

## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินการวิจัย

#### 3.1 สารเคมี วัสดุอุปกรณ์ และ เครื่องมือ

##### 3.1.1 สารเคมี

1. น้ำมันมะพร้าว จากโรงงานผลิตน้ำมันมะพร้าวชุมชนเฮง จำกัด จังหวัดปัตตานี
2. น้ำมันปาล์ม ตรahยก บริษัทล้ำสูง (ประเทศไทย) จำกัด (มหาชน)
3. น้ำมันถั่วเหลือง ตรารุ่งน บริษัทน้ำมันพืชไทย จำกัด (มหาชน)
4. น้ำมันอะโรมาติก
5. Benzyl alcohol
6. Sodium hydroxide (NaOH) Analytical grade ; Labscan Asia Co., Ltd., Bangkok
7. Potassium iodide บริษัทวิทยาศาสตร์ จำกัด ประเทศไทย
8. Hydrochloric acid (HCl) Analytical grade ; J.T. BKKET ; USA
9. Sodium thiosulfate Analytical grade ; Carlo erba
10. Sodium sulfate ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) Analytical grade ; Merck ; Germany
11. Sodium chloride (NaCl) Commercial grade
12. Sodium carbonate Analytical grade ; Merck ; Germany
13. Silica gel powder GF<sub>254</sub> Merck ; Germany
14. Formic acid Analytical grade ; Fisher Chemicals ; UK
15. Dichloromethane A.R, MERCK ; USA
16. Diethyl ether Analytical reagent; Labscan Asia Co., Ltd Bangkok
17. Hexane Analytical grade ; BDH , England
18. Phenolphthalein
19. Potassium iodide บริษัท วิทยาศาสตร์ จำกัด ประเทศไทย

##### สารเคมีสำหรับเตรียมยางคอมปาวด์

- ยางแผ่นรมควัน
  - Carbon black N330 ; Thai carbon black Public Co., Ltd Bangkok Thailand
  - Zinc oxide Commercial grade ; Imperial Chemical Co., Ltd., Thailand
  - Stearic acid Commercial grade ; Imperial Chemical Co., Ltd., Thailand
  - Sulfur Commercial grade ; Ajax Chemical Co., Ltd., Thailand
  - TBBS Commercial grade ; Bayer Co., Ltd., Germany

### 3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับการเตรียมเบนซิลเอสเทอร์

- เครื่องแก้ว
- ชุดกลั่นธรรมดาและชุดกลั่นลำดับส่วน
- แหล่งกำเนิดแสงยูวี
- ชุดทดสอบ TLC
- Hot plate และMagnetic bar
- Water bath
- เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง
- เครื่องกลั่นระเหยสารแบบหมุน Rotary Evaporator
- เครื่องวัดความหนืด
- ชุดมอเตอร์และใบพัดกวน
- Fourier Transform Infrared Spectroscopy รุ่น MAGNA- IR 560 spectrometer บริษัท Nicolet ; USA
- <sup>1</sup>H-NMR รุ่น Varian Unity Inova 500 MHz

### 3.1.3 เครื่องมือที่ใช้สำหรับการทดสอบสมบัติของคอมพาวด์

- เครื่อง Tensometer ยี่ห้อ Hounsfield รุ่น H 10KS ผลิตโดยบริษัท Hounsfield Test Equipment ประเทศอังกฤษ
- เครื่อง Hardness tester (Shore-A) รุ่น O.M.A.G AFFRI misuratori di durezza (Shore A)
- Internal mixer บริษัท เจริญทัศน์ จำกัด
- เครื่อง Oscillating Disk Rheometer (ODR) บริษัท Monsanto Co., Ltd. USA
- เครื่องบดผสมยางระบบเปิด 2 ลูกกลิ้ง บริษัท ชัยเจริญการช่าง กรุงเทพฯ
- เครื่องอัดยางเข้าแม่พิมพ์ (Compression Moulding) บริษัท ชัยเจริญการช่าง
- ตู้อบ
- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น Model JSM-5200 JEOL ประเทศญี่ปุ่น
- เครื่องทดสอบการสลายตัวด้วยความร้อน, TGA รุ่น STA 6000 บริษัท Perkin Elmer USA
- เครื่องวิเคราะห์สมบัติพลวัตเชิงกล รุ่น DMTA V บริษัท Rheometric Scientific USA

