บทที่ 2
วัตถุดิบ เครื่องมือและวิธีการทดลอง

2.1 วัสดุ (Materials)

(หมายเหตุ: Data sheet ของวัตถุดิบ แสดงไว้ในภาคผนวก)

ก) ยาง

ยางธรรมชาติ เกรด STR 5L

ข) สารตัวเติม

- เขม่าดำ (Carbon Black; CB) เกรด N330

- แคลเซียมคาร์บอเนต ($CaCO_3$) 2 เกรด ได้แก่ 4Q (untreated $CaCO_3$) และ HF (treated $CaCO_3$) ขนาดอนุภาค (ที่ d(0.5)) ของแคลเซียมคาร์บอเนตทั้งสองเกรด ซึ่งวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Mastersizer (Malvern 2000) แสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ขนาดอนุภาค (ที่ d(0.5)) ของแคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้ในการทดลอง ซึ่งวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Mastersizer (Malvern 2000)

เกรด	ขนาดเฉลี่ยของอนุภาค (ไมครอน)
4Q (untreated $CaCO_3$)	3.59
HF (treated $CaCO_3$;(Hifill-S))	4.29

หมายเหตุ : การที่ขนาดอนุภาคของ HF ซึ่งวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Mastersizer (Malvern 2000) ใหญ่กว่า 4Q น่าจะเนื่องมาจากการที่อนุภาค HF เกาะกันเป็นกลุ่มและแตกตัวออกจากกันได้ต่ำกว่า 4Q

- เคลย์ (clay) ที่ใช้มี 2 เกรด ได้แก่ soft clay (china clay เกรดธรรมดา) และ hard clay (china clay เกรด FK 89)

- ทัลคัม (talcum)

ในการทดลองนี้ไม่ได้วัดขนาดอนุภาคเฉลี่ยของเคลย์และทัลคัมด้วยเครื่อง Mastersizer เพราะอนุภาคของเคลย์และทัลคัมมีลักษณะเป็นแผ่น ดังนั้นขนาดอนุภาคที่วัดได้ขึ้นกับทิศทางการเรียงตัวของอนุภาคเคลย์มาก ซึ่งจะส่งผลให้ค่าที่วัดได้คลาดเคลื่อนจากความจริง ส่วนชื่อย่อและราคาของสารตัวเติมชนิดต่างๆ ที่ใช้ในการทดลองนี้แสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ชื่อย่อและราคาของสารตัวเติมชนิดต่างๆ

ชนิดของสารตัวเติม	ชื่อย่อ	ราคา (บาท)/ กิโลกรัม*
Carbon black (N330)	CB	30
Untreated $CaCO_3$	4Q	4
Treated $CaCO_3$ (Hifil)	HF	14
Soft clay (china clay เกรดธรรมดา)	SC	7
Hard clay (china clay เกรด FK 69)	HC	13
Talcum	TC	18

หมายเหตุ: * ราคาของสารตัวเติมจะเปลี่ยนแปลงตามปริมาณที่สั่งซื้อ โดยราคาที่แสดงในตารางเป็นราคาเมื่อสั่งซื้อครั้งละ 6000 กก. (ตรวจสอบราคา ณ วันที่ 29/8/51)

สารตัวเติมชนิดไม่เสริมแรงและกึ่งเสริมแรงในตารางที่ 2.2 ทั้งหมดมีสีอ่อน (light colored fillers) และนำมาใช้เป็นสารตัวเติมผสมร่วมกับเขม่าดำ ดังนั้นจึงขอเรียกสารตัวเติมเหล่านี้โดยรวมว่าสารตัวเติมชนิดที่สอง (second fillers) เพื่อความสะดวกในการวิจารณ์ผล

ค) สารเคมีอื่นๆ

1. สารตัวกระตุ้น (Activators) ประกอบด้วย ซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide; ZnO) และกรดสเตียริก (Stearic acid)
2. สารตัวเร่ง (Accelerators) ได้แก่ TBBS
3. กำมะถัน (Sulphur)
4. สารป้องกันการเสื่อมสภาพ ได้แก่ TMQ และ 6PPD
5. สารช่วยในกระบวนการผลิต (processing aid) ได้แก่ wax

2.2 เครื่องมือ (Instruments)

ก) เครื่องมือที่ใช้ในการคอมพาวด์และการขึ้นรูป

- เครื่องผสมแบบปิด (Brabender Plasticorder)
- เครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง (Laboratory 2-rolll mill)
- เครื่องตรวจสอบลักษณะการคงรูป (Moving Die Rheometer; MDR)
- เครื่องอัดขึ้นรูปของยางคอมพาวด์ (Electrical hydraulic hot press)

ข) เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบสมบัติ

- เครื่องวัดความแข็ง (Hardness tester): Shore A (Durometer)
- เครื่องวัดแรงดึงและความทนต่อการฉีกขาด (Tensile Tester): Universal Extensometer (model 5569)
- เครื่องทดสอบการทนต่อการพับงอ (Flexometer): De Mattia flexing machine (Wallace)
- สมบัติการเสียรูปจากแรงกด (compression set)
- สมบัติความทนต่อการขัดสี (abrasion resistance) ด้วยเครื่อง Rotary Drum Abrader
- วิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่าง storage modulus (G') และ shear strain ด้วยเครื่อง Rubber Process Analyzer (RPA)

2.3 การทดลอง (Experimental)

ก) เตรียมยางคอมพาวด์

ทำการเตรียมยางคอมพาวด์ด้วยสูตร ดังแสดงในตารางที่ 2.3 และ 2.4

ตารางที่ 2.3 สูตรที่ใช้ในการศึกษาผลของสัดส่วนของเขม่าดำ/สารตัวเติมชนิดที่สองที่มีต่อสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติ

Ingredients	ปริมาณสารที่ใช้ (phr)					
	50/0	40/10	30/20	20/30	10/40	0/50
NR	100	100	100	100	100	100
ZnO	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5
Stearic acid	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8
CB (N330)	50	40	30	20	10	0
2^{nd} filler (4Q/HF/SC/HC/TC)	0	10	20	30	40	50
Wax	1	1	1	1	1	1
TMQ	1	1	1	1	1	1
6PPD	1	1	1	1	1	1
TBBS	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75
S	1.75	1.75	1.75	1.75	1.75	1.75

ตารางที่ 2.4 สูตรที่ใช้ในการศึกษาเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติที่ใช้เขม่าดำร่วมกับสารตัวเติมอื่นๆ เมื่อมีความแข็งเท่ากัน

Ingredients	Price of ingredient (baht/kg)	ปริมาณที่ใช้ (phr)				
		CB/4Q	CB/HF	CB/SC	CB/HC	CB/TC
NR	115	100	100	100	100	100
ZnO	98	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5
Stearic acid	52	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8
CB (N330)	30	30	30	30	30	30
4Q	4	25	-	-	-	-
HF	14		30	-	-	-
SC	7	-	-	23.5	-	
HC	13		-	-	20	-
TC	18	-	-	-	-	18
Wax	75	1	1	1	1	1
TMQ	128.4	1	1	1	1	1
6-PPD	214	1	1	1	1	1
TBBS	240	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75
S	39	1.75	1.75	1.75	1.75	1.75
ราคาของยางคอม-พาวด์ (บาท/กก.)	-	**82.04**	**81.51**	**83.18**	**85.59**	**87.07**

การเตรียมยางคอมพาวด์เป็นแบบ 2 ขั้นตอน เริ่มจากผสมยางแต่ละสูตรกับสารตัวเติมและสารเคมีทั้งหมด (ยกเว้นสารช่วยในการวัลคาไนซ์) ในเครื่องผสมระบบปิด (Brabender) และใช้โรเตอร์ชนิด cam ซึ่งมีปริมาตรห้องผสมเท่ากับ 410 ซี.ซี และใช้สภาวะทดลองดังนี้

- Fill factor เท่ากับ 0.7
- อุณหภูมิเริ่มต้นของการผสม 40 องศาเซลเซียส
- ความเร็วรอบของโรเตอร์ 50 รอบ/นาที
- เวลาในการผสม 7 นาที

โดยมีลำดับการใส่ส่วนผสม แสดงดังตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 ขั้นตอนการผสมยางในเครื่องผสมระบบปิด

ขั้นที่	ขั้นตอนการผสม	เวลา (นาที) ที่
1	ใส่ยาง NR	0
2	ใส่ ZnO, Stearic acid, 6PPD และ TMQ	1
3	ใส่เขม่าดำผสมสารตัวเติมชนิดอื่น (1/2 ของปริมาณรวม)	3
4	ใส่สารทั้งหมดที่เหลืออยู่ (ยกเว้นสารช่วยในการวัลคาไนซ์)	5
5	นำยางคอมพาวด์ออกจากเครื่องผสม	7

ทำการเตรียมยางคอมพาวด์แต่ละสูตรในเครื่องผสมระบบปิดจำนวน 2 batches เพื่อให้ได้ปริมาณยางคอมพาวด์เพียงพอต่อการทดสอบสมบัติต่างๆ จากนั้นจึงนำไปผสมรวมกันบนเครื่องผสมสองลูกกลิ้งเป็นเวลา 1 นาที ก่อนที่จะผสมกับสารช่วยในการวัลคาไนซ์ โดยในส่วนนี้ตั้งอุณหภูมิของเครื่องผสมสองลูกกลิ้งที่ 40 องศาเซลเซียส และใช้เวลาผสมนาน 5 นาที ดังแสดงลำดับขั้นตอนการทดลองไว้ในตารางที่ 2.6

ตารางที่ 2.6 ขั้นตอนการผสมยางคอมพาวด์กับสารช่วยในการวัลคาไนซ์ใน เครื่องผสมสองลูกกลิ้ง

ขั้นที่	ขั้นตอนการผสม	เวลา (นาที) ที่
1	ใส่ยางคอมพาวด์ (เตรียมจากเครื่องผสมระบบปิด)	0
2	เติมสารช่วยในการวัลคาไนซ์	1
3	รีดผ่านลูกกลิ้ง 10 ครั้ง	5

ข) การเตรียมยางคงรูป

เมื่อได้ยางคอมพาวด์ที่ผสมเสร็จแล้ว จะเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง 1 วัน แล้วจึงนำมาตรวจสอบลักษณะการคงรูป (cure characteristics) ด้วยเครื่อง MDR (moving die rheometer) ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เพื่อหาเวลาสก๊อช (scorch time; ts_2) และเวลาที่ทำให้ยางคงรูป (cure time; tc_{90}) จากนั้นจึงนำยางคอมพาวด์ไปขึ้นรูป ด้วยเครื่องอัดด้วยความร้อน ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดัน 15

MPa โดยใช้เวลาที่ทำให้ยางคงรูป (cure time; tc_{90}) ที่ได้จากการตรวจสอบลักษณะการคงรูปของยางคอมพาวด์ แล้วนำไปทดสอบสมบัติต่างๆ

ค) การทดสอบสมบัติของยาง

การทดสอบสมบัติเชิงกลของยาง ทำตามมาตรฐานที่แสดงในตารางที่ 2.7

ตารางที่ 2.7 มาตรฐานที่ใช้ในการทดสอบสมบัติของยาง

สมบัติ	มาตรฐานทดสอบ
ความหนืดมูนนี่ (Mooney viscosity)	ASTM D1646
ความแข็ง (Hardness)	ASTM D2240
สมบัติแรงดึงที่จุดขาด (Tensile properties) (กรณี ageing: ดูหัวข้อ 5.4.1)	ASTM D142
สมบัติความทนต่อการฉีกขาด (Tear properties)	ASTM D624
สมบัติความทนต่อการขัดสี (Abrasion resistance)	ASTM D5963-97
สมบัติความทนต่อการพับงอ (Flex-cracking resistance)	ASTM D813-95
สมบัติการเสียรูปหลังการกดอัด (Compression set)	ASTM D395B (อุณหภูมิ 100°ซ 22 ชม.)
การหาความสัมพันธ์ระหว่าง storage modulus (G) และ strain amplitude	ดูหัวข้อ ค-2

หมายเหตุ: โดยปกติในงานวิจัยนี้จะศึกษาลักษณะของเศษยาง (debris) ที่ได้จากการทดสอบ abrasion ซึ่งทำการรวบรวมเศษยางโดยวางภาชนะไว้ใต้แกนที่ขัดยางของเครื่อง DIN abrader เพื่อรองรับเศษยาง แล้วนำเศษยางที่ตกลงมาในภาชนะนั้นไปส่องดูด้วย CCD camera แต่เนื่องจากเศษยางที่ขัดออกจากตัวอย่างบางตัวอย่าง ชอบที่จะเกาะติดอยู่บนกระดาษทรายมากกว่าที่จะตกลงไปในภาชนะรองรับ ทำให้ไม่สามารถเก็บตัวอย่างที่เป็นตัวแทนที่ดีสำหรับศึกษาลักษณะของเศษยางของตัวอย่างนั้นๆได้ (หากใช้แปรงปัดให้เศษยางตกลงไปในภาชนะ ก็จะทำให้ลักษณะการเกาะกลุ่มของเศษยางเปลี่ยนแปลงไปจากเดิมได้) จึงเห็นว่าการทดลองในส่วนนี้ไม่เหมาะกับงานวิจัยนี้

ค-1) การศึกษาสมบัติแรงดึงที่จุดขาดของยาง หลังจากผ่านการบ่มเร่ง (ageing)

นำชิ้นยางที่ตัดเป็นรูปดัมเบลไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส นาน 22 ชั่วโมง แล้วทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 24 ชั่วโมง ก่อนนำมาทดสอบสมบัติแรงดึงที่จุดขาดของยาง โดยใช้สภาวะเดียวกันกับชิ้นยางที่ไม่ผ่านการอบ

ค-2) การหาความสัมพันธ์ระหว่าง storage modulus (G) **และ** strain amplitude **ด้วยเครื่อง** Rubber Process Analyzer (RPA),

ใส่ยางคอมพาวด์ 5 กรัมในเครื่องทดสอบ RPA โดยทดสอบที่ 100 องศาเซลเซียสและใช้สภาวะในการ ทดสอบดังนี้คือ ความถี่ 10 เรเดียน/วินาที และ strain amplitude 0.5-200%