

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.1.1 เครื่องมือในการผลิตชิลิกาจากแกลบ

3.1.1.1 เตาเผาไฟฟ้า ยี่ห้อ VULCAN รุ่น 3-1750

3.1.1.2 เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 4 ตำแหน่ง MIETTLER TOLDEO รุ่น AG204

3.1.1.3 ตู้อบ ยี่ห้อ LABEC ผลิตโดยประเทศออสเตรเลีย

3.1.2 เครื่องมือในการขึ้นรูปยางและการทดสอบ

3.1.2.1 เครื่องบดยางสองลูกกลิ้ง Two-Roll Mill รุ่น R-11-3FF ผลิตโดยบริษัท Kodaira Seisakusho จำกัด ประเทศญี่ปุ่น

3.1.2.2 เครื่องทดสอบเวลาการวัลคาไนซ์ของยาง (Oscillating disc rheometer, ODR) ยี่ห้อ Tech Pro ผลิตโดย บริษัท Rheotech, Protech จำกัด ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.2.3 เครื่องอัดเบ้า (Compression moulding) ผลิตโดยโรงงานเจริญชัยการช่าง ประเทศไทย

3.1.2.4 เครื่องตัดชิ้นตัวอย่าง รุ่น SDAP-100-N ผลิตโดยบริษัท อินโทร เอ็นเตอร์ไพร์ จำกัด

3.1.2.5 เครื่องทดสอบความต้านทานแรงดึง (Tensometer) รุ่น 5565 ยี่ห้อ INSTRON ผลิตโดยบริษัท อินสตรอน (ประเทศไทย) จำกัด

3.1.2.6 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อการสึกหรอ

3.1.2.7 ตู้อบ (Air Oven) ยี่ห้อ WTB binder จัดจำหน่ายโดยบริษัท ไชแอนติฟิค โพรโมชัน จำกัด ประเทศไทย

3.1.2.8 เครื่องวัดความแข็ง รุ่น 716 ใช้แบบ Shore Durometer ผลิตโดยบริษัท Shore Instrument & MFG จำกัด ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.3 อุปกรณ์

3.1.3.1 กระจกตวงสาร ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3.1.3.2 ขวดวัดปริมาตร ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3.1.3.3 บีกเกอร์ ขนาด 250 , 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3.1.3.4 แท่งแก้วคนสาร

3.1.3.5 ถาด

- 3.1.3.6 ตะแกรงร่อน
- 3.1.3.7 ซ้อนดักสาร
- 3.1.3.8 ถ้วยกระเบื้อง
- 3.1.3.9 ถุงมือ
- 3.1.3.10 ครอบป้องกันพลาสติก
- 3.1.3.11 เคชเคเตอร์
- 3.1.3.12 มอร์ทาร์

3.2 วัสดุและสารเคมี

3.2.1 แกลบ ซึ่งในการวิจัยครั้งนี้ ได้นำตัวอย่างแกลบมาจากโรงสีคุณถนอม อ่อนจันทร์ อำเภอหนองหลวง จังหวัดอุทัยธานี

3.2.2 ยางและสารเคมีที่ใช้ในการทำวิจัยได้รับการสนับสนุนจากบริษัท นครยาง จำกัด

3.2.3 สารเคมีที่ใช้ในการผลิตซลิกาจากแกลบ

3.3.3.1 Hydrochloric acid (HCl) 37% analysis grade ผลิตโดยประเทศเยอรมัน

3.2.4 สารเคมีที่ใช้ขึ้นรูปยาง

ตามสูตรของบริษัทผู้ร่วมสนับสนุน

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมซลิกาจากแกลบ

3.3.1.1 การคัดสิ่งปนเปื้อนออก

นำแกลบมาคัดเอาสิ่งที่ไม่ดีกับแกลบออก เช่น เศษพลาสติก กรวด เป็นต้น หลังจากนั้นนำแกลบไปล้างน้ำประปาให้สะอาด เพื่อขจัดเศษดินให้หมดไป