## 3.2 วิธีการทดลอง

### 3.2.1 วิเคราะห์สมบัติเบื้องต้นทางเคมีของน้ำมัน

- 3.2.1.1 ค่าสaponification value (Saponification value) ตามวิธี (ASTM D 1962-97)
- 3.2.1.2 ค่ากรดไขมันอิสระ (Free fat acid ; FFA ) ตามวิธี (ASTM D 1980-67)
- 3.2.1.3 ค่าไอโอดีน (Iodine value) โดย wjjs Method ตามวิธี ASTM D 1959-69
- 3.2.1.4 ค่าจุดเดือดโดยวิธีไมโคร ตามวิธี ASTM D7169-05
- 3.2.1.5 ค่าความถ่วงจำเพาะ
- 3.2.1.6 ค่าความหนืด
- 3.2.1.7 วิเคราะห์สารด้วยเทคนิค TLC
- 3.2.1.8 วิเคราะห์สูตรโครงสร้างของสารด้วยเทคนิค FTIR

### 3.2.2 การสังเคราะห์เบนซิลเอสเทอร์จากกรดไขมันของน้ำมัน โดยทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันกับเบนซิลแอลกอฮอล์

#### 3.2.2.1 ขั้นตอนการเตรียมกรดไขมันจากน้ำมัน

1. นำน้ำมัน 100 กรัม ใส่ในขวดก้นกลม 5 คอขนาด 250 mL
2. เติม 7M NaOH 120 มิลลิลิตร รีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 9 ชั่วโมง
3. นำสารที่ได้ไปแช่ในน้ำเกลืออิ่มตัว 1 คิน เพื่อกำจัด NaOH ส่วนเกิน
4. นำไปแช่ในกรด 4M HCl อีก 1-2 คิน เพื่อเปลี่ยนสบู่ให้เป็นกรดไขมัน
5. ล้างสารด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลางและระเหยเอาน้ำออก
6. นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปชั่งน้ำหนักเปรียบเทียบกับน้ำหนักเริ่มต้น คำนวณเปอร์เซ็นต์ผลผลิต

#### 3.2.2.2 การสังเคราะห์เบนซิลเอสเทอร์จากกรดไขมัน

1. นำกรดไขมันที่ได้ใส่ขวดก้นกลมให้ความร้อนระเหยน้ำออกที่อุณหภูมิ 100 °C ประมาณ 30 นาที
2. เติม benzyl alcohol (อะโรมาติกแอลกอฮอล์ต่อกรดไขมัน 1:1, 1.25:1, 1.50:1, 1.75:1 และ 2:1)
3. เติมตัวเร่งปฏิกิริยา 0.25, 1 และ 1.5 %  $H_2SO_4$
4. รีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 70 , 100 และ 130°C เป็นเวลา 3 , 6 และ 9 ชั่วโมง
5. นำสารที่ได้ใส่ในกรวยแยก ล้างสารอินทรีย์ด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลาง
6. สกัดด้วย 10%  $Na_2CO_3$  ประมาณ 2 ครั้งเพื่อกำจัดกรดไขมันที่เหลือ
7. สกัดด้วย Dichloromethane ใช้ชั้นสารชั้นล่างใส่ขวดก้นกลม ซึ่งจะประกอบด้วยเบนซิลเอสเทอร์และDichloromethane
8. นำไประเหยแบบลดความดันได้เบนซิลเอสเทอร์ คำนวณเปอร์เซ็นต์ผลผลิต

### 3.2.3 การทดสอบสมบัติของเบนซิลเอสเทอร์

- วัดความหนืด ด้วยเครื่อง viscometer
- วัดค่าดัชนีหักเห ด้วยเครื่องRefractometer
- วัดค่า pour point และ Aniline point
- วิเคราะห์องค์ประกอบของสารด้วย Thin Layer Chromatography (TLC)
- วิเคราะห์โครงสร้างด้วย Fourier Transform Infrared spectrometer (FTIR)
- วิเคราะห์โครงสร้างด้วย Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer ( $^1H$ -NMR)

### 3.2.4 การเตรียมยางคอมปาวด์

3.2.4.1 ศึกษาการเติมสารพลาสติกไซเซอร์ในยางคอมปาวด์ โดยออกแบบการทดลองเป็น 4 ชุด การทดลอง ดังตาราง 3.1 และใช้สารพลาสติกไซเซอร์ในยางคอมปาวด์ 4 ชนิดคือ เบนซิลเอสเทอร์จากน้ำมันมะพร้าว ปาล์ม และถั่วเหลือง และเปรียบเทียบกับน้ำมันอะโรมาติก

