

เป็นเครื่องผสมแบบปิดขนาดเล็กห้องผสมมีโรเตอร์ 2 ตัวหมุนเข้าหากัน มีปริมาตรความจุเท่ากับ 500 cm³ สามารถควบคุมความเร็วของโรเตอร์และอุณหภูมิขณะผสมได้ ประกอบด้วยอุปกรณ์หลักคือ ชุดให้ความร้อนแบบใช้ไฟฟ้าเพื่อควบคุมอุณหภูมิห้องผสมด้วยชุดอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ (thermostat) ติดตามสถานะการผสมโดยมีการรายงานค่ากระแสไฟฟ้า แรงบิด และอุณหภูมิในขณะผสมผ่านการประมวลผลด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ เครื่องมือนี้ใช้สำหรับการเตรียมยางคอมพาวนด์และเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ผลิตโดยบริษัท เจริญทัศน์ จำกัด สมุทรปราการ ประเทศไทย ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 เครื่องผสมแบบปิด (Internal mixer)

3.2.2 เครื่องผสมสองลูกกลิ้ง (Two Roll Mill)

ใช้สำหรับรีดยางคอมพาวนด์ที่ผ่านเครื่องผสมแบบปิดให้เป็นแผ่น ลูกกลิ้งมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 นิ้ว ความยาว 14 นิ้ว ความเร็วผิวลูกกลิ้งหน้า 21.4 รอบต่อนาที ความเร็วผิวลูกกลิ้งหลัง 25.7 รอบต่อนาที อัตราความเร็วของลูกกลิ้งหลังต่อลูกกลิ้งหน้า (Friction ratio) เท่ากับ 1.21:1 สามารถปรับอุณหภูมิได้สูงสุดที่ 399°C ผลิตโดยห้างหุ้นส่วนจำกัด ชัยเจริญการช่าง กรุงเทพมหานคร ประเทศไทย

3.2.3 เครื่องวัดความหนืดมูนนี่ (Mooney viscometer)

เป็นเครื่องวัดความหนืดของยางคอมพาวนด์ รุ่น VISC TECH โดยวัดแรงบิดที่เกิดขึ้นเนื่องจากการหมุนในยางด้วยความเร็วคงที่ 2 รอบ/นาที ซึ่งเครื่องสามารถตั้งอุณหภูมิสูงสุดได้ 180°C ผลิตโดยบริษัท Tech Pro Co., Ltd. ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.4 เครื่องรีโอมิเตอร์แบบตายเคลื่อนที่ (Moving Die Rheometer, MDR)

ใช้ในการทดสอบพฤติกรรมการวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์ รุ่น MD⁺ ไม่มีโรเตอร์ หมุนไป-มาด้วยมุม 1° ความถี่ 1.67 Hz และความเครียด 13.95% สามารถปรับอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 50-200°C ผลิตโดยบริษัท Tech Pro Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.5 เครื่องอบซิลิกา

เป็นเครื่องที่ใช้ในการปรับปรุงผิวซิลิกาด้วยไวนิลไซเลน Silquest A-171 สร้างขึ้นโดยช่างเทคนิค ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มอ.ปัตตานี ภายในตัวเครื่องประกอบด้วยใบพัดที่ใช้สำหรับกวน มีชุดควบคุมอุณหภูมิ ระหว่างผสมเพื่อให้เกิดปฏิกิริยา โดยสามารถควบคุมอุณหภูมิได้ในช่วง 0-800°C ตัวเครื่องมีฝาปิด ช่องสำหรับใส่สารเคมี และช่องเล็กที่ฝาปิดเพื่อระบายอากาศออกในระหว่างการทำปฏิกิริยา ลักษณะตัวเครื่องแสดงดังในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.4 เครื่องอบซิลิกา

3.2.6 เครื่องอัดเบ้า (Compression moulding)

เป็นเครื่องอัดเบ้าโดยใช้แรงดันไฮดรอลิกแบบ 2 ชั้น ใช้สำหรับอัดยาง แผ่นอัดขนาด 20x20 นิ้ว เส้นผ่านศูนย์กลางกระบอกไฮดรอลิก 10 นิ้ว สามารถกำหนดแรงดันสูงสุด 6000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว และปรับอุณหภูมิได้ถึง $399 \pm 10^{\circ}\text{C}$ ผลิตโดยห้างหุ้นส่วนจำกัด ชัยเจริญการช่าง กรุงเทพมหานคร ประเทศไทย

3.2.7 เครื่องบดพลาสติก

ใช้สำหรับบดเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้จากเครื่องผสมแบบปิดให้มีขนาดเล็ก เพื่อให้ง่ายต่อการขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดพลาสติก ผลิตโดยบริษัท Bosco engineering ประเทศไทย

3.2.8 เครื่องฉีดพลาสติก (Plastic Injection Moulding Machine)

เป็นเครื่องรุ่น TII-90F ขนาด 90 ตัน ผลิตโดยบริษัท Welltec Machinery LTD เขตปกครองพิเศษฮ่องกง ประเทศจีน ใช้สำหรับฉีดขึ้นทดสอบเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้ ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 เครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติก (Plastic Injection Moulding Machine)

3.2.9 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile testing machine)

เป็นเครื่องยี่ห้อ Hounsfield รุ่น H 10KS ผลิตโดยบริษัท Hounsfield Test Equipment ประเทศอังกฤษ เป็นเครื่องที่ใช้วัดแรงกดหรือแรงดึง สามารถรับแรงได้สูงสุด 10 kN มี load cell ทำหน้าที่แปลงสัญญาณจากค่าแรงที่ได้ผ่านวงจรรีเลย์ทรอนิกส์ เป็นค่าแรงดึงหรือแรงกดในหน่วยนิวตัน สามารถตั้งความเร็วในการเคลื่อนที่ของตัวจับขึ้นทดสอบตั้งแต่ 0.01 ถึง 1000 มิลลิเมตรต่อวินาที ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Testing Machine)

3.2.10 เครื่องทดสอบความแข็งแบบดิจิทัล (Digital Hardness Tester)

เป็นเครื่องวัดความแข็งดิจิทัล แบบชอร์ดูโรมิเตอร์ (shore durometer) โดยใช้แรงกดจากสปริง ยี่ห้อ toyoseiki ผลิตโดยบริษัท Toyoseiki Co., Ltd. ประเทศญี่ปุ่น

3.2.11 เครื่องทดสอบความสามารถในการแปรรูปแบบตายเคลื่อนที่ (Moving Die Processability Tester, MDPT)

เป็นเครื่องทดสอบสมบัติพลวัตเชิงกล สามารถปรับอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 50-200°C แปรความถี่ได้ตั้งแต่ 0.02-30 Hz และแปรความเครียดตั้งแต่ 3-120% ใช้ทดสอบหาค่ามอดูลัสสะสม (G') มอดูลัสสูญเสีย (G'') และแทนเจนต์รั้วซิม (Tan δ) ได้ ผลิตโดยบริษัท Tech Pro Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา ลักษณะเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 เครื่องทดสอบความสามารถในการแปรรูปแบบตายเคลื่อนที่ (Moving Die Processability Tester)

3.2.12 เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR)

เป็นเครื่องรุ่น Omnic ESP Magna-IR 560 Spectrometer, Nicolet ผลิตโดยบริษัท Nicolet Instrument Corporation ประเทศสหรัฐอเมริกา ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของพอลิเมอร์ โดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า ในช่วงรังสีอินฟราเรดความยาวคลื่นตั้งแต่ 2.5-20 ไมครอน ซึ่งมีเลขคลื่นอยู่ในช่วง $4000-400\text{ cm}^{-1}$ ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR)

3.2.13 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

เป็นเครื่อง model JSM-5200 ผลิตโดยบริษัท Joel Ltd. ประเทศญี่ปุ่น ส่วนประกอบของเครื่องประกอบด้วย แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron Gun) ระบบเลนส์ (Electro Magnetic Lens) หัวตักจับสัญญาณ (Signal Detectors) และส่วนแสดงภาพจอคอมพิวเตอร์ ใช้ศึกษาลักษณะด้านสัณฐานวิทยา เพื่อดูการกระจายตัวของเฟสยางวัลคาไนซ์ในเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ลักษณะของเครื่องแสดงดังในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.2.14 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักภายใต้ความร้อน (Thermal gravimetric analyzer, TGA)

ใช้เป็นเครื่องวิเคราะห์เชิงความร้อนด้วยเทคนิค Thermal gravimetric analysis, TGA รุ่น STA 6000 โดยให้ค่าอุณหภูมิการสลายตัวและเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักจากการสลายตัวของชิ้นตัวอย่าง สามารถทดสอบตัวอย่างได้ตั้งแต่อุณหภูมิ 20-1000°C ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา ลักษณะเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.8

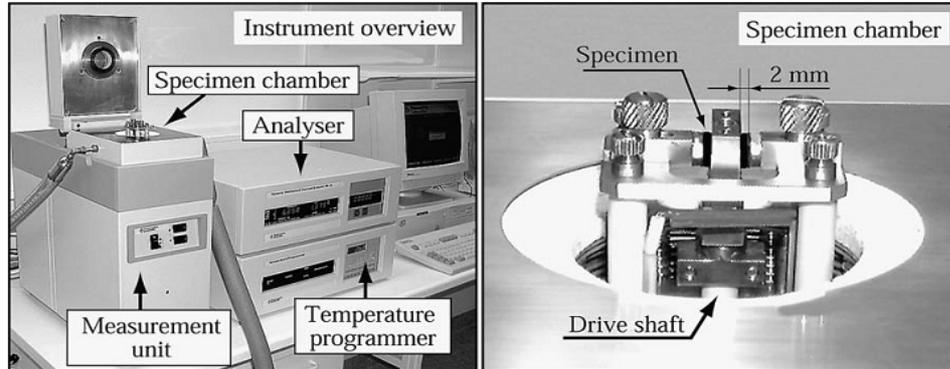


รูปที่ 3.8 เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักภายใต้ความร้อน (Thermal gravimetric analyzer)

3.2.15 เครื่องวิเคราะห์สมบัติพลวัตเชิงกล (Dynamic Mechanical Thermal Analyzer; DMTA)

เป็นเครื่องวิเคราะห์สมบัติพลวัตเชิงกล รุ่น DMTA สามารถทดสอบภายใต้สภาวะต่างๆ คือ การดึง (tension) การกด (compression) ฉีก (shear) และแบบโค้งงอ (bending) ช่วงอุณหภูมิการทดสอบ - 150 ถึง 600°C อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิตั้งแต่ 0.1 ถึง 40°C/min และอัตราการลดลงของอุณหภูมิ ตั้งแต่ 0.1 ถึง 20°C/min ความถี่ในการทดสอบตั้งแต่ 1×10^{-6} ถึง 200 Hz แรงทั้งหมด (total force) 1500 grams (15 N) กำลังการแยก (resolution) 0.1 grams และช่วงของโมดูลัสที่ทดสอบได้ (modulus rang)

10^3 ถึง 10^{12} Pa ผลิตโดยบริษัท Rheometric Scientific ประเทศสหรัฐอเมริกา ลักษณะเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 เครื่องทดสอบสมบัติพลวัตเชิงกล (Dynamic Mechanical Thermal Analyzer)

3.2.16 เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงความจุความร้อน (Differential Scanning Calorimeter, DSC)

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้โดยวัดการเปลี่ยนแปลงความจุความร้อนของพอลิเมอร์รายงานเป็นอุณหภูมิการหลอมของผลึก (T_m) อุณหภูมิที่เริ่มเกิดผลึก (T_c) และอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (T_g) วิเคราะห์ได้ทั้งตัวอย่างที่เป็นของแข็งและของเหลว เครื่องทดสอบรุ่น DSC-7 ที่ใช้มีช่วงอุณหภูมิในการวิเคราะห์ตั้งแต่ -170 ถึง 725°C ตั้งอัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 0.1 ถึง $500^\circ\text{C}/\text{min}$ ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา ลักษณะเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 ลักษณะของเครื่อง Differential Scanning Calorimeter รุ่น DSC-7

3.3 วิธีการวิจัย

3.3.1 ศึกษาสมบัติยางเบลนด์ ENR-25/EVA และ ENR-25/CSM

ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติของยางคอมพาวนด์จากการเบลนด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์กับเอทิลีนเอทิลีนไวนิลอะซิเตท และยางธรรมชาติอีพอกไซด์กับยางคลอโรซัลโฟเนตพอลิเอทิลีน โดยศึกษาปัจจัยต่างๆ ดังนี้คือ

3.3.1.1 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณไตรเมทิลลอลโพรเพนไตรเมทาคริเลตต่อสมบัติยางเบลนด์ ENR-25/EVA และ ENR-25/CSM

เตรียมยางคอมพาวนด์จากยางธรรมชาติอีพอกไซด์ผสมเอทิลีนเอทิลีนไวนิลอะซิเตท (ENR/EVA) และยางธรรมชาติอีพอกไซด์กับยางคลอโรซัลโฟเนตพอลิเอทิลีน (ENR/CSM) ที่อัตราส่วน 50/50 % โดยน้ำหนัก โดยใช้เครื่องผสมแบบปิดที่อุณหภูมิ 60°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm โดยมีขั้นตอน 2 ขั้นตอนคือ ขั้นตอนที่ (1) การเบลนด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์กับเอทิลีนไวนิลอะซิเตท โดยบดยางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นเวลา 2 นาที เพื่อปรับความหนืดของยางให้ใกล้เคียงกันแล้วผสมกับโคพอลิเมอร์เอทิลีนไวนิลอะซิเตทอีก 3 นาที ขั้นตอนที่ (2) การผสมสารเคมีต่างๆ โดยนำยางเบลนด์ในขั้นตอนที่ 1 ผสมกับสารเคมีแสดงดังตารางที่ 3.12 โดยแปรปริมาณไตรเมทิลลอลโพรเพนไตรเมทาคริเลต ดังนี้คือ (1) กรณียางเบลนด์ ENR-25/EVA แปรปริมาณ 2.5, 5.0, 7.5, 10 และ 12.5 phr (2) กรณียางเบลนด์ ENR-25/CSM แปรปริมาณ 5.0, 7.5, 10 และ 12.5 phr และใช้ลำดับขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.13 จากนั้นนำยางคอมพาวนด์ที่ได้ไปทดสอบค่าความหนืดที่อุณหภูมิ 125 °C และสมบัติการวัลคาไนซ์ด้วยเครื่อง Moving Die Rheometer ที่อุณหภูมิ 160 °C เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำยางคอมพาวนด์ที่ได้ไปขึ้นรูปด้วยการอัดเข้าที่อุณหภูมิ 160°C ตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.4.1 ทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืดจนขาด ความแข็ง ความต้านทานต่อการฉีกขาด การผิดรูปถาวรเนื่องจากการดึง และสมบัติหลังการบ่มเร่งตามหัวข้อ 3.3.5.3 – 3.3.5.8

ตารางที่ 3.12 สูตรยางคอมพาวนด์ ENR-25/EVA โดยแปรปริมาณไตรเมทิลลอลโพรเพนไตรเมทาคริเลตที่ปริมาณต่างๆ

Ingredients	Quantities (phr)				
	1	2	3	4	5
ENR-25	50	50	50	50	50
EVA (MV1055) หรือ CSM (Hypalon®40)	50	50	50	50	50
Ultra blend 6000	5	5	5	5	5
Ultra lube 220	1	1	1	1	1
TMQ	1	1	1	1	1
TMPTMA	2.5*	5	7.5	10	12.5
DCP	4	4	4	4	4

หมายเหตุ * ทดลองเฉพาะในยางเบลนด์ ENR/EVA

ตารางที่ 3.13 ระยะเวลาในการผสมยางคอมพาวนด์ ที่แปรปริมาณไตรเมทิลลอลโพรเพนไตรเมทาคริเลตที่ต่างกัน

Ingredients	Mixing time (min)	Ingredients	Mixing time (min)
ENR-25	2	ENR-25	2
EVA (MV1055)	3	CSM (Hypalon®40)	3
Ultra blend 6000, Ultra lube 220	1	Ultrablend 6000, Ultralube 220	2
TMQ	1	TMQ	2
TMPTMA	2	TMPTMA	1
DCP	1	DCP	1

3.3.1.2 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณไดควิมิลเปอร์ออกไซด์ต่อสมบัติยางเบลนด์

ENR-25/EVA และ ENR-25/CSM

เตรียมยางคอมพาวนด์โดยศึกษาอิทธิพลของปริมาณไดควิมิลเปอร์ออกไซด์ดังนี้คือ (1) กรณียางเบลนด์ ENR-25/EVA แปรปริมาณ 1, 2, 3, 4, 5 และ 6 phr เลือกใช้ไตรเมทิลลอลโพรเพนไตรเมทาคริเลตปริมาณที่เหมาะสมคือ 7.5 phr และ (2) กรณี ENR-25/CSM แปรปริมาณ 2, 3, 4, 5 และ 6 phr เลือกใช้ไตรเมทิลลอลโพรเพนไตรเมทาคริเลตปริมาณที่เหมาะสมคือ 12.5 phr โดยกำหนดสภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 60 °C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm และใช้สารเคมีชนิดอื่นๆดังแสดงในตารางที่ 3.12 โดยใช้ลำดับขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.13 จากนั้นนำยางคอมพาวนด์ที่ได้ไปเตรียมเป็นชิ้นทดสอบและทดสอบเช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.1

3.3.1.3 ศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนการเบลนด์ต่อสมบัติยางเบลนด์ ENR-25/EVA และ

ENR-25/CSM

เตรียมยางคอมพาวนด์โดยศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนการเบลนด์ ENR-25/EVA และ ENR-25/CSM โดยแปรอัตราส่วนการเบลนด์ ENR-25/EVA ดังนี้ คือ 0/100, 25/75, 50/50, 75/25 และ 100/0 % โดยน้ำหนัก กำหนดให้ใช้สารเคมีดังแสดงดังตารางที่ 3.12 ในกรณียางเบลนด์ ENR-25/EVA เลือกใช้ TMPTMA = 7.5 phr และ DCP = 1 phr ในขณะที่ยางเบลนด์ ENR-25/CSM เลือกใช้ TMPTMA = 12.5 phr และ DCP = 2 phr โดยใช้ลำดับขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.13 กำหนดสภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 60 °C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm จากนั้นนำยางคอมพาวนด์ที่ได้ไปเตรียมเป็นชิ้นทดสอบและทดสอบเช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.1 และทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลายตามหัวข้อ 3.3.5.9

3.3.1.4 ศึกษาอิทธิพลของชนิดยางธรรมชาติต่อสมบัติยางเบลนด์ NR/EVA หรือ ENR/EVA

และ NR/CSM หรือ ENR/CSM

ศึกษาอิทธิพลของชนิดยางธรรมชาติต่อสมบัติยางเบลนด์ โดยแปรชนิดยาง คือ NR, ENR-25 และ ENR-50 ใช้อัตราส่วนการเบลนด์ NR/EVA (NR/CSM) หรือ ENR/EVA (ENR/CSM) เท่ากับ 50/50 % โดยน้ำหนัก และกำหนดสภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 60 °C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm ใช้สารเคมีต่างๆดังแสดงดังตารางที่ 3.12 โดยที่กรณียางเบลนด์ ENR-25/EVA เลือกใช้ TMPTMA = 7.5 phr และ DCP = 1 phr ในขณะที่ยางเบลนด์ ENR-25/CSM เลือกใช้ TMPTMA = 12.5 phr และ DCP = 2 phr และใช้ลำดับ

ขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.13 จากนั้นนำยางคอมพาวนด์ที่ได้ไปเตรียมเป็นชิ้นทดสอบและทดสอบ เช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.1 และทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลายตามหัวข้อ 3.3.5.9

3.3.2 การเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้จากการดัดแปลงโมเลกุลของพอลิโพรไพลีน

3.3.2.1 การดัดแปลงโมเลกุลพอลิโพรไพลีนด้วยไฮดรอกซีเมทิลอลฟีนอลิกเรซิน (Hydroxymethylol phenolic modified polypropylene)

เตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ 2 ชนิด คือ PhHRJ-PP และ PhSP-PP โดยการดัดแปลงโมเลกุลพอลิโพรไพลีนด้วยฟีนอลิกเรซิน 2 ชนิด คือ HRJ-10518 และ SP-1045 โดยใช้สูตรดังตารางที่ 3.14 อบพอลิโพรไพลีนที่อุณหภูมิประมาณ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นทำปฏิกิริยา โดยมีขั้นตอนดังนี้ คือ บดพอลิโพรไพลีนด้วยเครื่องบราเบนเดอร์พลาสติกอร์เดอร์ ที่อุณหภูมิ 180°C ความเร็วรอบโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที Fill factor เท่ากับ 0.8 ใช้เวลา 2 นาที หลังจากนั้นเติมไฮดรอกซีเมทิลอลฟีนอลิกเรซินลงในห้องผสม แล้วบดต่อเป็นเวลา 1 นาที ใส่ SnCl₂ · 2H₂O บดผสมต่ออีก 1 นาที นำพอลิเมอร์ที่เตรียมได้ออก ทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำไปบดด้วยเครื่องบดพลาสติกให้เป็นชิ้นเล็กๆ แล้วนำไปสกัดเอสารเคมีที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาออกโดยแช่ในสารละลายน้ำ/อะซีโตน (95/5 %v/v) พร้อมทั้งกวน เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำไปกรอง และสกัดซ้ำอีก 2 ครั้ง แล้วจึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (Qui *et al.*, 2005) จากนั้นนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (FTIR) ตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.5.1