3.3.1.2 การทำปฏิกิริยากับกรด

นำแกลบมาทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 6 โมลาร์ ซึ่งแกลบจะถูกแช่ด้วยกรดไฮโดรคลอริกจนสารละลายท่วมแกลบ แช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 1 สัปดาห์ หลังจากนั้น จึงนำแกลบที่แช่ไฮโดรคลอริกไว้มาล้างน้ำประปาหลายๆ ครั้งจนหมดกรด ทดสอบโดยใช้กระดาษลิตมัส แล้วนำแกลบที่ล้างสะอาดแล้วใส่ถาดเข้าสู่อบที่อุณหภูมิ 110 – 130 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้แกลบแห้ง

3.3.1.3 การเผา

อบถ้วยกระเบื้องที่อุณหภูมิ 130 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำมาเก็บไว้ในเคชเคเตอร์ทิ้งให้เย็น ชั่งน้ำหนักจนได้น้ำหนักคงที่ ชั่งตัวอย่างแกลบที่ได้ประมาณ 1.0000 กรัม ใส่ในถ้วยกระเบื้องพร้อมจดบันทึกน้ำหนัก หลังจากนั้นนำมาเผาในตู้เผาไฟฟ้าให้มีอุณหภูมิขึ้นถึงประมาณ 1,000 °C

โดยใช้เวลาประมาณ 1 ชั่วโมง แล้วเผาต่อที่อุณหภูมิ 1,000 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง หลังจากนั้นทิ้งไว้ให้เย็น 1 คืน จึงนำมาชั่งน้ำหนักหลังเผา เพื่อคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ SiO₂ จากสูตร

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{\text{น้ำหนักที่หายไป} \times 100}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง}}$$

3.3.1.4 การทดสอบคุณสมบัติของซิลิกา

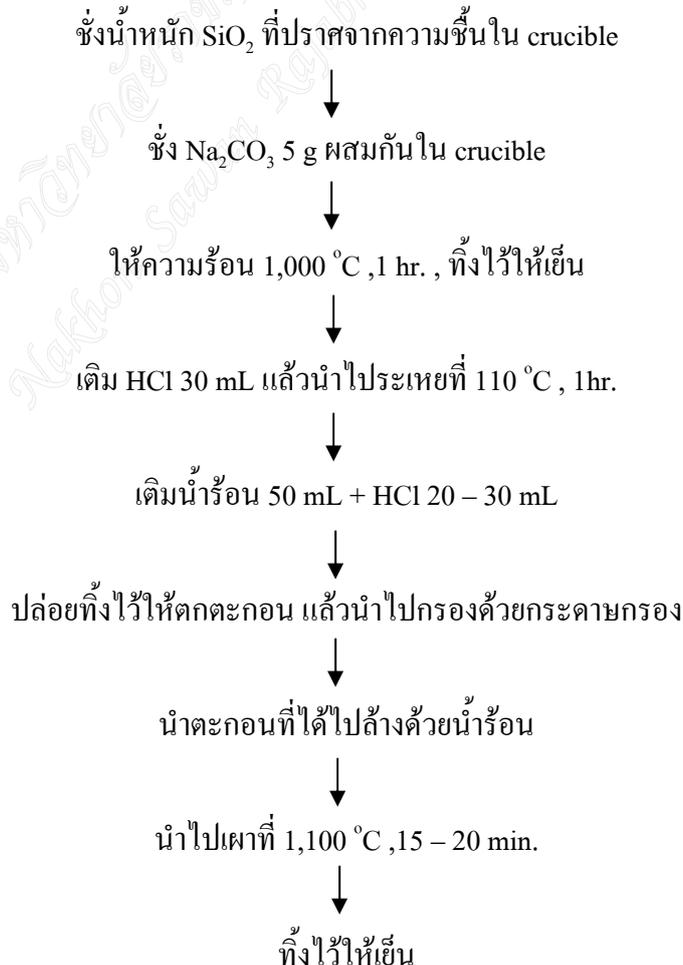
1) ความหนาแน่นเชิงปริมาตร ทดสอบโดยวิธี มอก.1060-2534

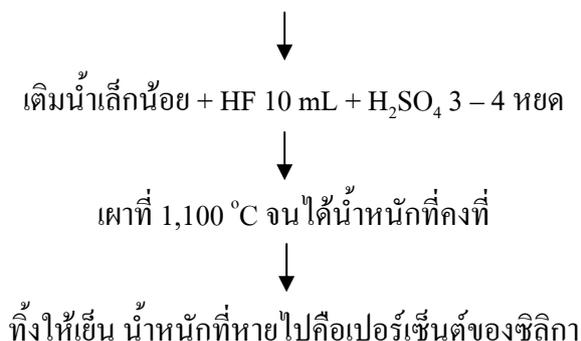
2) ความเป็นกรด – เบส ทดสอบโดยวิธี มอก.1058-2534

ชั่งตัวอย่างที่อบแห้งแล้ว 10.0 ± 0.2 กรัม ผสมกับน้ำกลั่นซึ่งต้มเดือดและทิ้งไว้ให้เย็นแล้ว 90 กรัม กวนด้วยเครื่องกวนประมาณ 15 นาที แล้วนำไปวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง

3) พื้นที่ผิวจำเพาะ ทดสอบโดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของ Quantachrome ของ Autosorb-1

4) ร้อยละซิลิกา ทดสอบโดยวิธี gravimetry





3.3.2 การเตรียมสารประกอบยาง

การเตรียมยางธรรมชาติและการผสมสารเคมีด้วยเครื่องบดขยงสองลูกกลิ้ง ดังนี้

1. ชั่งสารเคมีตามสูตรของโรงงาน (ไม่สามารถเปิดเผยได้)
2. นำยางแผ่นรมควันมาบดขยงให้ نرم ประมาณ 3 นาที เพื่อลดความเหนียวของยางซึ่งจะสามารถผสมกับสารเคมีได้ง่ายขึ้น โดยใช้อุณหภูมิประมาณ 70 °C
3. ใส่สารในการวัลคาไนซ์เคมีลงไปผสมกับยางโดยใส่สารเสริมแรงเป็นชนิดแรก ปริมาณการใส่สารเสริมแรงดังตารางที่ 3.1 ระหว่างการใส่สารให้ใช้มีดกรีดขยงและหมั่นกลับหน้ายางเพื่อให้เกิดการผสมที่ดี
4. บดขยงที่ผสมสารเคมีครบทุกชนิดจนกระทั่งเกิดการกระจายของสารทั่วแผ่นยางหลังจากนั้นให้บดซ้ำอีก 6 ครั้ง แล้วนำไปปรับความหนาตามที่ต้องการโดยระบุทิศทางของแผ่นยางตามแนวขนานกับลูกกลิ้งในรอบสุดท้ายเอาไว้ สรุปเวลาในการผสมสารเคมียางประมาณ 20 นาทีต่อ 1 สูตร
5. ทำความสะอาดเครื่องโดยใช้ขยงล้างเครื่อง

ตารางที่ 3.1 ปริมาณการใส่สารเสริมแรงในแต่ละตัวอย่าง

สูตร	ปริมาณ (phr)		
	ซิลิกาเกรดการค้า (Hi-sil 255)	ซิลิกาจากแคลบ	เขม่าดำ
R-1	-	50	-
R-2	-	25	25
R-3	-	12.5	37.5
R-4	-	6.25	43.75
R-5	-	-	50
R-6	50	-	-

3.3.3 การทดสอบลักษณะการคงรูป

นำยางคอมพาวด์ที่ได้ไปศึกษาลักษณะการคงรูปด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบจานแกว่ง (ODR) ขึ้นทดสอบมีปริมาตรประมาณ 9 ลูกบาศก์เซนติเมตรหรือมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 30.0 ± 2.0 มิลลิเมตร หนา 11.0 ± 1.5 มิลลิเมตร ไปวางไว้บนโรเตอร์และกดปุ่มเริ่มทดสอบ ซึ่งอุณหภูมิของการทดสอบเท่ากับ 150°C ทดสอบเป็นเวลา 30 นาที

3.3.4 การทดสอบสมบัติของยางคงรูป

ก่อนที่จะนำยางคอมพาวด์ไปขึ้นรูปในแม่พิมพ์ด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิก ยางคอมพาวด์จะต้องได้รับการปรับสภาพโดยทิ้งไว้ที่อุณหภูมิ $23 \pm 3^{\circ}\text{C}$ นานประมาณ 1 – 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นจึงนำยางคอมพาวด์ที่ได้ไปคงรูปในแม่พิมพ์ ระยะเวลาในการคงรูปที่นิยมใช้จะมีค่าเท่ากับ t_{90} ซึ่งเป็นค่าที่วัดได้จากเครื่อง ODR ขึ้นทดสอบที่ได้จากแม่พิมพ์นี้จะมีขนาดประมาณ 13 X 13 เซนติเมตร มีความหนา 1 - 3 มิลลิเมตร หลังจากนั้นนำชิ้นทดสอบที่เตรียมได้ไปทดสอบสมบัติดังนี้

3.3.4.1 การทดสอบสมบัติแรงดึง

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 412-98 นำยางที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยแม่พิมพ์มาทำการตัดชิ้นทดสอบด้วยดาวยรูปดัมเบลล์ขนาดความยาว 115 มิลลิเมตร กว้าง 6.0 ± 0.4 มิลลิเมตร หนาไม่ต่ำกว่า 1.5 มิลลิเมตร และไม่เกิน 3.0 มิลลิเมตร ผู้ตัดควรตัดให้ยางขาดด้วยการกดเพียงครั้งเดียว และในการตัดชิ้นทดสอบต้องตัดตามแนวความยาวในทิศที่ขนานกับทิศที่ออกมาจากเครื่องรีดแบบ 2 ลูกกลิ้ง เมื่อตัดชิ้นทดสอบแล้วให้วัดความหนาของชิ้นทดสอบด้วยไมโครมิเตอร์ 3 จุด คือ บริเวณกึ่งกลางและบริเวณปลายทั้งสองด้านของคอดัมเบลล์ แล้วนำค่ากลางไปคำนวณหาค่าพื้นที่หน้าตัด หลังจากนั้นนำชิ้นทดสอบใส่เข้าที่จับของเครื่อง Tensometer ใช้อัตราการดึง 500 ± 50 มม.นาที ในการดึง 1 ครั้งจะได้ค่าความทนทานต่อแรงดึง (MPa) ค่าการยืดตัว ณ จุดขาด (%) และค่าโมดูลัส (MPa)

3.3.4.2 การทดสอบสมบัติความทนทานต่อการเสื่อมสภาพ (หลังการบ่มเร่ง)

ทดสอบการบ่มเร่งของยางตามมาตรฐาน ASTM D 573-99 โดยทำการทดสอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 22 ชั่วโมง ในตู้อบอากาศร้อน เมื่อครบกำหนดนำชิ้นทดสอบไปทดสอบสมบัติด้านความต้านทานต่อแรงดึง , ระยะยืด ณ จุดขาด , โมดูลัส และความแข็ง

3.3.4.3 การทดสอบความแข็ง

ทดสอบความแข็งตามมาตรฐาน ASTM D 2240-97 เป็นการวัดความแข็งแบบ Shore Durometer โดยใช้ชิ้นทดสอบที่มีความหนาน้อย 6 มิลลิเมตร หรือ 0.24 นิ้ว นำไปทดสอบด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบ Shore Durometer โดยใช้สปริงเป็นตัวกด (spring load) ให้หัวกดยกลงไว้ประมาณ 15 วินาที แล้วจึงอ่านค่าความแข็งที่ได้ มีหน่วยเป็น Shore A