ตารางที่ 3.1 แสดงปริมาณของพลาสติกไซเซอร์ที่ใช้ในการทดลอง

การทดลองชุดที่	ปริมาณพลาสติกไซเซอร์
1	ไม่เติม
2	5 phr
3	10 phr
4	20 phr

3.2.4.2 เตรียมสารเคมีของแต่ละ batch โดยใช้สูตรยางตามมาตรฐาน (ASTM D8314) แสดงดังตารางที่ 3.2 และ สูตรยางเอสบีอาร์คอมปาวด์ ตามมาตรฐาน ASTM D3185 แสดงดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.2 แสดงสูตรคอมปาวด์ยางธรรมชาติ ตามมาตรฐาน (ASTM D3184)

Ingredients	phr
Natural rubber	100
Zinc oxide	5
Stearic acid	2
<i>Process Oil</i>	0-20
Filler (High abrasion furnace black, N330)	50
Sulfur	2.25
TBBS	0.7

ตารางที่ 3.3 สูตรยางเอสบีอาร์คอมปาวด์ ตามมาตรฐาน ASTM D3185

Ingredients	phr
Styrene-Butadiene Rubber (SBR)	100
Zinc oxide	3
Stearic acid	1
<i>Process Oil</i>	<i>0-20</i>
Filler (High abrasion furnace black, N330)	50
Sulfur	1.75
TBBS	1.00

การเตรียมยางคอมปาวด์กระทำในเครื่อง Internal mixer ที่อุณหภูมิ 70 °C หมุนด้วยความเร็ว 60 รอบต่อนาที ตามสูตรมาตรฐาน ASTM D3184 และยางเอสบีอาร์คอมปาวด์ ตามมาตรฐาน ASTM D3185

- นำยางธรรมชาติมาเคี้ยวหรือบดผสมเป็นเวลา 1 นาที แล้วเติมสารตัวเร่ง TBBS ครึ่งนาที่ + ZnO ครึ่งนาที่ แล้วเติม สารผสมเขม่าดำ เบนซิลเอสเทอร์ stearic acid แบ่งใส่ 2 ครั้งๆละ 3 นาที
- พักยางไว้ 8 ชั่วโมง
- นำยางที่ได้มาบดผสมในเครื่องบด 2 ลูกกลิ้งพร้อมกับเติมกำมะถันและสารเร่งให้ยางคงรูป
- นำไปทดสอบสมบัติต่างๆ

### 3.2.5 การทดสอบสมบัติของคอมปาวด์

#### 3.2.5.1 การศึกษาสมบัติการวัลคาไนซ์ของคอมปาวด์

- ตัดชิ้นงานเป็นรูปสี่เหลี่ยม ขนาด 2x2 cm
- ทดสอบด้วยเครื่อง MDPT รุ่น (Rheo Tech MDPT) ที่ 160 °C
- วิเคราะห์ผลสมบัติอื่นๆของยางคอมปาวด์ จากข้อมูลเครื่อง MDPT

#### 3.2.5.2 การวัลคาไนซ์

- นำยางคอมปาวด์ที่บดผสมเสร็จแล้ว ตัดชิ้นงานให้มีน้ำหนัก 60 กรัม
- หลังจากนั้นอัดชิ้นงานด้วยเครื่อง Compression molding เป็นแผ่นสี่เหลี่ยมขนาด 16x16 cm และเป็นวงกลม ด้วยอุณหภูมิ 150 °C ความดัน 100 Pa ตามเวลาที่คำนวณได้จากเครื่อง MDPT โดยการบวกเพิ่มจากค่าที่เครื่องแสดงมาให้อีก 50%



รูปที่ 3.1 เครื่อง Compression Molding

3.2.5.3 การเตรียมชิ้นงานเพื่อการทดสอบ  
การตัดชิ้นงาน 2 แบบแสดงดังรูป



รูปที่ 3.2 ชิ้นงานสำหรับทดสอบ Tensile



รูปที่ 3.3 ชิ้นงานสำหรับทดสอบ Tear

โดยจะแบ่งชิ้นงานออกเป็น 2 ชุด เก็บที่อุณหภูมิห้อง 72 ชั่วโมงและอบที่อุณหภูมิ 70 °C เวลา 72 ชั่วโมง

- วัดความหนาของชิ้นตัวอย่าง
- ทดสอบค่าการทนต่อแรงดึง (Tensile strength) และการทนต่อการฉีกขาด (Tear resistance) ด้วยเครื่อง Tensile Testing Machine รุ่น H 10KS

ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานและการทดสอบค่าความแข็ง

- นำคอมปาวด์อย่างมาอัดเป็นรูปวงกลมดังรูป 3.4 ด้วยเครื่อง Compressionmolding
- วัดความแข็งของชิ้นตัวอย่างด้วยเครื่องวัดความหนา Shore A Durometer
- อ่านค่าความแข็งที่วินาที 30