ตารางที่ 3.14 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียม PhHRJ-PP และ PhSP-PP

Ingredient	Quantity (pbw)
PP (P700J)	100
HRJ-10518 หรือ SP-1045	4
SnCl ₂	0.84

3.3.2.2 การดัดแปลงโมเลกุลของพอลิโพรไพลีนด้วยมาลิกแอนไฮไดรด์ (Maleic anhydride modified polypropylene, PP-g-MA)

โดยการดัดแปลงโมเลกุลของพอลิโพรไพลีนด้วยมาลิกแอนไฮไดรด์ ใช้สูตรดังตารางที่ 3.15 มีขั้นตอนดังนี้คือ อบพอลิโพรไพลีนที่อุณหภูมิประมาณ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำ มาลิกแอนไฮไดรด์ปริมาณ 7 ส่วนโดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน และไดคิมิลเปอร์ออกไซด์ ปริมาณ 2 ส่วนโดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน ละลายในอะซีโตน 50 มิลลิลิตร แล้วนำมาผสมกับพอลิโพรไพลีนที่ผ่านการอบไล่ความชื้นเพื่อให้เกิดการกระจายตัว ระเหยอะซีโตนออกโดยนำไปอบที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำมาบดให้เกิดปฏิกิริยาในเครื่องผสมแบบปิด ที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา 10 นาที โดยใช้ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที และ Fill factor เท่ากับ 0.8 แล้วนำพอลิโพรไพลีนที่ผ่านการดัดแปลงออกจากเครื่องผสม ทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำไปบดด้วยเครื่องบดพลาสติกให้เป็นชิ้นเล็กๆ แล้วนำไปสกัดเอสารเคมีที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาออกโดยแช่ในสารละลายน้ำ/อะซีโตน (95/5 %v/v) พร้อมทั้งกวน เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำไปกรอง และสกัดซ้ำอีก 2 ครั้ง แล้วจึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (Qui *et al.*, 2005) จากนั้นนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี ตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.5.1

ตารางที่ 3.15 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียม PP-g-MA

Ingredient	Quantity (pbw)
PP (P700J)	100
MA	7
DCP	2
Acetone	≈ 50 ml

3.3.3 เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ ENR-25/EVA/PP และ ENR-25/CSM/PP และ ENR-25/CSM/PP

3.3.3.1 อิทธิพลของปริมาณไตรเมทิลลอลโพรเพนไตรเมทาคริเลตต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ของ ENR-25/EVA/PP

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์โดยมีการเตรียม 2 ขั้นตอน คือ

1) การเตรียมยางคอมพาวนด์โดยนำยางธรรมชาติอีพอกไซด์และเอทิลีนไวนิลอะซิเตท (ENR/EVA) หรือยางธรรมชาติอีพอกไซด์กับยางคลอโรซิลโพลีเอทิลีน (ENR/CSM) ผสมในอัตราส่วน 50/50 % โดยน้ำหนัก ใช้สูตรคอมพาวนด์ดังตารางที่ 3.16 โดยแปรปริมาณไตรเมทิลลอลโพรเพนไตรเมทาคริเลตดังนี้ คือ (1) กรณียางเบลนด์ ENR/EVA แปรปริมาณ 7.5, 10, 12.5, 15, 17.5 และ 20 phr (2) กรณียางเบลนด์ ENR/CSM แปรปริมาณ 12.5, 15, 17.5 และ 20 phr ใช้สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 60 °C ในเครื่องผสมแบบปิด ที่ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm โดยมีลำดับขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.17

ตารางที่ 3.16 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมยางคอมพาวนด์ ENR-25/EVA และ ENR-25/CSM

Ingredients	Quantity (phr)					
	1	2	3	4	5	6
ENR-25	50	50	50	50	50	50
EVA (MV1055) หรือ CSM (Hypalon®40)	50	50	50	50	50	50
Ultra blend 6000	5	5	5	5	5	5
Ultra lube 220	1	1	1	1	1	1
TMQ	1	1	1	1	1	1
Modified silica	30	30	30	30	30	30
Paraffinic oil (P-30)	30	30	30	30	30	30
TMPTMA	7.5*	10*	12.5	15	17.5	20

หมายเหตุ * ทดลองเฉพาะในยางเบลนด์ ENR/EVA

2) การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์โดยการนำยางคอมพาวนด์จากขั้นตอนที่ 1 มาผสมกับพอลิโพรพิลีน ที่อัตราส่วน 60/40 % โดยน้ำหนัก ในเครื่องผสมแบบปิด ที่อุณหภูมิ 160°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm ใช้ fill factor 0.7 ใช้ขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.20 ใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ PhHRJ-PP

ปริมาณ 5% โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ได้ไปตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติก แล้วขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติกตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.4.2 ทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลหลังการบ่มเร่ง และสมบัติพลวัตเชิงกลตามหัวข้อ 3.3.5.3 – 3.3.5.10

ตารางที่ 3.17 ระยะเวลาในการเตรียมยางคอมพาวนด์จากการเบลนด์ ENR-25/EVA

Mixing step	Mixing time (min)
ENR-25	2
EVA (MV1055) หรือ CSM (Hypalon®40)	3
Ultra blend 6000, Ultra lube 220	1
TMQ	1
Modified silica, Paraffinic oil (P-30)	10
TMPTMA	2

ตารางที่ 3.18 ขั้นตอนการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ ENR-25/EVA/PP

Mixing step	Quantities (phr)	Mixing time (min)
PP (P700J)	40	5
PhHRJ-PP	5 (%wt. of PP)	2
ENR-25/ EVA หรือ ENR-25/CSM Compound	60	2
DCP	1 (%wt. of ENR/EVA; ENR/CSM)	Until plateau mixing torque

3.3.3.2 อิทธิพลของชนิดน้ำมันต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ของ ENR-25/EVA/PP และ ENR/CSM/PP

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ ENR-25/EVA/PP และ ENR/CSM/PP โดยมีการเตรียม 2 ขั้นตอนคือ

1) การเตรียมยางคอมพาวนด์โดยนำยางธรรมชาติอีพอกไซด์และเอทิลีนไวนิลอะซิเตท (ENR/EVA) หรือยางธรรมชาติอีพอกไซด์กับยางคลอโรซัลโฟเนตพอลิเอทิลีน (ENR/CSM) ผสมในอัตราส่วน 50/50 % โดยน้ำหนัก ใช้สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 60 °C ในเครื่องผสมแบบปิด ที่ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm โดยมีลำดับขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.17 และใช้สูตรดังตารางที่ 3.19 โดยแปรน้ำมัน 5 ชนิด ได้แก่ น้ำมันพาราฟินิก (P-30) น้ำมันขาว (white oil) น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ (ESO) น้ำมันไดออกทิลพทาเลท (DOP) และ น้ำมันอะโรมาติก (A-20)

ตารางที่ 3.19 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมยางคอมพาวนด์ ENR-25/EVA

Ingredients	Quantity (phr)				
	1	2	3	4	5
ENR-25	50	50	50	50	50
EVA (MV1055) หรือ CSM (Hypalon®40)	50	50	50	50	50
Ultra blend 6000	5	5	5	5	5
Ultra lube 220	1	1	1	1	1
TMQ	1	1	1	1	1
Modified silica	30	30	30	30	30
Paraffinic oil (P-30)	30	-	-	-	-
White oil	-	30	-	-	-
ESO	-	-	30	-	-
DOP	-	-	-	30	-
Aromatic oil (A-20)	-	-	-	-	30
TMPTMA*	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5

หมายเหตุ * ยางเบลนด์ ENR/CSM ใช้ TMPTMA ปริมาณ 20 phr

2) การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ โดยการนำยางคอมพาวนด์จากขั้นตอนที่ 1 มาผสมกับพอลิโพรไพลีนใช้ขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.20 ในเครื่องผสมแบบปิด ที่อุณหภูมิ 160°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm ใช้ fill factor 0.7 สารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิด PhHRJ-PP 5% โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีนและไดคิมิลเปอร์ออกไซด์ 1% ของ ENR/EVA หรือ ENR/CSM จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ได้ไปตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติกตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.4.2 แล้วขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติกและทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลหลังการบ่มเร่ง และสมบัติพลวัตเชิงกลตามหัวข้อที่ 3.3.5.3 – 3.3.5.10

3.3.3.3 ศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนยางกับพลาสติกต่อสมบัติของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ของ ENR-25/EVA/PP และ ENR/CSM/PP

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ยาง ENR-25/EVA/PP และ ENR/CSM/PP โดยแปรอัตราส่วนยาง (ENR-25/EVA หรือ ENR-25/CSM) กับพลาสติก (Polypropylene) ที่ 50/50, 60/40 และ 70/30 % โดยน้ำหนัก โดยกำหนดอัตราส่วนของ ENR-25/EVA และ ENR-25/CSM เท่ากับ 50/50 % โดยน้ำหนัก มีการเตรียม 2 ขั้นตอนคือ

1) การเตรียมยางคอมพาวนด์โดยนำยางธรรมชาติอีพอกไซด์และเอทิลีนไวนิลอะซิเตท (ENR/EVA) หรือยางธรรมชาติอีพอกไซด์กับยางคลอโรลโฟเนตพอลิเอทิลีน (ENR/CSM) ใช้สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 60 °C ในเครื่องผสมแบบปิด ที่ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm โดยมีลำดับขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.17 ใช้สูตรดังตารางที่ 3.19 โดยเลือกใช้น้ำมันอะโรมาติก (A-20)

2) การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์โดยการนำยางคอมพาวนด์จากขั้นตอนที่ 1 มาผสมกับพอลิโพรไพลีนในเครื่องผสมแบบปิด ที่อุณหภูมิ 160°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm ใช้ fill factor 0.7 ใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ PhHRJ-PP ปริมาณ 5% โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีนและไดควิมิลเปอร์ออกไซด์ 1% ของ ENR/EVA หรือ ENR/CSM แปรอัตราส่วนการเบลนด์ยางต่อพลาสติกดังนี้คือ 50/50, 60/40 และ 70/30 ส่วนโดยน้ำหนัก ใช้ขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.20 จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ได้ไปตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติก แล้วขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติกตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.4.2 และทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลหลังการบ่มแรง สมบัติพลวัตเชิงกล ความต้านทานต่อตัวทำลายและความทนทานต่อความร้อนตามหัวข้อที่ 3.3.5.3 – 3.3.5.13

3.3.3.4 ศึกษาอิทธิพลของชนิดสารเพิ่มความเข้ากันได้ต่อสมบัติของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ของ ENR-25/EVA/PP

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ยาง ENR-25/EVA/PP และ ENR/CSM/PP โดยแปรชนิดสารเพิ่มความเข้ากันได้คือ PhHRJ-PP, PhSP-PP และ PP-g-MA มีการเตรียม 2 ขั้นตอนคือ

1) การเตรียมยางคอมพาวนด์โดยนำยางธรรมชาติอีพอกไซด์และเอทิลีนไวนิลอะซิเตท (ENR/EVA) หรือยางธรรมชาติอีพอกไซด์กับยางคลอโรซิลโฟเนตพอลิเอทิลีน (ENR/CSM) อัตราส่วน 50/50 % โดยน้ำหนัก ใช้สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 60 °C ในเครื่องผสมแบบปิด ที่ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm โดยมีลำดับขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.17 ใช้สูตรดังตารางที่ 3.20

ตารางที่ 3.20 สารเคมีที่ใช้ในการคอมพาวนด์ ENR-25/EVA และ ENR-25/CSM

Ingredients	Quantities (phr)
ENR-25	50
EVA (MV1055) หรือ CSM (Hypalon®40)	50
Ultra blend 6000	5
Ultra lube 220	1
TMQ	1
Modified silica	30
Aromatic oil (A-20)	30
TMPTMA*	7.5

หมายเหตุ * ยางเบลนด์ ENR/CSM ใช้ TMPTMA ปริมาณ 20 phr

2) การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์โดยการนำยางคอมพาวนด์จากขั้นตอนที่ 1 มาผสมกับพอลิโพรไพลีนในเครื่องผสมแบบปิด ที่อุณหภูมิ 160°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm ใช้ fill factor 0.7 โดยแปรสารเพิ่มความเข้ากันได้ 3 ชนิด คือ PhHRJ-PP, PhSP-PP และ PP-g-MA ปริมาณ 5% โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีนและไดควิมิลเปอร์ออกไซด์ 1% ของ ENR/EVA หรือ ENR/CSM ใช้ขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.18 จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติก วัลคาไนซ์ที่ได้ไปตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติก แล้วขึ้นรูปขึ้น

ทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติกตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.4.2 และทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลหลังการบ่มแรง สมบัติพลวัตเชิงกล และลักษณะทางสัณฐานวิทยาตามวิธีการหัวข้อที่ 3.3.5.3 – 3.3.5.11

3.3.3.5 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้ต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ ENR-25/EVA/PP และ ENR/CSM/PP โดยแปรปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้ PhHRJ-PP ดังนี้คือ 0, 3, 5, 7 และ 9 % โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน ได้มีการเตรียม 2 ขั้นตอนคือ

1) การเตรียมยางคอมพาวนด์โดยนำยางธรรมชาติอีพอกไซด์และเอทิลีนไวนิลอะซิเตท (ENR/EVA) หรือยางธรรมชาติอีพอกไซด์กับยางคลอโรซัลโฟเนตพอลิเอทิลีน (ENR/CSM) ใช้สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 60 °C ในเครื่องผสมแบบปิด ที่ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm โดยมีลำดับขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.17 ใช้สูตรดังตารางที่ 3.20

2) การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์โดยการนำยางคอมพาวนด์จากขั้นตอนที่ 1 มาผสมกับพอลิโพรไพลีนในเครื่องผสมแบบปิด ที่อุณหภูมิ 160°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm ใช้ fill factor 0.7 ใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ PhHRJ-PP โดยแปรปริมาณดังนี้คือ 0, 3, 5, 7 และ 9 % โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีนและไดควิมิลเปอร์ออกไซด์ 1% ของ ENR/EVA หรือ ENR/CSM ใช้ขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.18 จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ได้ไปตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติก แล้วขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติกตามวิธีการในหัวข้อ 3.3.4.2 และทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลหลังการบ่มแรง และสมบัติพลวัตเชิงกลตามวิธีการในหัวข้อที่ 3.3.5.3 – 3.3.5.14

3.3.3.6 ศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนยางเบลนด์ ENR-25/EVA หรือ ENR-25/CSM ต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ ENR-25/EVA/PP หรือ ENR-25/CSM/PP โดยแปรอัตราส่วนยางเบลนด์ ENR-25/EVA หรือ ENR-25/CSM มีการเตรียม 2 ขั้นตอนคือ

1) การเตรียมยางคอมพาวนด์โดยนำยางธรรมชาติอีพอกไซด์และเอทิลีนไวนิลอะซิเตท (ENR/EVA) หรือยางธรรมชาติอีพอกไซด์กับยางคลอโรซัลโฟเนตพอลิเอทิลีน (ENR/CSM) ใช้สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 60 °C ในเครื่องผสมแบบปิด ที่ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm โดยมีลำดับขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.17 ใช้สูตรดังตารางที่ 3.20 แปรอัตราส่วน ENR-25/EVA หรือ ENR-25/CSM ดังนี้คือ 100/0, 75/25, 50/50, 25/75 และ 0/100 % โดยน้ำหนัก

2) การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์โดยการนำยางคอมพาวนด์จากขั้นตอนที่ 1 มาผสมกับพอลิโพรไพลีนในเครื่องผสมแบบปิด ที่อุณหภูมิ 160°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm ใช้ fill factor 0.7 ใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ PhHRJ-PP ปริมาณ 5% โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีนและไดควิมิลเปอร์ออกไซด์ 1% ของ ENR/EVA หรือ ENR/CSM ใช้ขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.18 จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ได้ไปตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติก แล้วขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติกและทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลหลังการบ่มแรง สมบัติพลวัตเชิงกล ความต้านทานต่อตัวทำละลาย และความทนทานต่อความร้อน ลักษณะทางด้านสัณฐานวิทยา ตามวิธีการในหัวข้อที่ 3.3.5.3 – 3.3.5.11 และการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry ตามวิธีการในหัวข้อที่ 3.3.5.14

3.3.3.7 ศึกษาอิทธิพลของชนิดยางธรรมชาติต่อสมบัติเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ ENR-25/EVA/PP หรือ ENR-25/CSM/PP โดยแปรชนิดยางเบลนด์ มีการเตรียม 2 ขั้นตอนคือ

1) การเตรียมยางคอมพาวนด์โดยนำยางธรรมชาติอีพอกไซด์และเอทิลีนไวนิลอะซิเตท หรือยางธรรมชาติอีพอกไซด์กับยางคลอโรซัลโฟเนตพอลิเอทิลีน (ENR/CSM) ใช้สูตรดังตารางที่ 3.20 แปรชนิดยางเบลนด์ 2 ประเภท คือ (1) NR/EVA, ENR-25/EVA และ ENR-50/EVA (2) NR/CSM, ENR-25/CSM และ ENR-50/CSM อัตราส่วน 50/50 % โดยน้ำหนัก

2) การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์โดยการนำยางคอมพาวนด์จากขั้นตอนที่ 1 มาผสมกับพอลิโพรพิลีนในเครื่องผสมแบบปิด ที่อุณหภูมิ 160°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm ใช้ fill factor 0.7 ใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ PhHRJ-PP ปริมาณ 5% โดยน้ำหนักของพอลิโพรพิลีนและ ไดคิมิลเปอร์ออกไซด์ 1% ของ ENR/EVA หรือ ENR/CSM ใช้ขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.18 จากนั้นนำเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ได้ไปตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติก แล้วขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติกและทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลหลังการบ่มแรง สมบัติพลวัตเชิงกล ความต้านทานต่อตัวทำละลาย และความทนทานต่อความร้อนตามตามวิธีการในหัวข้อที่ 3.3.5.3 – 3.3.5.12

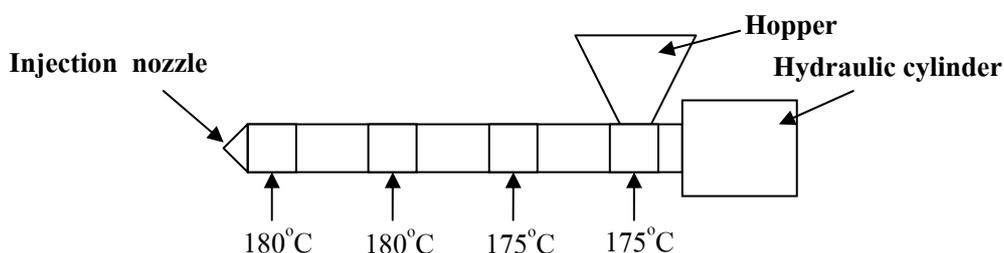
3.3.4 การเตรียมตัวอย่างยางวัลคาไนซ์และเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

3.3.4.1 การเตรียมยางวัลคาไนซ์

นำยางคอมพาวนด์ไปผ่านเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้งให้มีผิวเรียบ แล้วนำไปขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดเข้าด้วยความดัน 500 ปอนด์/ตารางนิ้ว ที่อุณหภูมิ 160 °C ใช้เวลาวัลคาไนซ์จากการทดสอบด้วยเครื่อง MDR ได้แผ่นยางวัลคาไนซ์ที่สามารถนำไปตัดเป็นชิ้นตัวอย่างเพื่อใช้ในการทดสอบสมบัติเชิงกลตามหัวข้อ 3.3.5.3-3.3.5.10

3.3.4.2 การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

นำเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้และตัดเป็นเม็ดขนาดเล็กไปฉีดขึ้นรูปขึ้นเป็นทดสอบรูปดัมเบลล์โดยตั้งอุณหภูมิที่ตำแหน่งต่างๆของเครื่องแสดงดังในรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 การตั้งอุณหภูมิที่ใช้ในการฉีด

3.3.5 การทดสอบและวิเคราะห์สมบัติต่างๆของยางคอมพาวนด์และเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

3.3.5.1 การทดสอบค่าความหนืดมูนนี่ของยางคอมพาวนด์

ทดสอบหาค่าความหนืดมูนนี่ของยางคอมพาวนด์ โดยใช้เครื่อง Mooney Viscometer รุ่น MV2000 ตามมาตรฐาน ASTM D1646 ใช้เวลาในการอุ่นยาง 1 นาที เดินเครื่อง 4 นาที ที่อุณหภูมิ 125°C แล้วอ่านค่าได้เป็น ML (1+4), 125°C

3.3.5.2 การทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์ด้วยเครื่อง Moving Die Rheometer (MDR)

ทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์ด้วยเครื่อง Moving Die Rheometer, MDR ที่อุณหภูมิ 160°C เป็นเวลา 30 นาที กราฟที่ได้แสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงบิด (Torque) กับเวลา (นาที) เรียกว่า Cure curve สมบัติที่รายงานได้แก่ แรงบิดต่ำสุด (Minimum torque, ML) แรงบิดสูงสุด (Maximum torque, MH) ช่วงเวลาที่ยางเริ่มเกิดการคงรูป (Scorch time, t_{s1}) เวลาในการวัลคาไนซ์ (Cure time, t_{c90}) และอัตราการวัลคาไนซ์ (Cure rate index, CRI) ตามมาตรฐาน ASTM D5289

3.3.5.3 การทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile strength)

ทำการทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D412 โดยขึ้นทดสอบเป็นรูปดัมเบลล์ (Dumb-bell) ขนาดความยาว 115 มิลลิเมตร กว้าง 6 ± 0.4 มิลลิเมตร มีความหนาไม่ต่ำกว่า 1.5 มิลลิเมตร นำไปทดสอบด้วยเครื่อง Tensile testing machine ที่อัตราการดึง 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อ นาที รายงานผลเป็น N/mm^2 หรือ MPa ใช้สูตรคำนวณที่ 3.1

$$\text{Tensile strength} = F/A \quad (3.1)$$

โดยที่ F = แรงที่ใช้ในการดึงจนขึ้นทดสอบขาด (นิวตัน)

A = พื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นของชิ้นทดสอบ (mm^2)

จากการทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงได้กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียด สามารถหาพื้นที่ใต้กราฟดังกล่าวได้โดยใช้โปรแกรม Matlab เป็นวิธีคณิตศาสตร์เชิงตัวเลขโดยใช้กฎสี่เหลี่ยมคางหมู

3.3.5.4 การทดสอบความสามารถในการยืดจนขาด (Elongation at break)

การทดสอบจะทำการทดสอบเหมือนการทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงตามหัวข้อ 3.3.5.3 ค่าที่ได้จะวัดโดยการอ่านระยะที่ขึ้นทดสอบสามารถยืดตัวได้จนขาด รายงานผลเป็นเปอร์เซ็นต์ความสามารถในการยืดตัว คำนวณได้จากสมการที่ 3.2

$$\text{Elongation at break (\%)} = 100 \times (L-L_0) / L_0 \quad (3.2)$$

โดยที่ L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบเมื่อยืดจนขาด (cm)

L_0 = ระยะห่างระหว่างเส้นเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ (cm)

3.3.5.5 การทดสอบความต้านทานการฉีกขาดแบบมุม (Tear strength)

ทำการทดสอบสมบัติความต้านทานการฉีกขาดแบบมุม ตามมาตรฐาน ASTM D624 โดยขึ้นทดสอบเป็นมุม นำไปทดสอบด้วยเครื่อง Tensile testing machine ที่อัตราการดึง 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อ นาที รายงานผลเป็น N/mm ใช้สูตรคำนวณดังสมการที่ 3.3

$$\text{Tear strength} = F/d \quad (3.3)$$

โดยที่ F = แรงดึงจนขาด (N) d = ความหนาของชิ้นทดสอบ (mm)

3.3.5.6 การทดสอบสมบัติความแข็ง (Hardness)

ทำการทดสอบสมบัติด้านความแข็งโดยใช้ Durometer แบบ Shore A ตามมาตรฐาน ASTM D 2240 ตัวอย่างที่ทดสอบชิ้นทดสอบมีความหนาประมาณ 8 มิลลิเมตร กดให้แบนของเครื่องทดสอบสัมผัสกับหน้ายางโดยตลอด ทำการวัด 5 จุด ใช้ค่ากลางของข้อมูล เป็นความแข็งของตัวอย่างที่ทดสอบ

3.3.5.7 การทดสอบการผิดรูปถาวรเนื่องจากการดึง (Tension set)

การทดสอบหาความสามารถในการคืนกลับสู่รูปร่างเดิมภายหลังการยืด ในรูปแบบของ Tension set โดยใช้มาตรฐาน ASTM D412 โดยเตรียมชิ้นทดสอบเป็นรูปดัมเบลล์ ขนาดความยาว 115 มิลลิเมตร กว้าง 6 ± 0.4 มิลลิเมตร มีความหนาไม่ต่ำกว่า 1.5 มิลลิเมตร ระยะที่ใช้วัด (Gauge length) มีระยะห่าง 20 มิลลิเมตร นำชิ้นทดสอบมาจับด้วยตัวยึดจับ (Grip) เครื่อง Tensile testing machine โดยวางตัวอย่างให้ได้แนวกลางของที่จับเพื่อให้แรงกระจายอย่างสมดุล ยืดออกด้วยความเร็ว 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อนาที จนยืดออกได้ระยะ 100% ปล่อยให้คลายตัวอย่างยืดในระยะเวลา 10 นาที เมื่อครบกำหนดเวลา 10 นาที ปล่อยให้ grip ให้ชิ้นทดสอบคืนตัวกลับเข้าสู่รูปเดิม ตั้งตัวอย่างทิ้งไว้ 10 นาที แล้ววัดระยะห่างระหว่างรอยที่ขีดไว้ตั้งแต่ต้น คำนวณหา % Tension set ได้จากสมการที่ 3.4

$$\text{Tension set (\%)} = 100 \times (L - L_0) / L_0 \quad (3.4)$$

โดยที่ L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบหลังจากตั้งไว้ 10 นาที (cm)

L_0 = ระยะห่างระหว่างเส้นเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ (cm)

3.3.5.8 ทดสอบสมบัติการบ่มเร่ง

ทดสอบสมบัติความต้านทานต่อการบ่มเร่งตามมาตรฐาน ASTM D573 โดยใช้ชิ้นตัวอย่างแบบเดียวกับหัวข้อที่ 3.3.4.3 ทำการบ่มเร่งด้วยตู้อบแบบช่อง (Cell type aging oven) ที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 22 ชั่วโมง หลังจากการบ่มเร่ง นำตัวอย่างทดสอบออกจากตู้อบเร่งแล้วตั้งตัวอย่างไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนที่จะนำไปทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดจนขาดแล้ว คำนวณสมบัติที่ยังคงอยู่หลังบ่มเร่งดังสมการที่ 3.5

$$\text{Retention (\%)} = (X_b/X_a) \times 100 \quad (3.5)$$

เมื่อ X_a คือสมบัติก่อนการบ่มเร่ง

X_b คือสมบัติหลังการบ่มเร่ง

3.3.5.9 การทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลาย (Solvent resistance)

การทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลาย โดยนำชิ้นทดสอบมาทำการทดสอบการบวมพอง (Swelling test) ในตัวทำละลาย ASTM oil No.1 และ IRM 903 โดยทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D471-98 โดยนำชิ้นทดสอบมาตัดเป็นสี่เหลี่ยมจัตุรัสให้มีความกว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 1 เซนติเมตร มีความหนาประมาณ 3 มิลลิเมตร ชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบละเอียด 0.0001 กรัม แขนในตัวทำละลายมาตรฐาน ประมาณ 20 มิลลิลิตร ซึ่งบรรจุในขวดปิดภาชนะให้มิดชิด ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 7 วัน คำนวณหาเปอร์เซ็นต์การบวมพองดังสมการที่ 3.6

$$\text{Swelling (\%)} = \frac{W_s - W_o}{W_o} \times 100 \quad (3.6)$$

เมื่อ W_s = น้ำหนักของชิ้นทดสอบหลังแช่ในตัวทำละลาย (กรัม)
 W_o = น้ำหนักของชิ้นทดสอบก่อนแช่ในตัวทำละลาย (กรัม)

3.3.5.10 การทดสอบสมบัติพลวัตเชิงกล (Dynamic mechanical properties)

ทดสอบสมบัติพลวัตเชิงกล ตามมาตรฐาน ASTM D6601 ใช้เครื่อง Rheo TECH MDPT อุณหภูมิ การทดสอบที่ 180°C แปรค่าความถี่ในการทดสอบ (Frequency sweep) ตั้งแต่ 0.1-30 Hz โดยจะรายงานค่าออกมาเป็น Storage modulus (G'), Loss modulus (G''), $\tan\delta$ และ Complex viscosity (η^*)

3.3.5.11 การวิเคราะห์ลักษณะทางด้านสัณฐานวิทยา (Morphological properties)

การวิเคราะห์ลักษณะทางด้านสัณฐานวิทยาโดยการนำชิ้นตัวอย่างมาแช่ในไนโตรเจนเหลวแล้วหัก เพื่อให้ได้ผิวทดสอบใหม่ หลังจากนั้นทำการสกัดเพสพลาสติกออก โดยแช่ในไซลีนร้อนเป็นเวลาประมาณ 15 นาที แล้วทำการเคลือบด้วยทองคำโดยนำตัวอย่างวางในเครื่องสำหรับเคลือบทองคำภายใต้สุญญากาศ ปล่องก๊าซอาร์กอน (Ar) เข้ามาและปรับกระแสไฟฟ้า ก๊าซจะเกิดแตกตัวเป็นอิเล็กตรอนวิ่งไปชนแผ่นทอง และลงมาเคลือบที่ชิ้นตัวอย่าง แล้วส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) รุ่น JSM-5200 ทดสอบที่กำลังขยาย 3,500 เท่า เพื่อสังเกตลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

3.3.5.12 การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน (Thermal analysis)

การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนโดยใช้เครื่อง Thermal gravimetric analyzer, TGA รุ่น STA 6000 โดยการนำชิ้นตัวอย่างที่มีน้ำหนักอยู่ในช่วง 7 ถึง 12 มิลลิกรัม ทดสอบในสภาวะก๊าซไนโตรเจน ซึ่งเป็นการสลายตัวของตัวอย่างจากอิทธิพลของความร้อน (thermal degradation) โดยกำหนดสภาวะการทดสอบดังต่อไปนี้ คืออัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนเท่ากับ 20 ml/min ทดสอบที่อุณหภูมิในช่วง 30-800°C ใช้อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 10°C/min รายงานผลเป็นค่าอุณหภูมิการสลายตัวและเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักการสลายตัวของชิ้นตัวอย่าง

3.3.5.13 การวิเคราะห์สมบัติพลวัตเชิงกลภายใต้สภาวะการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ (Temperature sweep) ด้วยเครื่อง DMTA

การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Dynamic mechanical thermal analyzer (DMTA) รุ่น DMTA V ใช้ตัวอย่างที่เป็นเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ เตรียมชิ้นตัวอย่างให้มีความกว้าง 10 มิลลิเมตร ยาว 25 มิลลิเมตร และหนาประมาณ 3 มิลลิเมตร โดยกำหนดสภาวะการทดสอบดังนี้คือ รูปแบบการทดสอบโค้งงอ (Bending

mode) ความถี่ 1 Hz ความเครียด 0.1% ทดสอบอุณหภูมิในช่วง -90 ถึง 100°C ใช้อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 5°C /min ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ คือ มอดูลัสสะสม (storage modulus, G') มอดูลัสสูญเสีย (loss modulus, G'') และแทนเจนต์รั้วซิม (tan delta, Tan δ)

3.3.5.14 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC)

ทดสอบหาปริมาณผลึก (Crystal content) และอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (Glass transition temperature, T_g) ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter ในช่วงอุณหภูมิ -100 ถึง 180°C ที่อัตราการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิเท่ากับ 10°C/min โดยใช้ลำดับการวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

- 1) ให้ความร้อนจากอุณหภูมิ 25 °C ถึง 180 °C ด้วย heating rate 10 °C/min เพื่อทำลายประวัติทางความร้อน (thermal history) ของชิ้นตัวอย่าง
- 2) ทำให้เย็นลงจากอุณหภูมิ 180 °C ถึง -100 °C ด้วย cooling rate 10 °C/min
- 3) ให้ความร้อนจากอุณหภูมิ -100 °C ถึง 180 °C ด้วย heating rate 10 °C/min เป็นขั้นตอนการทดสอบจริง การคำนวณหาปริมาณผลึกดังสมการที่ 3.7

$$\text{Degree of Crystallinity, } X_c (\%) = (\Delta H_{fm} / \Delta H_{fc}) \times 100 \quad (3.7)$$

โดยที่ ΔH_{fm} คือ ค่าเอนทัลปีของการหลอมผลึกของชิ้นตัวอย่าง
 ΔH_{fc} คือ ค่าเอนทัลปีของการหลอมผลึกพอลิโพรไพลีนที่มีการตกผลึก 100% เท่ากับ 209 J/g (Dudic *et al.*, 2004; Elvira *et al.*, 2003)

3.3.5.15 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วย FT-IR

การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่อง FT-IR รุ่น Omnic ESP Magna-IR 560 Spectrometer โดยการนำพอลิโพรไพลีนที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วยไดเมทิลอลลพินอลิเกรซิน และกราฟต์โคพอลิเมอร์ของพอลิโพรไพลีนกับมาลิกแอนไฮไดรด์ที่เตรียมได้จากการอัดเป็นแผ่นฟิล์ม ทดสอบโดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า ในช่วงรังสีอินฟราเรดความยาวคลื่นตั้งแต่ 2.5-20 ไมครอน ซึ่งมีเลขคลื่นอยู่ในช่วง 4000-400 cm^{-1}