

บทที่ 3

วิธีการวิจัย (METHODOLOGY)

ในบทนี้จะกล่าวถึงสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย, การเตรียมสารตัวเติม รวมทั้ง การทดสอบคุณลักษณะเฉพาะของสารตัวเติม, การผลิตยางผสมและการทดสอบคุณสมบัติต่างๆของยางผสมที่เตรียมได้

3.1 สารเคมี

สารเคมีที่จำเป็นต้องใช้ในงานวิจัยมีดังนี้

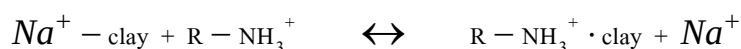
1. ยางธรรมชาติเกรด STR-5L (Natural Rubber, NR) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท ย่งไทยการยาง จำกัด
2. ยางโบรโมบิวไทล์ (Bromobutyl Rubber, BIIR) ซึ่งมี % by weight of Br = 2 ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท มัลติเคมี-คอลเอ็นจิเนียริง จำกัด
3. ยางอีพอกซีไดส์ (Epoxidised Natural Rubber, ENR) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท แชน-แทป อินเตอร์เนชั่นแนล จำกัด
4. แร่ดินเหนียว Montmorillonite ประเภทผ่านการทำให้บริสุทธิ์แล้ว (Purified Clay) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท คุณิมิน จำกัด ประเทศญี่ปุ่น
5. แร่ดินเหนียว Kaolinite ประเภทผ่านการทำให้บริสุทธิ์แล้ว (Purified Clay) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท Kentucky-Tennessee Clay ประเทศสหรัฐอเมริกา
6. แร่ดินเหนียวขัดสี (Bleaching Clay) ชนิด classic 1B ของบริษัท สยามไทโก มาร์เก็ตติ้ง จำกัด ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท น้ำมันพืชปทุม จำกัด
7. Octadecylamine ($C_{18}H_{39}N$) ซื้อจากบริษัท ชัคเซส เคมีคอล จำกัด
8. Bis(3-triethoxysilylpropyl)-tetrasulfane (Silane - 69) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท เจเจ เดกussa เคมีคอล จำกัด
9. กรดไฮโดรคลอริก และ กรดอะซิติก ซื้อจากบริษัท ชัคเซส เคมีคอล จำกัด

10. ซิลิกา (Hi-Silica 255s) ได้รับความอนุเคราะห์จากสถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร
11. กรดสเตียริกและซิงค์ออกไซด์ ได้รับความอนุเคราะห์จาก บริษัท เพชรไทยเคมีภัณฑ์ จำกัด
12. ฟีนอลิก เรซิน (Phenolic Resin), น้ำมันสนจีน (Paraffinic Oil), พาราฟินแวกซ์ (Paraffin Wax) และ แป้งทัลคัม (Talcum) ได้รับความอนุเคราะห์จาก บริษัท เพชรไทยเคมีภัณฑ์ จำกัด
13. ไดเอทิลีนไกลคอล (Diethylene glycol, DEG) ได้รับความอนุเคราะห์จาก บริษัท ทีโอซี ไกลคอล จำกัด
14. Dibenzothiazole Disulphide (MBTS) และ Tetramethyl Thiuramdisulphide (TMTD) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท มัลติเคมีคอลเอ็นจิเนียริง จำกัด
15. กำมะถัน (Sulfur) ซื้อจากองค์การการค้าสุรสา (ศึกษาภัณฑ์พาณิชย์)

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

3.2.1 การปรับสภาพผิวของแร่ดินเหนียว Montmorillonite ด้วย Octadecylamine ($C_{18}H_{39}N$) (Arroyo et al., 2003)

การปรับสภาพผิวของแร่ดินเหนียวด้วย $C_{18}H_{39}N$ โดยใช้วิธี cation-exchange ด้วย alkylammonium ion ตามปฏิกิริยาด้านล่าง



มีขั้นตอนดังนี้

1. ปั่นแร่ดินเหนียว (20 กรัม) ในน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร เป็นเวลา 1 วัน ที่อุณหภูมิห้อง เพื่อให้แร่ดินเหนียวบวมตัวในน้ำ
2. ปั่นแร่ดินเหนียวต่อที่อุณหภูมิ 80°C ซึ่งเป็นการให้ความร้อนเบื้องต้น (Preheat) ก่อนการทำปฏิกิริยากับ octadecylammonium ion ในขณะเดียวกันทำการเตรียมสารละลายร่วม ซึ่งเป็น

การเปลี่ยน octadecylamine ($C_{18}H_{39}N$) ให้เป็น octadecylammonium ion โดยการทำปฏิกิริยาระหว่าง octadecylamine (7.7 กรัม หรือ 28 มิลลิโมล) กับกรดไฮโดรคลอริก (2.9 มิลลิลิตร) ในน้ำ 500 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ $80^{\circ}C$ เป็นเวลา 30 นาที

3. ผสมสารละลายของ octadecylammonium ion ลงในสารละลายของแรดดินเหนียว ปั่นอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิ $80^{\circ}C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4. ปั่นต่ออีก 24 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง

5. แยกตะกอนออกมาโดยใช้เครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge)

6. ล้างคลอไรด์ไอออนออกโดยการล้างด้วยน้ำร้อนอุณหภูมิ $80^{\circ}C$ 3 ครั้ง

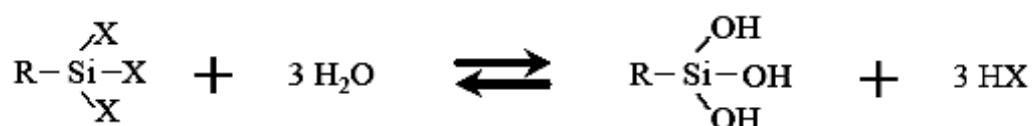
7. นำตะกอนดังกล่าวเข้าไปอบในเครื่องอบสูญญากาศที่อุณหภูมิ $110^{\circ}C$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.2.2 การปรับปรุงสภาพผิวของแรดดินเหนียว Kaolinite และ แรดดินเหนียวขัดสี ด้วย Silane-69 (สุทธิณี เนตรพุกกณะ, 2548)

การปรับปรุงสภาพผิวของแรดดินเหนียวด้วย silane-69 สามารถทำได้ 2 วิธี คือ 1) การปรับปรุงสภาพผิวโดยการบดผสม ทำได้โดยการใส่ตัวประสาน silane-69 ลงไปบดผสมร่วมกับแรดดินเหนียว โดยเรียกวิธีนี้ว่า Melt mixing และ 2) การปรับปรุงสภาพผิวทางเคมีด้วย silane-69 บนผิวของแรดดินเหนียว โดยเรียกวิธีนี้ว่า Silylation method โดยแบบที่ 2 นี้มีขั้นตอนการทดลอง คือ

1. ปั่นแรดดินเหนียว (20 กรัม) ในน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร เป็นเวลา 1 วัน ที่อุณหภูมิห้อง เพื่อให้แรดดินเหนียวบวมตัวในน้ำ

2. เตรียมสารละลายรวม เอทานอล 95% โดยน้ำหนัก ในน้ำกลั่น แล้วเติม silane-69 ในปริมาณ 8% ของน้ำหนักแรดดินเหนียว ปั่นอย่างต่อเนื่องเพื่อทำปฏิกิริยาไฮโดรไลเซชัน (Hydrolyzation) ดังนี้



3. หยดกรดอะซิติกลงไปเพื่อเร่งปฏิกิริยาและเพื่อปรับ pH ของปฏิกิริยาให้อยู่ในสภาวะที่เหมาะสม จนกระทั่งสารละลายมีค่า pH 4.5 – 5.5 ปั่นทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง
4. จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาผสมกับสารแขวนลอยของแร่ดินเหนียว เพื่อทำปฏิกิริยา Silylation ที่อุณหภูมิห้อง โดยคนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
5. แยกตะกอนออกมาโดยใช้เครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge)
6. นำตะกอนดังกล่าวเข้าไปอบในเครื่องอบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.2.3 การทดสอบลักษณะของสารตัวเติม

วิธีการที่ใช้ในการทดสอบคุณลักษณะเฉพาะของสารตัวเติมนั้น ประกอบด้วย

1. X-Ray Fluorescence Spectrometer (XRF) ใช้วัดปริมาณแร่ธาตุที่เป็นองค์ประกอบคร่าวๆ ของแร่ดินเหนียวที่ยังไม่ผ่านกระบวนการปรับสภาพผิว หลักการของเทคนิค XRF คือ เมื่อรังสี X ที่มีพลังงานสูง ไปกระทบชิ้นงาน จะทำให้ชิ้นงานปล่อย photon ออกมา (Fluoresced) โดย photon ที่ถูกปล่อยออกมาจากธาตุต่างชนิดกันนั้นจะมีความยาวคลื่นและพลังงานต่างกัน และปริมาณของ photon ที่เปล่งออกมาขึ้นอยู่กับปริมาณของธาตุนั้นในสารนั้นๆ ด้วย

งานวิจัยนี้ ใช้เครื่อง XRF ยี่ห้อ Philips PW2404 ทดสอบที่ตึกขจัดกากกัมมันตรังสีสำนักงานปรมาณูเพื่อสันติ ดังแสดงตามรูปที่ 3.1

2. Thermogravimetric Analyzer (TGA) ใช้ในการตรวจสอบปริมาณ coupling agent บนพื้นผิวของแร่ดินเหนียวที่ได้รับการปรับสภาพผิวแล้วหรือเรียกว่า ออแกนโนไคลย์ (Organoclay) โดยอาศัยหลักการที่ว่า สารแต่ละชนิดมีจุดเดือดและจุดสลายตัวที่แตกต่างกัน ดังนั้น เมื่อให้ความร้อนกับวัสดุตัวอย่างแล้วน้ำหนักของวัสดุจะหายไปเมื่อผ่านจุดเดือดหรือจุดสลายตัวของสารนั้นๆ

รูปที่ 3.1

เครื่อง XRF



รูปที่ 3.2

เครื่อง TGA – 50 Thermogravimetric Analyzer



งานวิจัยนี้ ใช้เครื่อง TGA – 50 Thermogravimetric Analyzer ของ Shimadzu ดังแสดงในรูปที่ 3.2 ทดสอบที่อุณหภูมิตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 900°C ใช้อัตราการให้ความร้อนเป็น 5°C ต่อนาที และให้ก๊าซไนโตรเจนไหลผ่านด้วยอัตรา 20 มิลลิลิตร ต่อนาที

3. X-Ray Diffraction (XRD) ดังแสดงในรูปที่ 3.3 เป็นเครื่องที่ใช้ศึกษาความเป็นผลึกหรือความเป็นระเบียบของโครงสร้าง (Crystallinity) ของวัสดุและตรวจสอบระยะห่างระหว่างชั้นภายในของแร่ดินเหนียว โดยวัดจากความกว้างของ d – spacing ตามลักษณะตามรูปที่ 3.4 ด้วยการคำนวณด้วย Bragg's Law ดังนี้ (Kornmann, 1999)

$$n\lambda = 2d \cdot \sin\theta$$

เมื่อ

n = ลำดับของการตกกระทบ

λ = ความยาวคลื่นของ X – rays

d = Lattice Spacing (d – Spacing)

θ = มุมที่ใช้ในการตกกระทบ

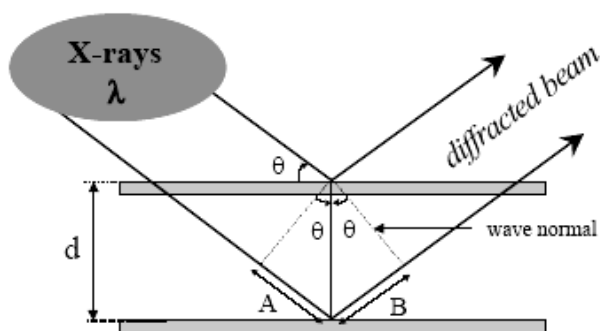
รูปที่ 3.3

เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)



รูปที่ 3.4

ลักษณะการวัดของเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)

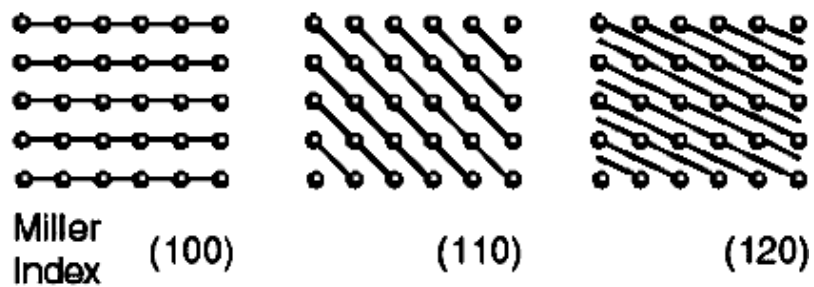


*ที่มา: Xavier Kornmann, Synthesis and Characterization of Thermoset-Clay Nanocomposites, 1999

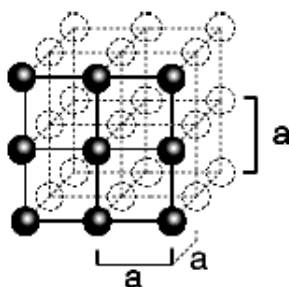
รูปที่ 3.5

(ก.) แสดงลักษณะของระนาบตาม Miller Index (ข.) แสดงระนาบสามมิติของวัสดุ

(ก.)



(ข.)



*ที่มา: <http://www.uiowa.edu/~c004020/exp4/exp.pdf>

โดย d-spacing ที่ได้จากการวัดข้างต้นเป็นระยะที่ได้จากการสะท้อนของรังสีในระนาบ d_{001} ซึ่งกำหนดตาม Miller Index (<http://www.uiowa.edu>) ดังรูปที่ 3.5 (ก.) และ (ข.) โดยการแสดงระนาบต่างๆ ของ miller index นั้นแสดงด้วยสัญลักษณ์ (h k l) โดยใช้หลักการคล้ายคลึงกับการใช้สัญลักษณ์ของแกน xyz นั้นเอง และ peak ที่ได้จากเครื่อง XRD ที่ตำแหน่งต่างๆ จะแสดงถึงระยะที่ได้จากการสะท้อนของรังสีในระนาบต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 3.6

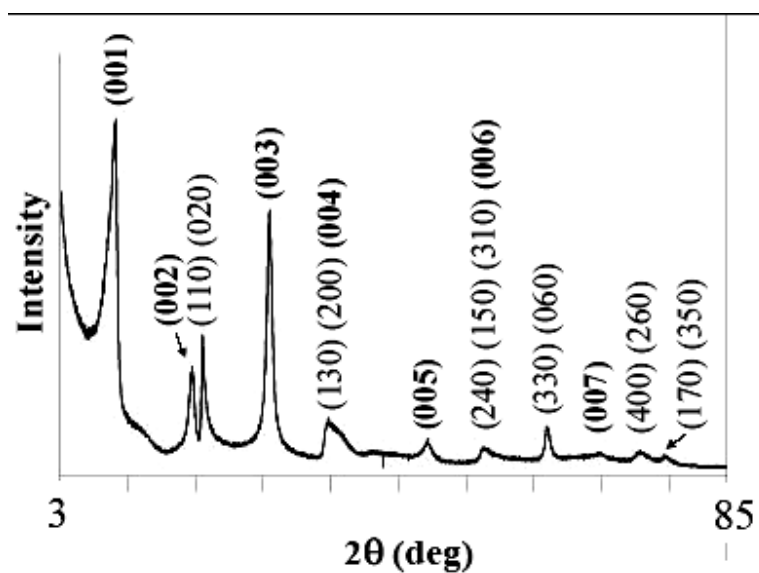
งานวิจัยนี้ ใช้เครื่อง XRD ยี่ห้อ JEOL – JDX 3530 ซึ่งใช้ $\text{CuK}\alpha$ ในการแผ่รังสี โดยมีช่วงการวัดตั้งแต่ $2\theta = 2 - 20^\circ$ โดย Step size เป็น 0.03 ทดสอบที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์

4. Fourier Transform Infrared Analyzer (FTIR) ดังแสดงในรูปที่ 3.7 เป็นเป็นอุปกรณ์ที่ใช้หลักการดูดกลืนแสงของสเปกตรัมการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงแสงอินฟราเรด โดยวัดความเข้มของแสงที่ถูกดูดซับที่ความยาวคลื่นต่างๆ กัน ซึ่งใช้เพื่อศึกษาโครงสร้างทางเคมีของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ของสารตัวเดิม

งานวิจัยนี้ ใช้เครื่อง FTIR Spectrometer รุ่น Perkin Elmer System 2000 ของศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ สำหรับแหล่งกำเนิดแสงที่ใช้เป็นแสงอินฟราเรดช่วงกลาง ความยาวคลื่นตั้งแต่ $4,000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ มี resolution ที่ 4 cm^{-1} และใช้ detector ชนิด Triglycine Sulphate (TGS)

รูปที่ 3.6

ลักษณะผลของ XRD ตาม Miller Index



ที่มา: Xavier Kornmann, Synthesis and Characterization of Thermoset-Clay Nanocomposites, 1999

รูปที่ 3.7

เครื่อง Fourier Transform Infrared (FTIR)



3.2.4 การทดสอบความเข้ากันได้ของยางผสมระหว่างยางธรรมชาติและยางโบริมบิวไทล์

การทดสอบความเข้ากันได้ของยางผสมระหว่างยางธรรมชาติและยางโบริมบิวไทล์ สามารถทำได้หลายวิธี เช่น DSC (Differential Scanning Calorimeter), DMA (Dynamic Mechanical Analysis), SEM (Scanning Electron Microscope) เป็นต้น แต่ในที่นี้เลือกใช้วิธี DMA (Dynamic Mechanical Analysis) ทดสอบโดยใช้เครื่อง Dynamic mechanical measurements ดังแสดงในรูปที่ 3.8

เครื่อง Dynamic mechanical measurements เป็นเครื่องวิเคราะห์เชิงความร้อน โดย การวัดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของสารตัวอย่าง เครื่อง Dynamic mechanical measurements มีความสำคัญอย่างมากต่อการวิเคราะห์สารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ เช่น เซรามิกส์ ดินเหนียว โลหะ และสียแร่ เป็นต้น คุณสมบัติที่วิเคราะห์ ได้แก่ ปริมาณผลึก จุดหลอมเหลว ศึกษาการสลายตัวทาง ความร้อนของตัวอย่างจากการวิเคราะห์ปฏิกิริยา Decarboxylation และ Dehydration รวมทั้ง Glass Transition (T_g) ซึ่งจะเป็นการบ่งบอกได้ว่ายางทั้งสองชนิดที่นำมาบดผสมสามารถเข้ากันได้ จะได้ peak ของ T_g เพียง 1 peak เท่านั้น

เครื่อง Dynamic mechanical measurements ที่ใช้ยี่ห้อ NETZSCH ซึ่งได้รับความ อนุเคราะห์จาก ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยทำการ ทดสอบกับตัวอย่างของยางธรรมชาติและยางโบริมบิวไทล์ ที่บดผสมกันในอัตราส่วน 0:100, 25:75, 50:50, 75:20 และ 100:0 ตามลำดับ ในเครื่อง Brabender (Internal Mixer) ที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลาประมาณ 10 นาที นำยางผสมที่ได้ไปอัดเป็นแผ่น แล้วตัดชิ้นตัวอย่างทดสอบที่มีขนาด $3 \times 3 \times 3$ มิลลิเมตร ทดสอบที่ความถี่ 1 Hz และแอมพลิจูด $60 \mu\text{m}$ อัตราการให้ความร้อนเป็น 2°C ต่อนาที ตั้งแต่ -120°C ถึง -5°C

รูปที่ 3.8

เครื่อง Dynamic mechanical measurements



3.2.5 การออกสูตรยาง

งานวิจัยนี้ สนใจการปรับปรุงคุณสมบัติต่างๆของยางผสมระหว่างยางธรรมชาติและยางโบรโมปิวไทล์ โดยปรับปรุงสูตรของยางในลูกฟุตบอลที่ได้รับจากบริษัท มัลติเคมี-คอลเอ็นจิเนียริง จำกัด ดังแสดงในภาคผนวก ข. ให้มีความเหมาะสมและง่ายต่อการเปรียบเทียบของสารตัวเติมให้มากขึ้น รวมทั้งสูตรใช้ยาง ENR เป็นตัวประสาน โดยแสดงในตารางที่ 3.1 ซึ่ง phr (Parts per hundred of rubber) หมายถึง ปริมาณสารที่ใส่ต่อปริมาณยางผสมทั้งหมด 100 ส่วน (ยางธรรมชาติรวมกับยางโบรโมปิวไทล์) ดังนี้

ตารางที่ 3.1
สูตรยาง NR/BIIR ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

สูตร	A		B	
ยางธรรมชาติ STR 5L (Natural Rubber, NR)	25	phr	25	phr
ยางโบรโมบิวไทล์ (Bromobutyl Rubber, BIIR)	75	phr	75	phr
ยางอีพอกซีไดส์ (Epoxidised Natural Rubber, ENR)	0	phr	10	phr
สารตัวเติม (Filler)*	10	phr	10	phr
กรดสเตียริก (สารกระตุ้น)	3	phr	3	phr
ซิงค์ออกไซด์ (สารกระตุ้น)	2	phr	2	phr
ซีลีกา	40	phr	40	phr
ฟีนอลิก เรซิน (สารช่วยในกระบวนการผลิต)	2	phr	2	phr
น้ำมันสนจีน (สารทำให้ยางนิ่ม)	7.5	phr	7.5	phr
พาราฟินแวกซ์ (สารทำให้ยางนิ่ม)	2.5	phr	2.5	phr
ไดเอธิลีน ไกลคอล (สารตัวเร่งปฏิกิริยา)	3.5	phr	3.5	phr
MBTS (สารตัวเร่งปฏิกิริยา)*	2	phr	2	phr
TMTD (สารตัวเร่งปฏิกิริยา)**	0.8	phr	0.8	phr
ซัลเฟอร์ (สารทำให้ยางคงรูป)	1	phr	1	phr

สารตัวเติมที่ใช้ในการทดลองนี้ คือ แป้งทัลคัม, แร่ดินเหนียว montmorillonite, แร่ดินเหนียว kaolinite และแร่ดินเหนียวขัดสี (Bleaching clay) รวมทั้งสารตัวเติมทั้งสามชนิดที่ได้รับการปรับปรุงผิวแล้ว

MBTS* = Dibenzothiazole Disulphide

TMTD** = Tetramethyl Thiuramdisulphide

3.2.6 การบดผสมยาง

1. บดผสมยางในเครื่อง Two-roll Mill ซึ่งเป็นเครื่องบดผสมระบบเปิด ของบริษัท Kodaira Seisakkusho จำกัด รุ่น R11 – 3FF ที่สถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร ดังแสดงในรูปที่ 3.9 อุณหภูมิเริ่มต้น 70°C โดยมีลำดับการผสมคือ อันดับแรกจะนำยางทั้งสอง หรือ สามชนิดบดให้นิ่มใช้เวลาประมาณ 5 – 10 นาที เนื่องจากยางทั้งสามมีความหนืดมูนนี้ (Mooney Viscosity) ที่ไม่เท่ากัน ต้องใช้ยางธรรมชาติ (และยาง ENR) ก่อนแล้วตามด้วยยางโพรโมบิวไทล์
2. เติมสารกระตุ้น (Activator) คือ กรดสเตียริกและซิงค์ออกไซด์ผสมจนเข้ากันได้ดี เห็นได้จากเนื้อยางมีสีขาวเสมอกัน ใช้เวลาประมาณ 3 นาที
3. ค่อยๆเติมสารตัวเติม คือ สารตัวเติมแร่ดินเหนียวต่างๆ ซึ่งเติมไดเอซิลีน ไกลคอล เอาไว้ก่อนแล้วและซิลิกา พร้อมกับการเติมสารทำให้ยางนิ่ม (Softener) คือ น้ำมันสนจีนและพาราฟิน แวกส์ รวมทั้ง สารช่วยในกระบวนการผลิต (Processing Aid) คือ ฟีนอลิก เรซิน ใช้เวลาประมาณ 10 นาที
4. เติมสารตัวเร่ง (Accelerator) คือ MBTS และ TMTD แล้วจึงเติมซัลเฟอร์ลงไป บดผสมให้เข้ากัน โดยจะต้องใช้เวลาไม่มากนัก เพื่อป้องกันการเกิดการเชื่อมโยงร่างแหก่อนเวลาขึ้นรูป ใช้เวลาประมาณ 2 นาที

รูปที่ 3.9

เครื่อง Two-roll Mill



3.2.7 การทดสอบสมบัติการคงรูป (Cure Characteristic)

การทดสอบสมบัติการเชื่อมยาง สามารถที่จะทำได้โดยใช้เครื่องวัดการเชื่อมยางของยาง (Curemeters for rubber compounds) 2 ชนิด คือ

1. เครื่องวัดการไหลแบบจานสั่น (Oscillating Disc Rheometers, ODR) เป็นเครื่องที่สามารถใช้วัดการเชื่อมยางได้อย่างรวดเร็วและมีประสิทธิภาพ จึงเป็นเครื่องมือทดสอบการเชื่อมยางที่เป็นที่นิยมใช้ในงานอุตสาหกรรมและห้องปฏิบัติการทดสอบยางทั่วไป เพื่อใช้ในการหาสถานะในการเชื่อมยางที่เหมาะสม หาเวลาที่ใช้ในขบวนการผลิตยาง และใช้ในการควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ยาง

2. เครื่องวัดการเชื่อมยางแบบไร้จานหมุน (Rotorless curemeters) บางครั้งอาจเรียกว่า Moving Die Rheometers, MDR เป็นเครื่องวัดการเชื่อมยางชนิดใหม่ที่มีการถ่ายเทอุณหภูมิรวดเร็ว เนื่องจากใช้ตัวอย่างเล็กและบางกว่า เป็นผลให้สามารถทดสอบการเชื่อมยางได้เร็วกว่า นอกจากนั้นเครื่องชนิดนี้ ไม่มีข้อผิดพลาดของการทดสอบเนื่องจากแรงเสียดทานของจานหมุน จะให้ข้อมูลการทดสอบที่ถูกต้องแม่นยำกว่า เช่น ค่ามอดุลัสสูญเสีย (Loss modulus, E'') อัตราการเชื่อมยาง (Cure rate) และ Phase angle

ในงานวิจัยนี้ สมบัติการคงรูปของยางทดสอบโดยใช้เครื่อง Rheometer MDR 2000 (Moving Die Type) ของ Monsanto รุ่น MDR 2000 ที่สถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร โดยใช้เวลาในการทดสอบ 60 นาที ที่อุณหภูมิ 180°C เพื่อหาค่าแรงบิด (Torque) สูงสุด และเวลาที่เหมาะสมในการขึ้นรูป (optimum cure time – t_{90}) โดยทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D5289 ดังแสดงในรูปที่ 3.10

ส่วนใหญ่เวลาที่เหมาะสมในการขึ้นรูป เป็นเวลาที่ความแข็งแรงสูงขึ้นเพียง 90%, 95% หรือ 98% ของความแข็งแรงสูงสุด สำหรับงานวิจัยนี้ ยางบดผสมที่ใช้สารตัวเติมในกลุ่มแรดิคเหนียว จะใช้เวลาในการขึ้นรูปที่ 90% ของความแข็งแรงสูงสุด (t_{90}) ดังแสดงในรูปที่ 3.11

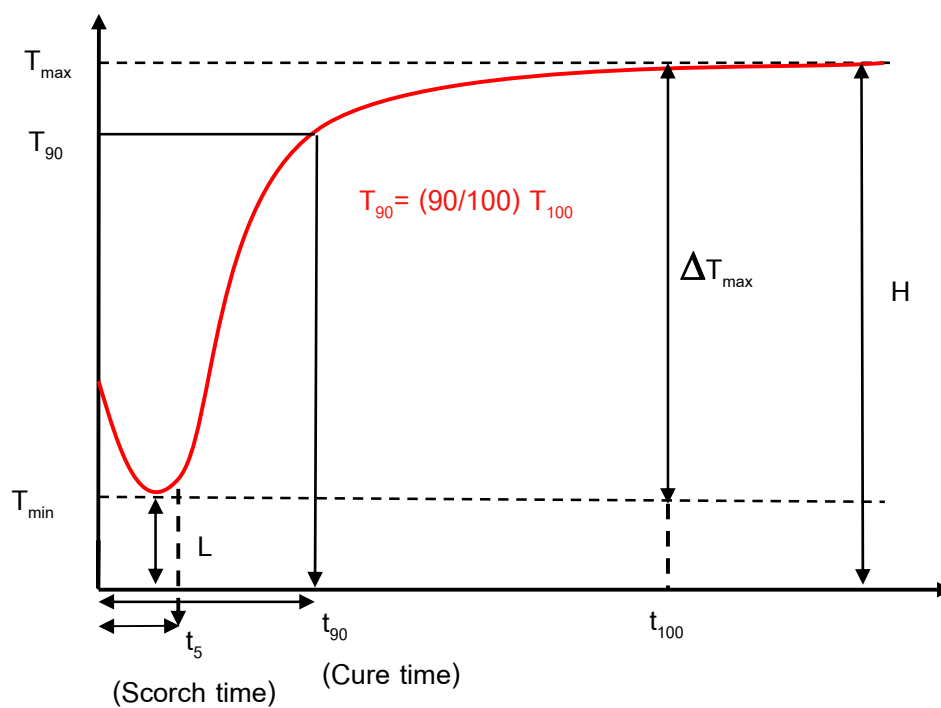
รูปที่ 3.10

เครื่อง Moving Die Rheometer



รูปที่ 3.11

ลักษณะการคงรูปของยาง



โดย $\Delta T_{\max}$ = ผลต่างของแรงบิดสูงสุด ($T_{\max}$) และแรงบิดต่ำสุด ($T_{\min}$)
 t_{100} = เวลาในการขึ้นรูปที่แรงบิดมีค่าสูงสุด ($T_{\max}$)
 t_{90} = เวลาในการขึ้นรูปที่แรงบิดมีค่าสูงกว่าค่าแรงบิดต่ำสุด ($T_{\min}$) เป็น 90% ของ T_{100}
 t_5 = เวลาในการขึ้นรูปที่แรงบิดสูงกว่าแรงบิดต่ำสุด ($T_{\min}$) 5% = scorch time

3.2.8 ขั้นตอนการขึ้นรูป

การขึ้นรูปของยางคอมพอสิตแบ่งเป็น 2 ชนิด ตามลักษณะของการทดสอบ โดยใช้อุณหภูมิในการขึ้นรูปที่ 180°C และเวลาในการขึ้นรูปใช้ตามผลการทดลองที่ได้จากการทดสอบสมบัติการคงรูป ดังนี้

1. การขึ้นรูปสำหรับการทดสอบแรงดึง (Tensile Test) การทดสอบความแข็งกด (Hardness Test) การทดสอบยุบตัวเนื่องจากแรงอัด (Compression Set Test) และการทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ (Gas Permeability Test) ใช้เครื่องอัดยางคงรูป (Compression Molding) ของโรงงานชัยเจริญการช่าง ที่สถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร ดังแสดงในรูปที่ 3.12

2. การขึ้นรูปสำหรับการทดสอบความทนทานต่อการสึกหรอ (Abrasion Test) ใช้เครื่องอัดยางคงรูป ของ Wabash MPI รุ่น V75H – 18 – BPX ที่สถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร ดังแสดงในรูปที่ 3.13

รูปที่ 3.12

เครื่องอัดยางคงรูป สำหรับการทดสอบแรงดึง การทดสอบความแข็งกด การทดสอบการยุบตัว
เนื่องจากแรงอัด และการทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ



รูปที่ 3.13

เครื่องอัดยางคงรูป สำหรับการทดสอบความทนทานต่อการสึกหรอ



3.2.9 การทดสอบคุณสมบัติของยางคอมพอสิต

การทดสอบยางเป็นสิ่งจำเป็นที่สุดอย่างหนึ่งในอุตสาหกรรมยาง ทั้งอุตสาหกรรมผลิตยางดิบ ได้แก่ ยางธรรมชาติและยางสังเคราะห์ รวมทั้งอุตสาหกรรมแปรรูปผลิตภัณฑ์ยาง การทดสอบสมบัติต่างๆ ของยาง จะทำให้สามารถควบคุมคุณภาพของวัตถุดิบ (Incoming materials) ควบคุมวัสดุขณะผลิต (In-process materials) ควบคุมกระบวนการผลิตและควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ยาง (Finished goods) นอกจากการควบคุมคุณภาพ (Quality control, QC) แล้ว การทดสอบยางยังมีประโยชน์อย่างมากต่องานวิจัยและพัฒนา (Research and Development, R&D) เพื่อให้ได้ขบวนการผลิตและผลิตภัณฑ์ยางที่มีคุณภาพดี สมบัติสม่ำเสมอ เหมาะสมกับการใช้งาน และเป็นที่ต้องการของผู้บริโภค

3.2.9.1 การทดสอบการดึงยืด (Tensile Tests)

ความทนทานต่อแรงดึง (Tensile strength) โมดูลัสแรงดึง (Tensile modulus) และเปอร์เซ็นต์การดึงยืด (% Elongation) นับเป็นหนึ่งในสมบัติที่สำคัญที่สุดของวัสดุต่างๆ และมีความจำเป็นที่จะต้องทดสอบสำหรับวัสดุพอลิเมอร์ การทดสอบแรงดึง คือ การวัดความสามารถของวัสดุหนึ่งที่จะทนทานต่อแรงดึงยืดออกจากกัน ก่อนที่จะฉีกขาด แตกหัก หรือเสียสภาพ

ค่ามอดูลัสแรงดึง จะเป็นค่าที่บอกถึงความแข็ง (Stiffness) ของวัสดุ สามารถหาได้จากความชันของกราฟความเค้น-ความเครียด (Stress-strain curve) การทดสอบแรงดึงทำได้โดยการยึดชิ้นงานตัวอย่างที่ขนาดและรูปร่างตามมาตรฐาน โดยที่จับ (Grips) สองชุด ที่จับข้างหนึ่งถูกยึดให้อยู่กับที่และอีกข้างจะเคลื่อนที่ โดยมีเซลล์วัดแรง (Load cells) เป็นตัววัดและควบคุมแรงที่กระทำกับชิ้นงานตัวอย่าง โดยมากแล้วชิ้นงานตัวอย่างมีรูปร่างคล้ายดัมเบลล์ (Dumb-bell) ดังแสดงในรูปที่ 3.14 เพื่อให้ชิ้นงานตัวอย่างเกิดการขาดที่บริเวณตรงกลางของตัวอย่างห่างจากบริเวณที่จับ

เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ ต้องเป็นเครื่องมือที่สามารถดึงยาง โดยให้อุปกรณ์ที่ใช้สำหรับยึดชิ้นตัวอย่างเคลื่อนที่ออกจากกันด้วยความเร็วสม่ำเสมอ ตามมาตรฐานกำหนดความเร็ว 500 มิลลิเมตร/นาที สามารถวัดค่าแรงผิดพลาดได้ไม่เกิน $\pm 2\%$ และจะต้องแสดงค่าแรงสูงสุดในการ

ดัดยางจนขาดได้ นอกจากนั้น เครื่องดึงควมมีอุปกรณ์ที่สามารถวัดความยืดของยาง (Extensometer) ได้ทุกๆ ความยืดของยาง 10%

ในงานวิจัยนี้ การทดสอบการดึงยืดใช้แบบที่ 3 (Type 3) ดังแสดงในรูปที่ 3.12 เป็นแบบที่มีขนาดเล็กที่สุด ตามมาตรฐาน ISO 37 – 1977 (E) โดยได้รับความอนุเคราะห์การตัดชิ้นงานตัวอย่างที่สถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร และทำการทดสอบทั้งหมด 5 ตัวอย่างต่อหนึ่งสูตรยางด้วยเครื่อง mini-tech ของภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.15

3.2.9.2 การทดสอบความแข็งกด (Hardness Test)

ความแข็งกด (Hardness) หมายถึง การต้านทานต่อแรงกระทำที่กดลงบนผิวหน้าของชิ้นงาน โดยที่แรงกระทำนั้นไม่ทำลายชิ้นงานตัวอย่าง ซึ่งโดยทั่วไปแล้วความแข็งนี้จะอธิบายในรูปของค่าเปรียบเทียบมากกว่าที่จะเสนอเป็นหน่วยจริง

การวัดความแข็งกด สามารถหาได้ 2 แบบ คือ

1. ความแข็งกดแบบดูโรมิเตอร์ (Durometer Hardness) เครื่องมือที่ใช้วัดความแข็งกด คือ ดูโรมิเตอร์ (Durometer) มักมีขนาดเล็ก กระทัดรัด สะดวกในการใช้งาน นิยมใช้และเป็นที่รู้จักแพร่หลายทั่วโลก มักใช้แรงสปริงในการกด (Spring-loaded Durometer) สเกลสำหรับเครื่องวัดความแข็งกดแบบดูโรมิเตอร์ คือ 0 ถึง 100 ค่าความแข็งกด 0 คือ ความแข็งของของเหลว และค่าความแข็งกด 100 คือ ความแข็งของวัสดุแข็งมากไม่ยุบตัว เช่น กระดาษ ดูโรมิเตอร์ชนิด A หรือชอร์ A (Type A or Shore A durometer) ใช้วัดพอลิเมอร์อ่อนนิ่ม เช่น ยาง ใช้วัดวัสดุที่มีความแข็งไม่เกิน 90 ถ้าวัสดุมีความแข็งไม่เกิน 90 จะใช้ ดูโรมิเตอร์ชนิด D หรือชอร์ D (Type D or Shore D durometer) ซึ่งมีรูปร่างของหัวกดและความแข็งของสปริงแตกต่างกันไป

รูปที่ 3.14

ขนาดตัวอย่างที่ใช้ในการวัดสมบัติความทนทานต่อแรงดึง

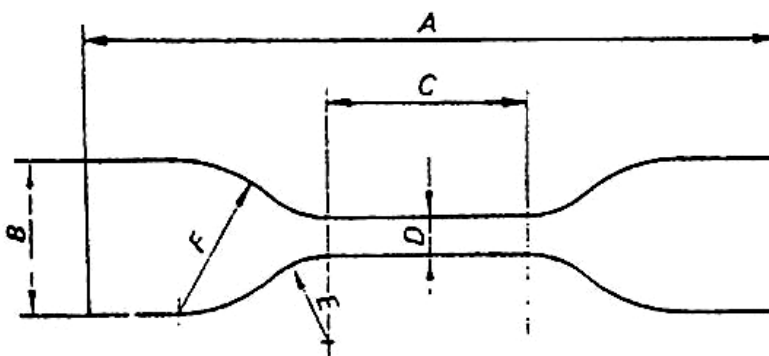


FIGURE 1 – Die

TABLE – Dimensions of test piece

Dimension	Type 1	Type 2	Type 3
	mm	mm	mm
A Overall length (minimum)	115	75	35
B Width of ends	25 ± 1	12,5 ± 1,0	6 ± 0,5
C Length of narrow parallel portion	33 ± 2 ; 25 ± 1	12 ± 0,5	
D Width of narrow parallel portion*	6,0 ^{+0,4} ₀	4,0 ± 0,1	2 ± 0,1
E Small radius	14 ± 1	8,0 ± 0,5	3 ± 0,1
F Large radius	25 ± 2	12,5 ± 1,0	**3 ± 0,1
Thickness	2 ± 0,2	2 ± 0,2	1 ± 0,1

* The variation within any one die shall not exceed 0,05 mm.

** Centre of circle on the centre line of dumb-bell.

ที่มา: มาตรฐาน ISO 37 – 1977 (E)

รูปที่ 3.15

เครื่องวัดสมบัติการดึงยืด



รูปที่ 3.16

เครื่อง Durometer Shore A



ข้อเสียของเทคนิคการวัดความแข็งกดด้วยดูโรมิเตอร์ คือ ความไม่แน่นอนของค่าที่วัดได้ ซึ่งขึ้นกับผู้ทำการทดสอบ ค่าที่อ่านได้ยังขึ้นกับอัตราเร็วในการกด และระยะเวลาในการกด ทั้งนี้ เนื่องจากการคืนตัวเนื่องจากความยืดหยุ่น (Elastic recovery) และปรากฏการณ์ครีป (Creep) ของพอลิเมอร์นั่นเอง บางมาตรฐานใช้ค่าที่อ่านได้หลังจากการกดเวลาหนึ่ง เช่น 5 วินาที หรือ 30 วินาที เป็นต้น

2. ความแข็งกดแบบความแข็งกดสากล (International Hardness) ทดสอบใช้โดยการกดของหัวกดกลมให้แรงบิดบนผิวชิ้นงานตัวอย่างด้วยแรงเริ่มต้นเพียงเล็กน้อย แล้วจึงทำการเพิ่มแรงกดขึ้น ระยะที่จมลงในตัวอย่างจะถูกเปลี่ยนเป็นระดับความแข็งของยางแบบสากลหรือไออาร์เอชดี (International Rubber Hardness Degree, IRHD) มีค่าอยู่ในช่วง 0 – 100 โดยที่ 0 หมายถึง ค่าโมดูลัสยืดหยุ่น (Elastic modulus) ของยางเป็นศูนย์ และค่า 100 หมายถึง โมดูลัสยืดหยุ่นของยางมีค่าสูงมากไม่สิ้นสุด

ในงานวิจัยนี้ การทดสอบการความแข็งกด ใช้ดูโรมิเตอร์ชนิด A หรือชอร์ A (Type A or Shore A durometer) ดังแสดงในรูปที่ 3.16 ตามมาตรฐาน ASTM 2240 ทำการทดสอบที่สถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร ทั้งหมด 5 ตัวอย่างต่อหนึ่งสูตรยาง

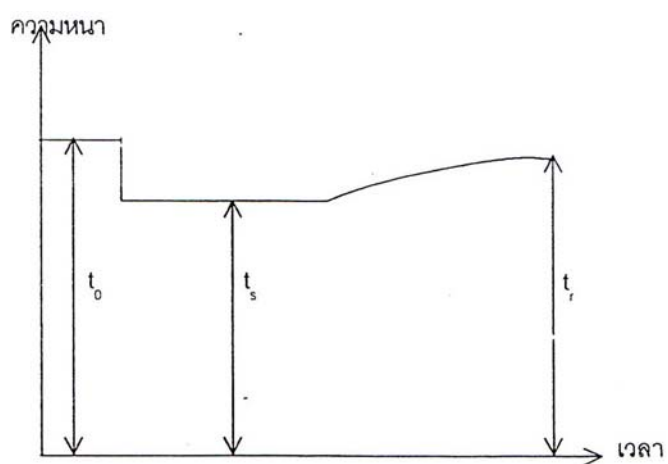
3.2.9.3 การทดสอบการยุบตัวเนื่องจากแรงอัด (Compression Set Test)

หลักการทดสอบการยุบตัวเนื่องจากแรงอัดของชิ้นงานตัวอย่าง ดังแสดงในรูปที่ 3.17 โดยวัดความหนาของชิ้นงานตัวอย่างก่อนทดสอบ (t_0) แล้วนำตัวอย่างเข้าไปวางไว้ระหว่างเครื่องอัด โดยการอัดให้ชิ้นงานตัวอย่างยุบตัวลงจากเดิมตามที่กำหนด (25%) วัดความหนาของชิ้นงานตัวอย่างหลังการใช้แรงอัด (t_s) แล้วให้ชิ้นงานตัวอย่างอยู่ในสภาพมีแรงอัดตามระยะเวลาที่กำหนด ที่อุณหภูมิที่ต้องการแล้วคลายแรงอัด ปลดชิ้นงานตัวอย่างคืนตัวที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที แล้ววัดความหนาของชิ้นงานตัวอย่างนั้น (t_r) การคำนวณค่าการยุบตัวเนื่องจากแรงอัดคิดเป็นร้อยละคำนวณได้ตามสูตร ดังนี้

$$\text{Compression set (\%)} = \frac{(t_0 - t_r)}{(t_0 - t_s)} \times 100$$

รูปที่ 3.17

กราฟแสดงหลักการทดสอบการยุบตัวเนื่องจากแรงอัด



รูปที่ 3.18

เครื่องทดสอบการยุบตัวเนื่องจากแรงอัด



ในงานวิจัยนี้ การทดสอบการยุบตัวเนื่องจากแรงอัด ตามมาตรฐาน ASTM D395 โดยใช้เครื่องอัด ดังแสดงในรูปที่ 3.18 ทำการทดสอบที่สถาบันวิจัยยางกรมวิขา การเกษตร ทั้งหมด 3 ตัวอย่างต่อหนึ่งสูตรยาง

3.2.9.4 การทดสอบความทนทานต่อการสึกหรอ (Abrasion Test)

การทดสอบความทนทานต่อการสึกหรอ เป็นการทดสอบความต้านทานของวัตถุต่อการขัดสีบนผิววัตถุนั้น กล่าวคือ เมื่อผิวหน้าของวัสดุสัมผัสกับผิวหน้าวัตถุอื่น ๆ ในขณะที่มีแรงอัดอยู่ด้วย พื้นที่ที่สัมผัสอยู่นั้นจะเพิ่มตามค่าแรงที่ได้รับ ทำให้สัมประสิทธิ์ของความเสียหายลดลง นอกจากนั้นผิวหน้าที่สัมผัสจริงจะขึ้นอยู่กับลักษณะหรือรูปทรงทางเรขาคณิตของชิ้นงานตัวอย่างด้วย ดังนั้น การวัดความเสียหายเมื่อมีแรงกระทำในอัตราต่างๆ นิยมใช้ลักษณะผิวหน้าที่ใช้ได้จริงในการทำงาน นั่นคือ สามารถใช้ผลิตภัณฑ์ในการทดสอบได้

ในระหว่างการทดสอบความเสียหาย อาจเกิดปรากฏการณ์ที่เรียกว่า Slip-stick ซึ่งมีส่วนสัมพันธ์กับความเร็วและสัมประสิทธิ์ความเสียหายระหว่างผิวหน้าทั้งสองที่มีการสัมผัสกัน นอกจากนี้ เมื่อผิวหน้าของชิ้นงานตัวอย่างสัมผัสกับวัตถุอื่น ๆ ในระหว่างการใช้งานและเกิดการเสียดสีกันขึ้น ก็จะทำให้เกิดการสึกหรอของผิวหน้า ดังนั้น ในการวัดการสึกหรอจึงใช้การวัดปริมาตรของวัตถุที่ถูกขัดสีออกไปจากผิวเนื้อของชิ้นงานตัวอย่าง ภายใต้เงื่อนไขที่กำหนดไว้

ในงานวิจัยนี้ การทดสอบความทนทานต่อการสึกหรอ ตามมาตรฐาน ASTM D395 โดยใช้เครื่อง Abrasion tester ดังแสดงในรูปที่ 3.19 ทำการทดสอบที่สถาบันวิจัยยางกรมวิขา การเกษตร ทั้งหมด 6 ตัวอย่างต่อหนึ่งสูตรยาง

รูปที่ 3.19

เครื่อง Abrasion Tester



3.2.9.5 การทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ (Gas Permeability Test)

สภาพการซึมผ่านของก๊าซ โดยเฉพาะอากาศผ่านยาง มีความสำคัญในกรณีที่ต้องการให้ยางเก็บก๊าซไว้ภายใต้ความดัน ไม่ว่าจะเป็นอุณหภูมิห้องหรืออุณหภูมิสูงก็ตาม ยางบิวไทล์มีอัตราเร็วของการซึมผ่านของก๊าซ (Permeability rate) ต่ำที่สุด ในบรรดายางทั้งหลายและที่อุณหภูมิห้อง ยางซิลิโคนจะมีสภาพการซึมผ่านของก๊าซได้มากกว่ายางบิวไทล์ถึง 1,000 เท่า (เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร, 2537)

วิธีมาตรฐานสำหรับวัดสภาพการซึมผ่านของก๊าซผ่านแผ่นยางบางๆ มี 3 วิธี คือ

วิธีที่ 1 ใช้ก๊าซที่มีความดันสูงอยู่ทางด้านหนึ่งของชิ้นงานทดสอบ และใช้ก๊าซชนิดเดียวกันที่มีปริมาตรเล็กๆคงที่ ณ ความดันบรรยากาศอยู่อีกด้านหนึ่งของชิ้นงานทดสอบ การซึมผ่านของก๊าซจะไปเพิ่มความดันของด้านนี้ (ISO 1399; BS 903, Part A17)

วิธีที่ 2 ทำการทดสอบเช่นเดียวกับวิธีที่ 1 แต่ก๊าซทางด้านที่สองจะถูกเก็บรักษาไว้ ความดันคงที่ ดังนั้น ปริมาตรของก๊าซจะเพิ่มขึ้น (ISO 2782; BS 903, Part A30)

วิธีที่ 3 ใช้ก๊าซทดสอบ (เช่น H_2) ทางด้านหนึ่งของชิ้นงานทดสอบ และก๊าซอื่น (เช่น อากาศ) อยู่อีกด้านหนึ่ง ณ ความดันบรรยากาศทั้ง 2 ด้าน ความเข้มข้นของก๊าซทดสอบซึ่งซึมผ่านเข้าไปในอีกก๊าซจะถูกวัดไว้เป็นระยะเวลาหนึ่ง

สภาพการซึมผ่านของก๊าซคำนวณจาก steady state rate ของความดันซึ่งเพิ่มขึ้นในวิธีที่ 1 หรือของปริมาตรซึ่งเพิ่มขึ้นในวิธีที่ 2 หรือการเพิ่มความเข้มข้นของก๊าซทดสอบในวิธีที่ 3 นอกจากนี้ ยังสามารถใช้ gas chromatography หรือ mass spectrometer ในการตรวจสอบ ซึ่งนิยมใช้กันอย่างกว้างขวาง โดยเฉพาะที่ต้องการความละเอียดสูง หรือต้องการความไวสูง เมื่อมีความแตกต่างของความดันไม่มากนัก วิธีนี้สามารถใช้กับไอน้ำได้อีกด้วย

ในงานวิจัยนี้ การทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ (Gas Permeability) ตามมาตรฐาน ASTM D 3985 เป็นการวัดอัตราการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจน ประเภทฟิล์มพลาสติกชนิดอื่นๆ โดยใช้เครื่องวัดการซึมผ่านของก๊าซ ที่ศูนย์การบรรจุหีบห่อไทย สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ดังแสดงในรูปที่ 3.20 เป็นบริเวณด้านนอกของตัวเครื่องทั้งหมด และรูปที่ 3.21 เป็นบริเวณที่ใช้สำหรับใส่ตัวอย่างในการทดสอบ ซึ่งจะทำการทดสอบทั้งสองแผ่นพร้อมๆ กัน แล้วนำค่าที่ได้ทั้งจากทั้งสองแผ่นมาหาค่าเฉลี่ย

3.2.9.6 การตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาค

การตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพลิเมอร์ที่มีสารตัวเติมเป็นแร่ดินเหนียวชนิดต่างๆ ทำโดยการถ่ายภาพ SEM micrograph บนพื้นผิวแตกหัก (Fracture surface) ของยางคอมพอสิตหลังจากทดสอบสมบัติการดึงยึดโดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) และการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของยางคอมพอสิตด้วยเทคนิคจุลวิเคราะห์ (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS) โดยใช้เครื่อง Energy Dispersive Spectroscopy X-Ray (EDX) ที่คณะวิทยาศาสตร์และศูนย์เครื่องมือ คณะเภสัชศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.20

เครื่องทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ บริเวณด้านนอกตัวเครื่อง



รูปที่ 3.21

เครื่องทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ บริเวณที่วางตัวอย่างทดสอบ