รูปที่ 3.4 ชิ้นงานสำหรับการทดสอบความแข็ง

#### 3.2.5.4 การทดสอบสมบัติเชิงกลของยางคอมปาวด์

ใช้เครื่องวัดแรงกดหรือแรงดึง ยี่ห้อ Hounsfield รุ่น H 10KS สามารถรับแรงได้สูงสุด 10 kN มี load cell ทำหน้าที่แปลงสัญญาณจากค่าแรงที่ได้ผ่านวงจรรีเล็กทรอนิกส์ เป็นค่าแรงดึงหรือแรงกดในหน่วยนิวตัน สามารถตั้งความเร็วในการเคลื่อนที่ 0.01 ถึง 1000 มิลลิเมตรต่อวินาที ผลิตโดยบริษัท Hounsfield Test Equipment ประเทศอังกฤษ ลักษณะเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile testing machine)

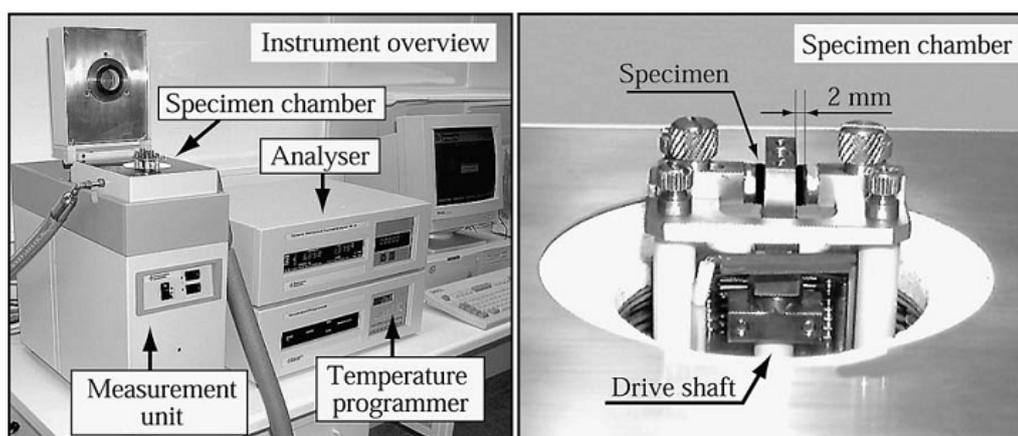
- ทดสอบค่ามอดูลัส (modulus)
- ความสามารถในการยืดจนขาด (elongation at break)
- ความต้านทานต่อแรงดึง (tensile strength)
- ความต้านทานต่อแรงฉีกขาด (tear strength)
- ค่าความแข็ง (hardness) ใช้เครื่องวัดความแข็งดิจิทัล วัดแบบชอร์ดูโรมิเตอร์ (shore durometer) ใช้วัดความแข็งขึ้นทดสอบ โดยใช้แรงกดจากสปริง ยี่ห้อ toyosetki ประเทศญี่ปุ่น ลักษณะเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 เครื่องวัดความแข็งแบบ Shore A

### 3.2.5.5 การทดสอบสมบัติเชิงพลวัต (Dynamic mechanical properties)

ใช้เครื่องวิเคราะห์สมบัติพลวัตเชิงกล รุ่น DMTA V ระบบการทำงาน สามารถทดสอบภายใต้สภาวะต่างๆ คือ การดึง (tension) การกด (compression) ฉีก (shear) และแบบโค้งงอ (bending) ช่วงอุณหภูมิการทดสอบ -150 ถึง 600°C อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิตั้งแต่ 0.1 ถึง 40°C/min และอัตราการลดลงของอุณหภูมิตั้งแต่ 0.1 ถึง 20°C/min ความถี่ตั้งแต่  $1 \times 10^{-6}$  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 3.7



รูปที่ 3.7 ลักษณะของเครื่องทดสอบสมบัติพลวัตเชิงกล (Dynamic Mechanical Thermal Analyzer)

### 3.2.5.6 การทดสอบสมบัติเชิงความร้อน (Thermal properties)

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



รูปที่ 3.8 เครื่องวิเคราะห์เชิงความร้อน (Thermal gravimetric analyzer)

### 3.2.5.7 ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา เพื่อดูการกระจายตัวของคอมปาวด์อย่าง ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด Model JSM-5200 ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) ระบบเลนส์ (electro magnetic lens) หัวตัดจับสัญญาณ (signal detectors) และส่วนแสดงภาพ จอคอมพิวเตอร์ ผลิตภัณฑ์ JEOL ประเทศญี่ปุ่น ลักษณะเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope)