

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการวิจัย

3.1 สารเคมีสำหรับการสังเคราะห์สเตียรอยด์โรมาติกเอสเทอร์

สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์สเตียรอยด์โรมาติกเอสเทอร์ได้แสดงดังตารางที่ 3.1 และสมบัติของสารตั้งต้นที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาแสดงดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

Substances	Grade	Supplier/Source	Usage
อะซีโตน (Acetone)	A.R.	Labscan Co.,Ltd., Island	solvent
เฮกเซน (Hexane)	A.R.	Mallinckrodt, U.S.A.	solvent
คลอโรฟอร์ม (Chloroform)	A.R.	NORMAPUR, France	solvent
ไดคลอโรมีเทน (Dichloromethane)	A.R.	Mallinckrodt, U.S.A.	solvent
เอทิลอะซิเตต (Ethyl acetate)	A.R.	Labscan Co.,Ltd., Island	solvent
กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (conc. Sulfuric acid)	A.R.	Mallinckrodt, U.S.A.	catalyst
ทินคลอไรด์ (Tin (II) chloride)	A.R.	Sigma-Aldrich, U.S.A.	catalyst
ซิงค์คลอไรด์ (Zinc chloride)	A.R.	Sigma-Aldrich, U.S.A.	catalyst
อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (Aluminum hydroxide)	A.R.	Sigma-Aldrich, U.S.A.	catalyst
โคบอลต์คลอไรด์ (Cobalt (II) chloride)	A.R.	Sigma-Aldrich, U.S.A.	catalyst
ไทเทเนียมออกไซด์ (Titanium (IV) oxide)	A.R.	Sigma-Aldrich, U.S.A.	catalyst
กรดฟอสโฟโมลิบดิก (Phosphomolybdic acid)	A.R.	Sigma-Aldrich, U.S.A.	catalyst
โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (Sodium hydrogen carbonate)	A.R.	NORMAPUR, France	reagent
วานิลิน (Vanilin)	A.R.	Fluka Chemicals, Switzerland	reagent

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง (ต่อ)

Substances	Grade	Supplier/Source	Usage
สเตียร์ริลแอลกอฮอล์ (Stearyl alcohol)	A.R.	Fluka Chemicals, Switzerland	reactant
กรดเบนโซอิก (Benzoic acid)	A.R.	Sigma-Aldrich, U.S.A.	reactant
กรดแพททาลิก (Phthalic acid)	A.R.	Fluka Chemicals, Switzerland	reactant
กรดไบฟีนิล-4-คาร์บอกซิลิก (Biphenyl-4-carboxylic acid)	A.R.	Fluka Chemicals, Switzerland	reactant
กรด 1-แนฟโทอิก (1-Naphthoic acid)	A.R.	Fluka Chemicals, Switzerland	reactant
กรดแอนทราซีน-9-คาร์บอกซิลิก (Anthracene-9-carboxylic acid)	A.R.	Fluka Chemicals, Switzerland	reactant
ซิลิกา เจล (Silica gel) for TLC	60 GF ₂₅₄	Merck Germany	purification
แผ่นอลูมิเนียมที่แอลซี (TLC aluminum sheet)	60 GF ₂₅₄	Merck Germany	purification

ตารางที่ 3.2 สมบัติของสารที่ใช้ทำปฏิกิริยา

Substances	Formula	Molecular mass	Melting point (°C)	Density (g/cm ³) (25 °C)
Stearyl alcohol	CH ₃ (CH ₂) ₁₇ OH	270.50	56-59	0.81
Benzoic acid	C ₆ H ₅ COOH	122.12	122.4	1.32
Phthalic acid	<i>o</i> -C ₆ H ₄ (COOH) ₂	166.14	210-215	1.59
Biphenyl-4-carboxylic acid	C ₆ H ₅ C ₆ H ₄ COOH	198.22	220-225	1.25
1-Naphthoic acid	C ₁₀ H ₇ COOH	172.18	160-162	1.00
Anthracene-9-carboxylic acid	C ₁₄ H ₉ COOH	222.24	214-218	1.31

3.2 ยางและสารเคมี

3.2.1 ยางธรรมชาติ (Natural rubber, NR)

ยางแท่งเกรดที่ใช้ในงานวิจัยคือ ยางแผ่นรมควันชั้น 3 (Ribbed smoked sheet No.3, RSS#3) ใช้เตรียมยางคอมพาวนด์ ผลิตโดยชมรมสหกรณ์ชาวสวนยาง ตำบลโคกโพธิ์-แม่ลาน อำเภอโคกโพธิ์ จังหวัดปัตตานี

3.2.2 กำมะถัน (Sulfur)

สารวัลคาไนซ์ มีสูตรโมเลกุลคือ S_8 มีลักษณะเป็นผงสีเหลือง มีจุดหลอมเหลว $115.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ มีจุดเดือดเท่ากับ $444.6\text{ }^{\circ}\text{C}$ ผลิตโดยบริษัท Siam Chemicals Co., Ltd. ประเทศไทย

3.2.3 กรดสเตียริก (Stearic acid)

สารกระตุ้นในการวัลคาไนซ์ มีสูตรโมเลกุลคือ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$ น้ำหนักโมเลกุล 284.48 g/mol มีลักษณะเป็นเกล็ดสีขาวขุ่น มีความหนาแน่น 0.85 g/cm^3 (ที่ $70\text{ }^{\circ}\text{C}$) มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $69.6\text{ }^{\circ}\text{C}$ มีจุดเดือดเท่ากับ $383\text{ }^{\circ}\text{C}$ ผลิตโดยบริษัท Imperial Chemical Co., Ltd. ประเทศไทย

3.2.4 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO)

สารกระตุ้นในการวัลคาไนซ์ เป็นชนิด white seal น้ำหนักโมเลกุล 81.41 g/mol มีลักษณะเป็นผงสีขาว มีความหนาแน่น 5.57 g/cm^3 อุณหภูมิการสลายตัว $1975\text{ }^{\circ}\text{C}$ ผลิตโดยบริษัท Global Chemical Co., Ltd. ประเทศไทย

3.2.5 เอ็น-เทอเทียรี-บิวทิล-2-เบนโซไทอาซิล ซัลฟิनाไมด์ (*N-tert-butyl-2-benzothiazyl sulphenamide, TBBS*)

สารตัวเร่งการวัลคาไนซ์ในระบบที่ใช้กำมะถัน ปริมาณการใช้ทั่วไป 0.5-2 phr จัดอยู่ในกลุ่มของซัลฟิनाไมด์ ซึ่งใช้เป็นสารตัวเร่งที่ช่วยให้เวลาสกอร์ช (scorch time) ยาวขึ้นและเป็นสารช่วยเสริมสมบัติด้านความต้านทานต่อแรงดึง มีสูตรโมเลกุลคือ $\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{S}_2$ น้ำหนักโมเลกุล 238.37 g/mol มีลักษณะเป็นเม็ดสีครีม มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ ผลิตโดยบริษัท Flexsys America L.P. ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.6 เขม่าดำ (Carbon black)

เป็นสารตัวเติมในยางวัลคาไนซ์มีลักษณะเป็นผงสีดำ ในงานวิจัยนี้ใช้เขม่าดำเกรด N-330 ผลิตโดยบริษัทไทยคาร์บอนแบล็ก จำกัด (มหาชน) ประเทศไทย สมบัติแสดงดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 สมบัติของเขม่าดำ (Carbon black data sheet; Thai carbon black Co., Ltd, 2006)

Properties	Values
Iodine Adsorption (g/kg)	82+/-5
CTAB Surface Area (m ² /g)	83+/-6
pH Value	6-9
Heating Loss at 125°C (%max)	1.0
Ash Content (%max)	0.45
Sieve Residue (%max)	0.1-0.001
Sulphur Content (%max)	1.1
Toluene Discoloration (%min)	90
Pour Density (kg/m ³)	340
Fine Content (%max)	15

3.2.7 เอ็น-(1,3- ไดเมทิลบิวทิล)เอ็น-เฟนิล-พารา-เฟนิลีนไดเอมีน (N-(1,3-dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylenediamine, 6PPD)

เป็นสารป้องกันการเสื่อมสภาพในกลุ่มอนุพันธ์ของฟีนิลลีนไดเอมีน มีประสิทธิภาพในการปกป้องยางจากออกซิเจน โอโซน และการล้าตัว มีลักษณะเป็นเม็ดสีดำ มีสูตรโมเลกุลคือ C₁₈H₂₄N₂ น้ำหนักโมเลกุล 268.4 g/mol มีความถ่วงจำเพาะเท่ากับ 0.99 ผลิตโดยบริษัท Flexsys ประเทศเบลเยียม

ตารางที่ 3.4 สมบัติของน้ำมันอะโรมาติก

Properties	Test methods	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 (cSt)	ASTM D 445	23.53
Aniline Point (°C)	ASTM D 611	42.9
Aromatic content (%)	DIN 51378	94

3.2.8 น้ำมันอะโรมาติก (Aromatic oil)

เป็นสารช่วยในการแปรรูปในยางคอมพาวด์ชนิด Distillate Aromatic Extract, DAE มีชื่อทางการค้าคือ process oil A-20 ผลิตโดยบริษัทกาลเท็กซ์จำกัด ประเทศไทย โดยมีสมบัติ ดังตารางที่ 3.4

3.3 อุปกรณ์

3.3.1 ตู้อบอากาศร้อน (Hot Air Oven)

มีขนาด 30x30x40 cm³ มีพัดลมภายในช่วยกระจายความร้อนให้อุณหภูมิ ในตู้อบมีความสม่ำเสมอ สามารถตั้งอุณหภูมิได้สูงสุด 220 °C เครื่องที่ใช้เป็นรุ่น UL40 เครื่องหมายการค้า Memmert ผลิตโดยบริษัท Memmert ประเทศเยอรมนี

3.3.2 เครื่องชั่งไฟฟ้า (Electronic Balance)

- รุ่นER-120A ชั่งได้ละเอียดถึงทศนิยม 4 ตำแหน่ง น้ำหนักสูงสุด 120 g
- รุ่นTR-403 ชั่งได้ละเอียดถึงทศนิยม 3 ตำแหน่ง น้ำหนักสูงสุด 410 g
- รุ่นFX-500 ชั่งได้ละเอียดถึงทศนิยม 2 ตำแหน่ง น้ำหนักสูงสุด 5000 g

ผลิตโดยบริษัท A&D Company Limited ประเทศญี่ปุ่น

3.3.3 ไมโครมิเตอร์ (Micrometer)

ใช้วัดความหนาของชั้นทดสอบ สามารถวัดได้ละเอียด 0.01 mm เครื่องหมายการค้า Mitutoyo ประเทศญี่ปุ่น

3.3.4 เครื่องหาความถ่วงจำเพาะ (Density Gravitometer)

เครื่องชั่งสำเร็จที่ออกแบบเพื่อสำหรับวัดความถ่วงจำเพาะของยาง โดยอาศัยหลักการแทนที่น้ำ ผลิตโดยบริษัท Draveil-S&O ประเทศฝรั่งเศส

3.3.5 เครื่องกวนสารให้ความร้อน (Hotplate Stirrer)

เครื่องกวนสารและให้ความร้อนในเครื่องเดียวกัน สามารถปรับอุณหภูมิได้ 50-500 °C สามารถปรับความเร็วรอบในการกวนได้ 100-1500 rpm ใช้สำหรับการกวนและให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน เครื่องที่ใช้เป็นรุ่น C-MAG HS 7 เครื่องหมายการค้า IKA ประเทศฝรั่งเศส

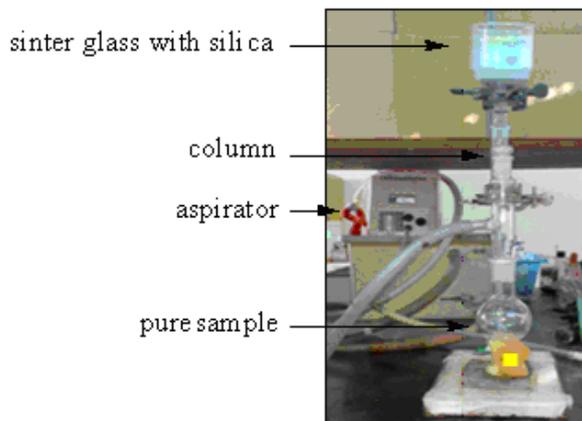
3.3.6 เครื่องให้แสงยูวีสำหรับส่องดูแผ่น TLC (UV Lamp)

เครื่องตรวจสอบเพื่อให้มองเห็นจุดที่สารเรืองแสงบนแผ่น TLC ทำโดยการนำเอาแผ่น TLC ไปส่องด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (254 nm) ในที่มืด สารประกอบดังกล่าวจะเกิดการเรืองแสง และปรากฏเป็นจุดสว่างสีม่วงบนแผ่น TLC เครื่อง UV lamp รุ่น spectraline model CM-10 ผลิต

โดยบริษัท Fluorescence analysis cabinet ประเทศสหรัฐอเมริกา ลักษณะของเครื่องและอุปกรณ์ แสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 UV Lamp และอุปกรณ์



รูปที่ 3.2 ชุดอุปกรณ์คอลัมน์โครมาโตกราฟี

3.3.7 ชุดอุปกรณ์คอลัมน์โครมาโตกราฟีแบบลดแรงดัน (vacuum liquid chromatography, VLC)

เครื่องมือสำหรับแยกสารให้บริสุทธิ์แบบวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี แบบลดแรงดัน ลักษณะของชุดเครื่องมือแสดงดังรูปที่ 3.2

3.3.8 เครื่องผสมยางสองลูกกลิ้ง (Two Roll Mill)

เป็นเครื่องที่ใช้ในการบดผสมยางกับสารเคมีต่างๆ เข้าด้วยกัน มีลักษณะเป็นลูกกลิ้งสองลูกหมุนเข้าหากัน โดยใช้ความเร็วรอบที่แตกต่างกัน ลูกกลิ้งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 in ยาว 14 in ความเร็วลูกกลิ้งหน้า 21.4 rpm ความเร็วลูกกลิ้งหลัง 25.7 rpm มีอัตราส่วนความเร็วเท่ากับ 1:1.21 ผลิตโดยห้างหุ้นส่วนจำกัดชัยเจริญการช่าง ประเทศไทย ลักษณะเครื่องมือแสดงดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 เครื่องผสมยางสองลูกกลิ้ง (Two Roll Mill)

3.3.9 เครื่องผสมแบบปิด (Internal Mixer)

เครื่องผสมแบบปิด ประกอบด้วยโรเตอร์ 2 ตัว มีปริมาตรความจุของห้องผสมเท่ากับ 500 cm^3 ประกอบด้วยอุปกรณ์หลักคือ ห้องผสม เครื่องผลิตน้ำมันร้อนเพื่อควบคุมอุณหภูมิห้องผสมมีการควบคุมความร้อนด้วยตัวควบคุมอุณหภูมิ (thermostat) โดยตัวเครื่องเชื่อมต่อกับเครื่องรับสัญญาณข้อมูล (Data acquisition system) เพื่อวัดค่าทอร์กและอุณหภูมิของการผสม เป็นเครื่องมือสำหรับใช้เตรียมยางคอมพาวนด์ ซึ่งเครื่องผสมแบบปิดจัดเป็นอุปกรณ์ประเภท Torque Rheometer โดยเครื่องจะบันทึกกราฟที่แสดงลักษณะตามการเปลี่ยนแปลงของการผสมที่สำคัญ คือ กราฟระหว่างทอร์กกับเวลาและกราฟระหว่างอุณหภูมิกับเวลา เครื่องผสมแบบปิด รุ่น MX 500-D75L90 ผลิตโดยบริษัท CHAREONTUT Co., Ltd. ประเทศไทย ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ลักษณะของห้องผสมและ โรเตอร์ของเครื่องผสมแบบปิด (Internal Mixer)

3.3.10 เครื่องวัดความหนืด (Mooney Viscometer)

เครื่องสำหรับวัดความหนืดของยาง โดยวัดแรงบิดที่เกิดจากการหมุนของโรเตอร์ (rotor) ในยางด้วยความเร็วคงที่ 2 rpm ซึ่งเครื่องสามารถตั้งอุณหภูมิได้สูงสุด 180°C เครื่องรุ่น Visc Tech⁺ ผลิตโดยบริษัท Tech Pro Co., Ltd. ประเทศสหรัฐอเมริกา ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 เครื่องวัดความหนืด
(Mooney Viscometer)



รูปที่ 3.6 เครื่องทดสอบสมบัติการวัดคาโนเซชัน
(Moving Die Processability Tester)

3.3.11 เครื่องทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ (Moving Die Rheometer, MDR)

สำหรับทดสอบหาพฤติกรรมการวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์ ปรับอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 50-220°C เครื่องรุ่น Rheo TECH MD⁺ ผลิตโดยบริษัท Tech Pro Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.6

3.3.12 เครื่องอัดเบ้า (Compression Moulding)

เครื่องอัดโดยใช้แรงดันไฮดรอลิกแบบ 2 ชั้น ใช้สำหรับอัดยาง แผ่นอัดขนาด 15x15 in² เส้นผ่านศูนย์กลางกระบอกไฮดรอลิก 10 in สามารถกำหนดแรงดันสูงสุด 6000 lb/in² และปรับอุณหภูมิได้ถึง 399±10 °C ผลิตโดยห้างหุ้นส่วนจำกัดชัยเจริญการช่าง ประเทศไทย ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 เครื่องอัดเบ้า (Compression Moulding)

3.3.13 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Testing Machine)

เครื่องวัดแรงกดหรือแรงดึงขึ้นทดสอบ สามารถรับแรงได้สูงสุด 10 kN มี load cell ทำหน้าที่ในการแปลงสัญญาณจากค่าแรงที่ได้ผ่านวงจรอิเล็กทรอนิกส์ เป็นค่าแรงดึงหรือแรงกดในหน่วยนิวตัน สามารถตั้งความเร็วในการเคลื่อนที่ของหัวจับขึ้นทดสอบ 0.01 ถึง 1000 mm/min เครื่องรุ่น H 10KS เครื่องหมายการค้า Hounsfield ผลิตโดยบริษัท Hounsfield Test Equipment ประเทศอังกฤษ ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.8

3.3.14 เครื่องวัดความแข็ง (Digital Hardness Tester)

เครื่องวัดความแข็งดิจิตอลแบบชอร์ดูโรมิเตอร์ (Shore durometer, shore A) ใช้วัดความแข็งขึ้นทดสอบ โดยใช้แรงกดจากสปริง เครื่องรุ่น SA เครื่องหมายการค้า Toyo Seiki ประเทศญี่ปุ่น ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.8 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง
(Tensile Testing Machine)



รูปที่ 3.9 เครื่องวัดความแข็ง
(Digital Hardness Tester)

3.3.15 ตู้อบบ่มเร่งแบบหลายเซลล์ (Multi Cell Aging Oven)

ตู้อบอากาศร้อนจะมีลักษณะเป็นแบบช่อง (cell type) ซึ่งมีช่องไว้สำหรับใส่ตัวอย่าง 3 ช่อง โดยแต่ละช่องสามารถใส่ตัวอย่างได้ 8 ชิ้น สามารถควบคุมอุณหภูมิได้แม่นยำ $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ปรับระดับอุณหภูมิได้ตั้งแต่ $40-200^{\circ}\text{C}$ และควบคุมปริมาณของอากาศที่ไหลเข้าออกในแต่ละเซลล์ได้ตั้งแต่ $0.1-1.0$ L/min เครื่องรุ่น Elastocon AB เครื่องหมายการค้า Elastocon ผลิตโดยบริษัท Elastocon ประเทศสวีเดน ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 ตู้อบบ่มเร่งแบบหลายเซลล์
(Multi Cell Aging Oven)



รูปที่ 3.11 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม
อินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์
(Fourier Transform Infrared
Spectrophotometer, FT-IR)

3.3.16 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR)

เครื่องสำหรับศึกษาหมู่ฟังก์ชันหรือโครงสร้างของสแตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ โดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงรังสีอินฟราเรดที่มีความยาวคลื่นตั้งแต่ 2.5-25 μm ซึ่งมีเลขคลื่นในช่วง 4000-400 cm^{-1} เครื่องรุ่น Omnic ESP Magna-IR 560 Spectrometer ผลิตโดยบริษัท Nicolet Instrument Corporation Ltd. ประเทศสหรัฐอเมริกา ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.11

3.3.17 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

สำหรับศึกษาสมบัติด้านสัณฐานวิทยา เพื่อการกระจายตัวของสารเคมีในยาง เป็นกล้องที่ใช้แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบเทอร์มิออนิก (thermionic emission electron gun) มีกำลังขยายตั้งแต่ 20-25,000 เท่า มีระบบเลนส์เป็นแบบ electromagnetic lens มีหัวดักจับสัญญาณ (signal detectors) และส่วนแสดงภาพจอคอมพิวเตอร์ เครื่องรุ่น JSM-5410 เครื่องหมายการค้าคือ JEOL ผลิตโดยบริษัท Jeol Ltd. ประเทศญี่ปุ่น ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)



รูปที่ 3.13 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงพลวัต (Dynamic Mechanical Analyzer, DMA)

3.3.18 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงพลวัต (Dynamic Mechanical Analyzer, DMA)

เครื่องวิเคราะห์หาสมบัติเชิงพลวัต โดยระบบการทำงานของเครื่องสามารถปรับได้หลายรูปแบบภายใต้สภาวะการทดสอบต่างๆ ดังต่อไปนี้คือ ดึง (tension) กด (compression) เฉือน (shear) และ โค้งงอ (bending) มีช่วงอุณหภูมิการทดสอบ -190 ถึง 400 $^{\circ}\text{C}$ เครื่องรุ่น DMA 8000 ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.13

3.3.19 เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer, NMR)

เครื่องสำหรับศึกษาโครงสร้างโมเลกุลของสเตียรอยด์โรมาติกเอสเทอร์ โดยศึกษา $^1\text{H-NMR}$ ที่ความถี่ 500 MHz แปลผลเป็นค่า chemical shift มี TMS เป็นสารอ้างอิง และ CDCl_3 เป็นตัวทำละลาย เครื่องรุ่น Unity inova ชนิด 500 MHz ผลิตโดยบริษัท Varian ประเทศสหรัฐอเมริกา ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer, NMR)



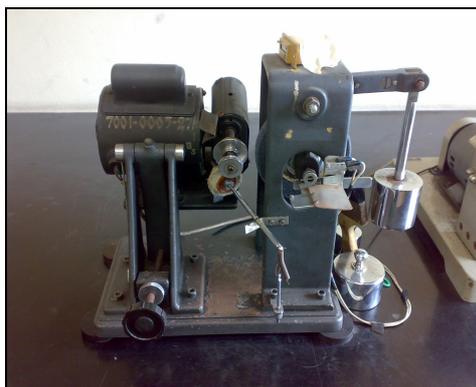
รูปที่ 3.15 เครื่องแมสสเปกโตรมิเตอร์ (Mass Spectrometer, MS)

3.3.20 เครื่องแมสสเปกโตรมิเตอร์ (Mass Spectrometer, MS)

เครื่องสำหรับศึกษาหาหน้าหนักโมเลกุลของสเตียรอยด์โรมาติกเอสเทอร์ โดยอ่านค่าสเปกตรัมของ m/z โดยใช้การแตกเป็นไอออนแบบ EI เครื่องรุ่น MAT 95 XL ผลิตโดยบริษัท Thermo Finnigan ประเทศเยอรมนี ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.15

3.3.21 เครื่องทดสอบความสึกหรอแบบอครอน (Akron Abrader)

เครื่องสำหรับทดสอบค่าการสึกหรอของยาง มีความเร็วในการหมุน 250 ± 5 rpm แผ่นหินขัดมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 cm หนา 2.5 cm หินขัดมีความหยาบเกรด A36-P5-V30 ระบาย การหมุนของยางกับหินขัด 15° หินขัดกดลงบนยาง โดยใช้น้ำหนัก 4.5 kg ผลิตโดยบริษัท H.W. Wallace Co., Ltd. ประเทศอังกฤษ ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.16



รูปที่ 3.16 เครื่องทดสอบความทนทานต่อการสึกหรอแบบอาครอน (Akron Abrader)



รูปที่ 3.17 เครื่องหาจุดหลอมเหลวแบบไฟฟ้า

3.3.22 เครื่องหาจุดหลอมเหลวแบบไฟฟ้า (Electronic Melting Point Apparatus)

เครื่องสำหรับศึกษาหาจุดหลอมเหลวของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ โดยบรรจุสารในหลอดคาปิลารี แสดงค่าอุณหภูมิที่สารหลอมที่หน้าปัดเครื่อง เครื่องรุ่น MPD 350 เครื่องหมายความการค้า Gallenkamp ประเทศอังกฤษ ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.17

3.3.23 เครื่องระเหยสารแบบหมุน (Rotary Evaporator)

เครื่องสำหรับระเหยตัวทำละลายที่เป็นของเหลวออกจากสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ เพื่อแยกตัวทำละลายที่ผสมอยู่ออกจากสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ เครื่องรุ่น R-200 เครื่องหมายความการค้า Buchi ผลิตโดยบริษัท Buchi ประเทศสวิสเซอร์แลนด์ ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.18

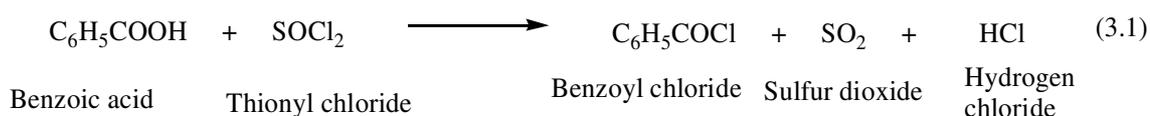


รูปที่ 3.18 เครื่องระเหยสารแบบหมุน (Rotary Evaporator)

3.4 การเตรียมสเตียรอยด์อะโรมาติกเอสเทอร์

3.4.1 การเตรียมเบนโซอิลคลอไรด์

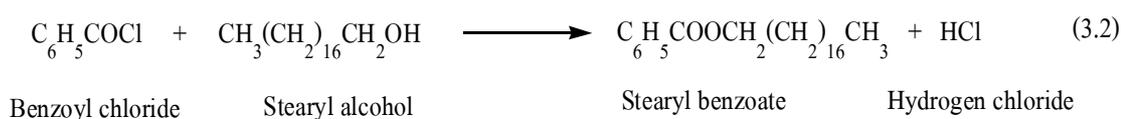
เบนโซอิลคลอไรด์เตรียมจากกรดเบนโซอิกทำปฏิกิริยากับไซโอไนลคลอไรด์ดังสมการที่ 3.1



บรรจุกรดเบนโซอิก (benzoic acid, 10 mmol) ในขวดก้นกลมแบบสามคอขนาด 100 mL ที่ต่ออยู่กับกรวยหยด คอนเดนเซอร์และหลอดบรรจุแคลเซียมคลอไรด์ เติมไซโอไนลคลอไรด์ที่กลั่นใหม่ (thionyl chloride, 20 mmol) จากกรวยหยดพร้อมกับกวนสารละลายด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก เมื่อเติมไซโอไนลคลอไรด์หมด ปรับอุณหภูมิสูงขึ้นทีละน้อย และตรวจสอบปฏิกิริยาทุกๆ 10 นาที เมื่อปฏิกิริยาสิ้นสุดซึ่งตรวจไม่พบสารตั้งต้นของกรดเบนโซอิก กลั่นไซโอไนลคลอไรด์ที่เหลือจากปฏิกิริยาออกที่อุณหภูมิ 67-68 °C และกลั่นต่อจะได้เบนโซอิลคลอไรด์ถูกกลั่นออกมาที่อุณหภูมิ 195-199 °C สารที่กลั่นได้นำไปทำปฏิกิริยาขั้นต่อไปทันที

3.4.2 การเตรียมสเตียรอยด์เบนโซเอตจากเบนโซอิลคลอไรด์

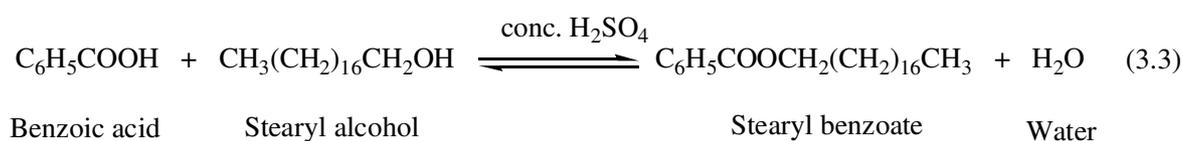
สเตียรอยด์เบนโซเอตเตรียมจากเบนโซอิลคลอไรด์ทำปฏิกิริยาโดยตรงกับสเตียรอยด์แอลกอฮอล์ ดังสมการที่ 3.2



บรรจุเบนโซอิลคลอไรด์ที่กลั่นใหม่ (benzoyl chloride, 10 mmol) และสเตียรอยด์แอลกอฮอล์ (stearyl alcohol, 10 mmol) ในขวดก้นกลมขนาด 100 mL พร้อมกับกวนที่อุณหภูมิ 80 °C ติดตามความก้าวหน้าของปฏิกิริยาด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบแผ่นบาง (Thin Layer Chromatography, TLC) ทุกๆ 10 นาที จนไม่ปรากฏสารตั้งต้นบนแผ่น TLC เทสารผสมลงในบีกเกอร์ขนาด 150 mL ขณะที่ยังร้อน ใช้น้ำกลั่น 30 mL กลั้วล้างขวดแล้วเทลงในบีกเกอร์ และกวนเพื่อล้างกรดออกจากสารผสม หลังจากนั้นนำไปแช่ในน้ำเย็นที่อุณหภูมิ 5 °C รอจนกระทั่งเห็นสารแยกตัวออกจากชั้นน้ำอย่างชัดเจน จึงแยกสารออกจากชั้นน้ำโดยการกรองแบบลดความดัน (suction filter) แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น 20 mL ได้สารเป็นของแข็งสีขาวของสเตียรอยด์เบนโซเอตที่ค่อนข้างบริสุทธิ์ ตรวจสอบจากข้อมูลเอฟทีไออาร์ (FTIR) และ โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ (¹H-NMR)

3.4.3 การเตรียมสเตียริลเบนโซเอตจากกรดเบนโซอิกโดยใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

การทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันโดยตรงระหว่างกรดและแอลกอฮอล์นั้น ส่วนมากมักจะใช้แอลกอฮอล์ขนาดโมเลกุลต่ำซึ่งเป็นของเหลวและใช้ปริมาณมากเกินไป เพื่อให้ปฏิกิริยาสมดุลเลื่อนไปทางผลิตภัณฑ์มากขึ้น และแอลกอฮอล์ซึ่งจุดเดือดต่ำสามารถแยกออกจากปฏิกิริยาได้ง่าย หรืออาจจะใช้การละลายน้ำของแอลกอฮอล์เพื่อแยกออกจากปฏิกิริยา แต่เนื่องจากสารตั้งต้นทั้งสเตียริลแอลกอฮอล์และกรดเบนโซอิกเป็นของแข็งทั้งคู่ การทำปฏิกิริยาจึงยากที่จะเลือกสารใดให้มีปริมาณมากเกินไป การทดลองจึงใช้วิธีการทำปฏิกิริยาโดยตรงระหว่างกรดเบนโซอิกและสเตียริลแอลกอฮอล์ในสภาวะหลอมของสารตั้งต้น แสดงดังสมการที่ 3.3 การทดลองมีการปรับปริมาณอัตราส่วนของสารตั้งต้น อุณหภูมิของปฏิกิริยา และปริมาณสารตัวเร่ง (conc. Sulfuric acid)



บรรจุสเตียริลแอลกอฮอล์ (stearyl alcohol, 10 mmol) เพิ่มอุณหภูมิพร้อมกับกวนจนหลอมเหลวหมด อุณหภูมิประมาณ 80 °C จากนั้นเติมกรดเบนโซอิก (benzoic acid, 10 mmol) กวนจนสารละลายเข้ากันหมด จึงค่อยๆ หยดสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (sulfuric acid) 1.5 mL ลงไปที่ละหยดอย่างช้าๆ รักษาอุณหภูมิให้สารผสมหลอมเหลวพร้อมกับกวนสารตลอดเวลา ติดตามความก้าวหน้าของปฏิกิริยาด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบแผ่นบาง (Thin Layer Chromatography, TLC) ทุกๆ 30 นาที จนปริมาณสารผลิตภัณฑ์บนแผ่น TLC ไม่มีการเปลี่ยนแปลง เทสารผสมลงในบีกเกอร์ขนาด 150 mL ขณะที่ยังร้อน ใช้น้ำกลั่น 30 mL กว้างแล้วเทลงในบีกเกอร์ และกวนเพื่อล้างกรดออกจากสารผสม หลังจากนั้นนำไปแช่ในน้ำเย็นที่อุณหภูมิ 5 °C รอจนกระทั่งเห็นสารแยกตัวออกจากชั้นน้ำอย่างชัดเจน จึงแยกสารออกจากชั้นน้ำโดยการกรองแบบลดความดัน (suction filter) แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น 20 mL

แยกกรดเบนโซอิกที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาออกจากสารผสม โดยทำการเติมสารละลายโซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต 10% ปริมาตร 30 mL ที่อุณหภูมิ 80 °C ลงในบีกเกอร์ขนาด 150 mL ที่ใส่สารผสมไว้แล้ว กวนโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำสารผสมไปแช่ในน้ำเย็นที่อุณหภูมิ 5 °C แล้วกรองแบบลดความดันเพื่อแยกสารออก ล้างด้วยน้ำกลั่น 20 mL อีกครั้ง แล้วนำสารที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 40 °C จนแห้ง

สเตียรอยด์แอลกอฮอล์ถูกแยกออกจากผลิตภัณฑ์สเตียรอยด์เบนโซเอต ด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีแบบลดแรงดัน (vacuum liquid chromatography, VLC) โดยบรรจุคอลัมน์ด้วย silica gel ชนิด GF-60 เกรด TLC และชะคอลัมน์ด้วยตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนและไดคลอโรมีเทนในอัตราส่วน 2:1 เมื่อระเหยตัวทำละลายออกก็จะได้สเตียรอยด์เบนโซเอตบริสุทธิ์ ตรวจสอบจากข้อมูล FTIR และ $^1\text{H-NMR}$ เปรียบเทียบข้อมูลกับสารตั้งต้นกรดเบนโซอิกและสเตียรอยด์แอลกอฮอล์ และนำเอสเทอร์ไปผสมในสูตรยางคอมพาวนด์ต่อไป

การหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสเตียรอยด์เบนโซเอต โดยศึกษาอุณหภูมิของปฏิกิริยาที่ 80, 100 และ 120 °C อัตราส่วนกรดเบนโซอิกต่อสเตียรอยด์แอลกอฮอล์ เป็น 1:1, 1:1.5 และ 1:2 อัตราส่วนตัวเร่ง กรดซัลฟิวริกเข้มข้นต่อกรดเบนโซอิก เป็น 5, 10, 15, 30, 40, 60, 70 และ 80% ของกรดเบนโซอิก นอกจากนี้ขั้นตอนการแยกกรดซัลฟิวริกซึ่งเป็นตัวเร่งออกจากสารผสมเมื่อเสร็จสิ้นปฏิกิริยา ได้ทดลองใช้คลอโรฟอร์มและเอทิลอะซิเตตเพื่อละลายสารระหว่างการสกัด ซึ่งต้องใช้ตัวทำละลายปริมาณสูงเป็น 3 เท่าของปริมาณสาร จึงไม่เหมาะกับการทดลองนี้ การล้างด้วยน้ำก็พอเพียงต่อการกำจัดกรดตัวเร่ง

3.4.4 การเตรียมสเตียรอยด์เบนโซเอตจากกรดเบนโซอิกโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างๆ

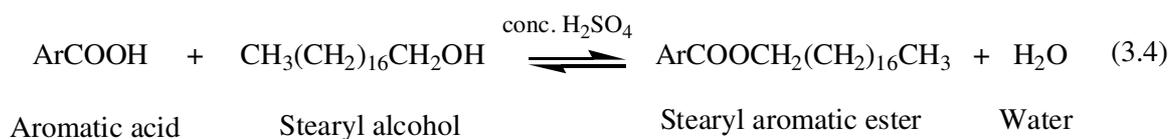
เนื่องจากสารตั้งต้นทั้งคู่เป็นของแข็ง การทดลองทำปฏิกิริยานอกจากสิ้นเปลืองตัวทำละลายแล้ว ยังไม่สามารถเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสมได้ ทำให้การใช้สารตัวเร่งชนิดที่เป็นของแข็งทำได้ยาก เนื่องจากเมื่อผสมลงในสารตั้งต้นที่อยู่ในสถานะหลอม จะทำให้เกิดการจับตัวเป็นก้อน ไม่สามารถกวนต่อไปได้ถึงแม้จะมีการเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นก็ตาม จึงได้ออกแบบตัวเร่งเป็นสารต่างๆที่เคยมีรายงานการใช้เป็นตัวเร่งในปฏิกิริยาการเตรียมเอสเทอร์ ละลายในตัวทำละลายกรดซัลฟิวริก ปริมาณสูงสุด แล้วจึงนำมาใช้เป็นตัวเร่ง โดยกำหนดปริมาณกรดซัลฟิวริกที่ 15% เทียบกับกรดเบนโซอิก ตารางที่ 3.5 แสดงเฉพาะสารตัวเร่งที่ให้ผลผลิตจากปฏิกิริยามากกว่า 50% และสามารถละลายได้ดีในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น

ตารางที่ 3.5 สารตัวเร่งที่ใช้ในการเตรียมสเตียรอยด์เบนโซเอต

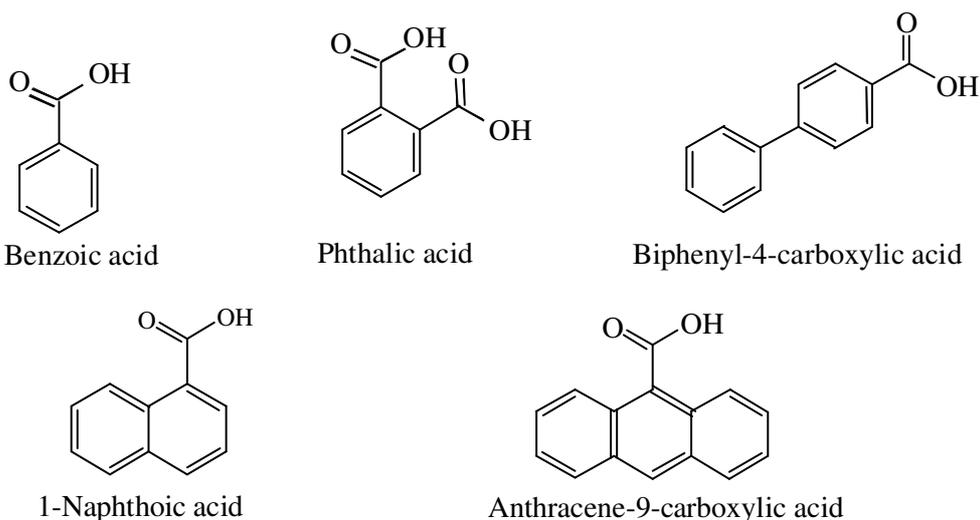
Catalyst	Amount (g)/conc. H_2SO_4 1 mL
Tin (II) chloride (SnCl_2)	0.056
Zinc chloride (ZnCl_2)	0.146
Cobalt (II) chloride (CoCl_2)	0.201
Aluminium hydroxide ($\text{Al}(\text{OH})_3$)	0.103
Titanium (IV) oxide (TiO_2)	0.081

3.4.5 การเตรียมสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์

การเตรียมสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์จากสเตียริลแอลกอฮอล์และกรดอะโรมาติกชนิดต่างๆ อัตราส่วน 1:1 โดยโมล (ยกเว้นในกรณีของ phthalic acid ที่ใช้อัตราส่วน 1:2 และ anthracene-9-carboxylic acid ใช้ 1:1.5 โดยโมล) โดยมีกรดซัลฟิวริกเข้มข้นเป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยา 15% โดยน้ำหนักเทียบกับกรดอะโรมาติก และทำที่สภาวะหลอมเหลวของสารผสม แสดงปฏิกิริยาดังสมการที่ 3.4

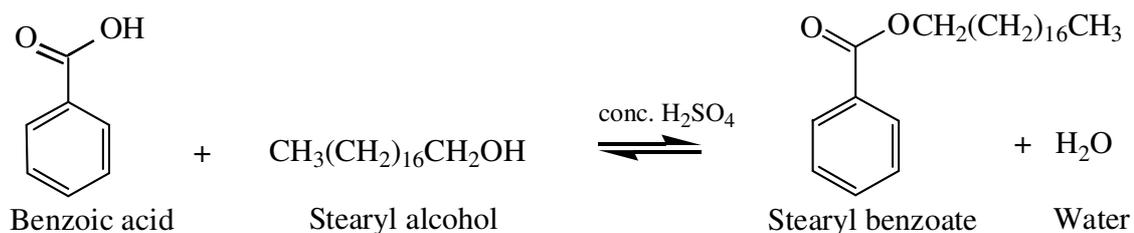


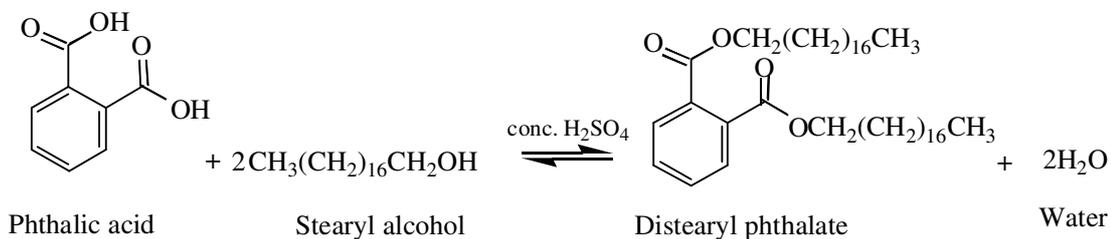
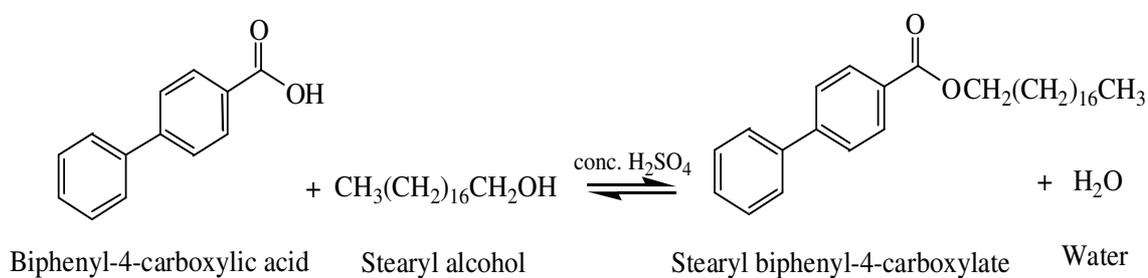
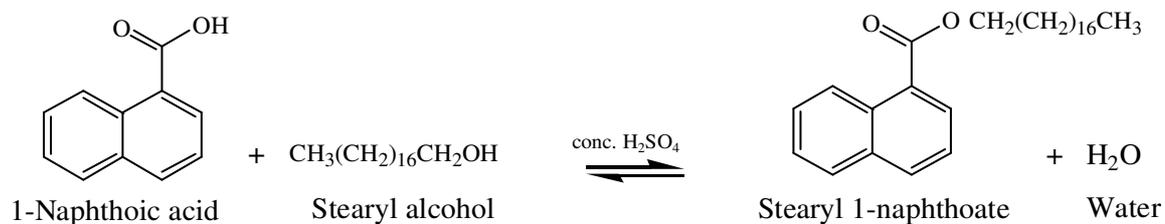
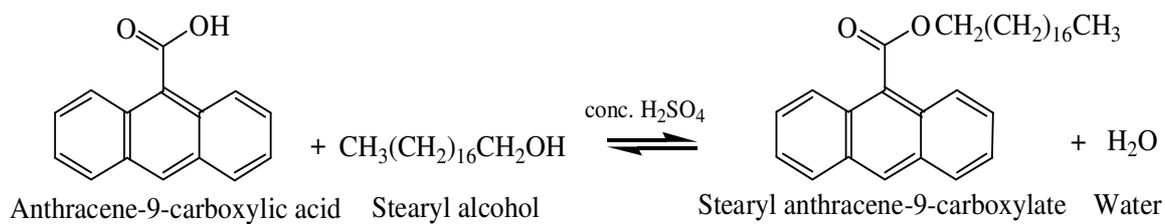
กรดอะโรมาติกที่ใช้ในการศึกษาได้แก่สารประกอบต่อไปนี้



สมการแสดงปฏิกิริยาการเตรียมสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์

Stearyl benzoate (SB)



Distearyl phthalate (DP)**Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC)****Stearyl 1-naphthoate (SN)****Stearyl anthracene-9-carboxylate (SAC)**

ในการเตรียมสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ โดยใช้สภาวะของปฏิกิริยาตามตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 สภาวะที่ใช้ศึกษาในปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์

Stearyl aromatic ester	Reaction temperature (°C)	Time (hrs)
Stearyl benzoate (SB)	80±2	3
Distearyl phthalate (DP)	80±2	3
Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC)	90±2	3
Stearyl 1-naphthoate (SN)	90±2	3
Stearyl anthracene-9-carboxylate (SAC)	100±2	6

3.4.6 การทำสารให้บริสุทธิ์ด้วยวิธี VLC (Vacuum liquid chromatography)

ก. การบรรจุผงซิลิกา (Silica powder 60 GF₂₅₄) ลงใน sinter glass

ต่อชุดอุปกรณ์คอลัมน์โครมาโตกราฟี ดังรูปที่ 3.2 แล้วเติมผงซิลิกา 15 g ลงใน sinter glass ขนาด 30 mL เคาะรอบๆ sinter glass เบาๆ เพื่อให้ผงซิลิกาเรียงตัวกันอย่างแน่น จากนั้นลดแรงดันในระบบด้วย aspirator จะทำให้ผงซิลิกาให้เรียงตัวกันอย่างแน่นมากขึ้น ทำการกดและเกลี่ยบริเวณผิวหน้าให้เรียบและสม่ำเสมอทั่วกันด้วย spatula ชะคอลัมน์ด้วยตัวทำละลายเฮกเซน 100 mL รอจนตัวทำละลายแห้ง แต่งผิวหน้าให้เรียบสม่ำเสมอ

ข. การเตรียมตัวอย่าง

สารตัวอย่างที่ได้จากปฏิกิริยา 1.00 g ละลายด้วยตัวทำละลายคลอโรฟอร์ม 30 mL ในขวดก้นกลมขนาด 100 mL จนสารละลายหมด ผสมผงซิลิกาลงในขวดก้นกลมโดยใช้อัตราส่วน 1:1 โดยน้ำหนักของสารตัวอย่าง เขย่าให้เข้ากัน นำไประเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยสารแบบลดความดัน จะได้สารที่มีลักษณะเป็นผงร่วมกับผงซิลิกา (กรณีแยกสารปริมาณมากใช้ sinter glass ขนาดใหญ่ขึ้น)

ค. การแยกสารออกจากคอลัมน์

ลดแรงดันในระบบ VLC ด้วย aspirator ถ่ายสารตัวอย่างที่เตรียมได้จากข้อ ข. ลงในคอลัมน์ที่เตรียมได้จากข้อ ก. แล้วเกลี่ยสารตัวอย่างให้ทั่วและสม่ำเสมอ วางกระดาษกรองทับบนผิวหน้า เติมตัวทำละลายเฮกเซนอย่างต่อเนื่อง ตัวทำละลายจะถูกดูดลงในขวดก้นกลมด้านล่าง เปลี่ยนตัวทำละลายเป็นตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซน:ไดคลอโรมีเทน ตามระบบที่เหมาะสมดังตารางที่ 3.7 เก็บสารละลายที่ไหลลงขวดก้นกลมขนาด 100 mL ครั้งละ 20-30 mL ตรวจสอบสารแต่ละขวดด้วยเทคนิค TLC สารประกอบชนิดเอสเทอร์เกิดการเรืองแสงภายใต้แสงยูวี เมื่อนำแผ่น

TLC ถ้าข้อมลี่ด้วยสารละลายวานิลิน 1% ในกรดซัลฟิวริกและให้ความร้อน จะปรากฏจุดสีน้ำตาลของสารประกอบทุกตัวรวมทั้งสเตียริลแอลกอฮอล์ที่ไม่เรืองแสงยูวี รวมขวดสารที่เป็นผลิตภัณฑ์สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ เมื่อนำไปประเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยแบบลดความดันจะได้ของแข็งสีขาวของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ นำไปศึกษาข้อมูลทางกายภาพต่างๆ เพื่อพิสูจน์โครงสร้าง และนำไปผสมในสูตรยางคอมพาวนด์ต่อไป

ตารางที่ 3.7 ระบบของตัวทำละลายที่ใช้ในการตรวจสอบสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ด้วยเทคนิค TLC

System of solvent	Ratio	System of stearyl aromatic ester	R _f
Hexane : CH ₂ Cl ₂	1:1	Stearyl benzoate (SB)	0.63
		Distearyl phthalate (DP)	0.65
		Stearyl alcohol	0.25
Hexane : CH ₂ Cl ₂	2:1	Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC)	0.47
		Stearyl 1-naphthoate (SN)	0.51
		Stearyl alcohol	0.29
Hexane : CH ₂ Cl ₂	9:1	Stearyl anthracene-9-carboxylate (SAC)	0.72
		Stearyl alcohol	0.15

ค่า R_f คือ ระยะทางที่สารตัวอย่างเคลื่อนที่ (cm)/ระยะทางที่ตัวทำละลายเคลื่อนที่ (cm)

ง. การคำนวณเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ (% purify yield)

$$\%Yield = \frac{\text{weight from experiment of ester (g)}}{\text{weight from theory of ester (g)}} \times 100$$

3.4.7 การพิสูจน์โครงสร้างและศึกษาสมบัติของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์

ก. การพิสูจน์โครงสร้างของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ด้วยข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี

การพิสูจน์โครงสร้างทางเคมีของสารช่วยแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ โดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR) เตรียมตัวอย่างแบบ KBr disc เทคนิคโปรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy, ¹H-NMR) ใช้ตัวทำละลายคลอโรฟอร์ม (CDCl₃) เป็นตัวทำละลาย และ TMS เป็นสารอ้างอิง

ข. การหาจุดหลอมเหลวของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์

ทดสอบหาจุดหลอมเหลวของสารช่วยแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติก โดยใช้เครื่องหาจุดหลอมเหลวไฟฟ้า

ค. การหาน้ำหนักโมเลกุลของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์

พิสูจน์น้ำหนักโมเลกุลของสารช่วยแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ โดยใช้แมสสเปกโทรสโกปีชนิดแตกไอออนด้วยลำอิเล็กตรอน (Electron Impact Mass Spectroscopy, EIMS)

3.5 ยางคอมพาวนด์

3.5.1 การเตรียมยางคอมพาวนด์

การเตรียมคอมพาวนด์ยางธรรมชาติด้วยเครื่องผสมแบบปิด ใช้ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm fill factor เท่ากับ 0.70 ผสมที่อุณหภูมิ 70 °C โดยใช้สารปริมาณต่างๆ แสดงดังตารางที่ 3.8 และมีขั้นตอนการคอมพาวนด์ยาง แสดงดังตารางที่ 3.9 หลังจากนั้นจึงผสมสารวัลคาไนซ์บนเครื่องผสมสองลูกกลิ้ง

ตารางที่ 3.8 สูตรที่ใช้ในการเตรียมยางคอมพาวนด์ (ดัดแปลงจาก ASTM D3184)

Ingredients	Quantity (phr)
Natural rubber (RSS#3)	100
Stearic acid	2
ZnO	5
TBBS	0.7
HAF (N-330)	50
Processing aids*	5
Sulphur	2.25
Antioxidant**	1.5

*Processing aids : Aromatic oil (AO), Stearyl benzoate (SB), Distearyl phthalate (DP),

Stearyl biphenyl-4- carboxylate (SBC) และ Stearyl 1-naphthoate (SN) ส่วน Stearyl anthracene-9-carboxylate (SAC) ไม่นำมาใช้เนื่องจากสังเคราะห์ได้น้อยมาก

**Antioxidant : (N-(1,3-dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylenediamine, 6PPD)

ตารางที่ 3.9 ลำดับขั้นตอนการผสมยางกับสารเคมี

Mixing steps	Ingredient	Mixing time (min)
1. internal mixer	Natural rubber	1
	TBBS	0.5
	ZnO	0.5
	Stearic acid + N-330 + Processing aid + Antioxidant *	3
	Stearic acid + N-330 + Processing aid + Antioxidant *	3
2. two roll mill	Sulphur	2
	Total	10

* แบ่งสารเป็น 2 ส่วนเท่าๆ กัน เพื่อให้การผสมเข้ากับยางได้เป็นอย่างดี

3.5.2 การศึกษาอิทธิพลของชนิดสารช่วยในการแปรรูปสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ต่อสมบัติ ก่อนและหลังวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์

ศึกษาการใช้งานของสารช่วยในการแปรรูป (processing aids) ที่เตรียมทั้ง 4 ชนิดคือ Stearyl benzoate (SB), Distearyl phthalate (DP), Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC) และ Stearyl 1-naphthoate (SN) โดยใช้สภาวะการเตรียมที่มีปริมาณผลิตภัณฑ์สูงกว่า 80% จากการทดลองในข้อ 3.4 และเปรียบเทียบกับการใช้น้ำมันอะโรมาติก (DAE) และไม่น้ำมัน ซึ่งมีกระบวนการในการทดลองดังนี้

3.5.2.1 นำสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ทั้ง 4 ชนิด มาใช้เป็นสารช่วยในการแปรรูปในยางคอมพาวนด์ในปริมาณ 5 phr โดยมีขั้นตอนในการเตรียมยางคอมพาวนด์ ในข้อที่ 3.5.1

3.5.2.2 นำยางคอมพาวนด์ที่ใช้สูตรตามตารางที่ 3.8 โดยไม่ใช้สารต้านการเสื่อม (antioxidant, 6PPD) ไปทดสอบสมบัติก่อนการวัลคาไนซ์ได้แก่ พลังงานที่ใช้ในการผสม อุณหภูมิที่ใช้ในการผสม ค่าการคลายตัวของความเค้น และความหนืดมูนนี้

3.5.2.3 นำยางคอมพาวนด์ที่ได้จากข้อที่ 3.5.2.1 ไปทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 60 mins ด้วยเครื่อง MDR

3.5.2.4 นำยางคอมพาวนด์ที่ได้จากข้อ 3.5.2.1 ไปขึ้นรูปด้วยกระบวนการ compression molding ที่อุณหภูมิ 150 °C ตามเวลา (t_{c90}) ที่ได้จากการทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ในข้อที่

3.5.2.3

3.5.2.5 นำยางวัลคาไนซ์ที่ได้จากข้อที่ 3.5.2.4 ไปทดสอบสมบัติหลังการวัลคาไนซ์ ได้แก่ ความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืดจนขาด ความต้านทานต่อการฉีกขาด ความแข็ง สมบัติโมดูลัส การเสียวรูปเนื่องจากการกด ความต้านทานต่อการเสื่อม ความทนทานต่อการสึกหรอ สมบัติเชิงกลพลวัตและลักษณะสัญญาณวิทยา

3.5.3 การศึกษาอิทธิพลของการใช้สารต้านการเสื่อมต่อสมบัติก่อนและหลังวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์

ศึกษาอิทธิพลของการใช้สารต้านการเสื่อม (antioxidant, 6PPD) ต่อสมบัติก่อนและหลังการวัลคาไนซ์ ของยางคอมพาวนด์ โดยสารต้านการเสื่อมเนื่องจากเมื่อพิจารณาถึงการใช้งานจริงของสารช่วยในการผสมชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ พบว่าในสูตรยางส่วนใหญ่จะมีการใช้สารต้านการเสื่อม ดังนั้นจึงศึกษาผลของสารต้านการเสื่อมต่อการช่วยในการผสมชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ในยางคอมพาวนด์ ซึ่งมีกระบวนการในการทดลองดังนี้

3.5.3.1 เตรียมยางคอมพาวนด์ตามขั้นตอนในข้อ 3.4 ตามสูตรในตารางที่ 3.8 และใช้ 6PPD ปริมาณ 1.5 phr และ Stearyl benzoate (SB) เป็นสารช่วยในการแปรรูปในกลุ่มสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์

3.5.3.2 นำยางคอมพาวนด์ที่ได้จากข้อ 3.5.3.1 ไปทดสอบสมบัติก่อนการวัลคาไนซ์ของยาง ได้แก่ พลังงานที่ใช้ในการผสม อุณหภูมิที่ใช้ในการผสม ค่าการคลายตัวของความเค้น และความหนืดมูนนี้

3.5.3.3 นำยางคอมพาวนด์ที่ได้จากข้อที่ 3.5.3.1 ไปทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 60 mins ด้วยเครื่อง MDR

3.5.3.4 นำยางคอมพาวนด์ที่ได้จากข้อ 3.5.3.1 ไปขึ้นรูปด้วยกระบวนการ compression molding ที่อุณหภูมิ 150 °C ตามเวลา (t_{c90}) ที่ได้จากการทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ในข้อที่ 3.5.3.3

3.5.3.5 นำยางวัลคาไนซ์ที่ได้จากข้อที่ 3.5.3.4 ไปทดสอบสมบัติหลังการวัลคาไนซ์ ได้แก่ ความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืดจนขาด ความต้านทานต่อการฉีกขาด ความแข็ง สมบัติโมดูลัส การเสียวรูปเนื่องจากการกด ความต้านทานต่อการเสื่อม ความทนทานต่อการสึกหรอ และสมบัติเชิงกลพลวัต

3.5.4 การศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่ไม่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ (Crude stearyl benzoate, crude SB)

ศึกษาความเป็นไปได้ในการนำสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์มาใช้งาน โดยศึกษาเปรียบเทียบสมบัติทั้งก่อนและหลังการวัลคาไนซ์ของยางระหว่างการใส่ stearyl benzoate

(SB) กับ crude stearyl benzoate (crude SB) เนื่องจากการใช้ crude stearyl benzoate (crude SB) มีต้นทุนของการสังเคราะห์ต่ำกว่า stearyl benzoate (SB) และไม่จำเป็นจะต้องผ่านกระบวนการเพื่อให้สารบริสุทธิ์ ซึ่งมีความซับซ้อนและใช้ต้นทุนสูง โดยมีกระบวนการทดลองดังนี้

3.5.4.1 เตรียมขางคอมพาวนด์ตามขั้นตอนในข้อที่ 3.4 ตามสูตรในตารางที่ 3.8 โดยใช้ stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) เป็นสารช่วยในการแปรรูปในกลุ่มสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์และไม่ใช้ 6PPD

3.5.4.2 นำขางคอมพาวนด์ที่ได้จากข้อที่ 3.5.4.1 ไปทดสอบสมบัติก่อนการวัลคาไนซ์ของขางคอมพาวนด์ ได้แก่ พลังงานที่ใช้ในการผสม อุณหภูมิที่ใช้ในการผสม ค่าการคลายตัวของความเค้น และความหนืดมุนนี้

3.5.4.3 นำขางคอมพาวนด์ที่ได้จากข้อที่ 3.5.4.1 ไปทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 60 mins ด้วยเครื่อง MDR

3.5.4.4 นำขางคอมพาวนด์ที่ได้จากข้อที่ 3.5.4.1 ไปขึ้นรูปด้วยกระบวนการ compression molding ที่อุณหภูมิ 150 °C ตามเวลา (t_{c90}) ที่ได้จากการทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ในข้อที่ 3.5.4.3

3.5.4.5 นำขางวัลคาไนซ์ที่ได้จากข้อที่ 3.5.4.4 ไปทดสอบสมบัติหลังการวัลคาไนซ์ ได้แก่ ความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืดจนขาด ความต้านทานต่อการฉีกขาด ความแข็ง สมบัติโมดูลัส การเสียรูปเนื่องจากการกด ความต้านทานต่อการเสียม ความทนทานต่อการสึกหรอ และสมบัติเชิงกลพลวัต

3.6 การทดสอบสมบัติต่างๆ

3.6.1 การทดสอบสมบัติต่างๆ ของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์

3.6.1.1 การทดสอบสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ด้วยเทคนิค TLC

หยดสารละลายของสารตัวอย่างที่ต้องการแยกบนแผ่นอลูมิเนียมที่แอลซี แล้วนำไปจุ่มในภาชนะที่บรรจุตัวทำละลายที่เป็นเฟสเคลื่อนที่ไว้ โดยให้ระดับของตัวทำละลายต้องอยู่ต่ำกว่าระดับของจุดที่หยดสารตัวอย่างไว้ ตัวทำละลายจะซึมไปตามเฟสอยู่กับที่ด้วยการซึมตามรูเล็กเหมือนกับน้ำที่ซึมไปในกระดาษหรือผ้า เมื่อซึมถึงจุดที่หยดสารตัวอย่างไว้ ตัวทำละลายจะระเหอองค์ประกอบในสารผสมนั้นไปด้วยอัตราเร็วที่แตกต่างกัน ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับสภาพมีขั้ว (polarity) ของสารที่เป็นองค์ประกอบกับสารที่เป็นตัวทำละลาย ถ้าสารเป็นโมเลกุลมีขั้ว (polar molecules) จะเคลื่อนที่ได้ช้าบนตัวดูดซับ แต่ถ้าสารเป็นโมเลกุลไม่มีขั้ว (non-polar molecules) จะเคลื่อนที่ได้เร็วบนตัวดูดซับ และตัวทำละลายที่มีขั้วต่ำจะสามารถชะสารที่มีขั้วต่ำได้ แต่สารที่มีขั้วสูงจะถูกชะ

ได้ด้วยตัวทำละลายที่มีขั้วสูง การใช้ตัวทำละลายผสมจึงสามารถเพิ่มความเป็นขั้วของตัวทำละลายได้ตามความเหมาะสมของสารผสมที่ต้องการศึกษา ทำให้สามารถแยกสารผสมออกจากกันได้ เทคนิค TLC นอกจากจะใช้เพื่อตรวจสอบชนิดและความบริสุทธิ์ของสารแล้ว ยังใช้เพื่อตรวจหา ระบบตัวทำละลายที่เหมาะสมในการแยกสารด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟีอีกด้วย

3.6.1.2 การทดสอบหาจุดหลอมเหลวของสเตียรอยด์โรมาติกเอสเทอร์

โดยบรรจุสารตัวอย่างลงในหลอดแคปิลลารีให้สูงประมาณ 2-3 mm แล้วนำไปหาจุดหลอมเหลวด้วยเครื่องหาจุดหลอมเหลวแบบไฟฟ้า

3.6.1.3 การพิสูจน์โครงสร้างทางเคมีของสเตียรอยด์โรมาติกเอสเทอร์ ด้วยเครื่อง

FT-IR

ผสมสารตัวอย่าง 0.5 mg กับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) 100 mg บดผสมให้สารเคมีทั้งสองชนิดมีอนุภาคเล็กและเข้ากันอย่างทั่วถึง แล้วนำไปอัดด้วยเครื่องอัดจนได้แผ่นฟิล์มบางที่โปร่งใส ก่อนนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ในช่วงเลขคลื่น 400-4000 cm^{-1}

3.6.1.4 การพิสูจน์โครงสร้างทางเคมีของสเตียรอยด์โรมาติกเอสเทอร์ด้วยเครื่อง NMR

ละลายสารตัวอย่าง 10 mg ด้วยตัวทำละลายดีวเทอโรคลอโรฟอร์ม (CDCl_3) ที่มี TMS เป็นสารอ้างอิง 0.6 mL บันทึกสัญญาณโปรตอนระหว่าง 0-9 ppm ด้วยเครื่อง NMR ชนิดความถี่ 500 MHz

3.6.1.5 การหาน้ำหนักโมเลกุลของสเตียรอยด์โรมาติกเอสเทอร์ด้วยเครื่อง MS

บรรจุสารตัวอย่าง 3 mg ลงในหลอดแก้วแล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง MS ชนิดแตกไอออนด้วยลำอิเล็กตรอน (Electron Impact Mass Spectroscopy, EIMS) แบบ low resolution วิเคราะห์สัญญาณของ m/z

3.6.2 การทดสอบสมบัติก่อนการวัลคาไนซ์

3.6.2.1 การทดสอบหาค่าความถ่วงจำเพาะ (Specific Gravity)

ความถ่วงจำเพาะเป็นสมบัติที่สามารถบอกถึงความสม่ำเสมอของการผสม และเป็นสมบัติที่มีความสำคัญต่อการวิเคราะห์ผลของการทดสอบหลายประเภท ในงานวิจัยนี้ทำการทดสอบด้วยเครื่อง density gravitometer โดยนำชิ้นทดสอบมีขนาดประมาณสี่ตารางเซนติเมตรเสียบเข้ากับเข็มเสียบตัวอย่าง ชั่งน้ำหนักของตัวอย่างในอากาศและในน้ำ กรณีนี้ชิ้นตัวอย่างมีน้ำหนักเบากว่าน้ำจะต้องถ่วงด้วยตุ้มน้ำหนัก เพื่อถ่วงให้ยางจมน้ำ คำนวณค่าจากสมการที่ 3.5

$$\text{จากสูตร} \quad \text{ความถ่วงจำเพาะ} = \frac{W_1}{(W_1 + W_2) - W_3} \quad (3.5)$$

โดยที่ W_1 คือ น้ำหนักที่ชั่งในอากาศ (g)

W_2 คือ น้ำหนักของค้อนน้ำหนัก (g)

W_3 คือ น้ำหนักยาง + ค้อนน้ำหนักที่ชั่งในน้ำ (g)

3.6.2.2 การทดสอบหาค่าความเหนียวนี้และค่า stress relaxation ของยางคอมพาวนด์

การทดสอบหาค่าความเหนียวนี้ยางคอมพาวนด์และค่า stress relaxation ในสูตรต่างๆ โดยใช้เครื่อง Mooney viscometer ตามมาตรฐาน ASTM D1646-99 ทำการทดสอบโดยใช้โรเตอร์ขนาดใหญ่ ใช้เวลาในการอุ่นยาง 1 min เดินเครื่อง 4 mins ที่อุณหภูมิ 100 °C แล้วอ่านค่าได้ ML 1+4, 100 °C โรเตอร์จะหยุดหมุน ติดตามค่าทอร์คที่ลดลงเป็นเวลา 4 mins พิจารณาความชันของกราฟจากความสัมพันธ์ระหว่างค่า log ของทอร์ค กับ log ของเวลา จะเป็นค่า stress relaxation ของยางคอมพาวนด์

3.6.2.3 การทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์

การทดสอบยางผสมสารเคมีด้วยเครื่อง rheo TECH MDR ที่อุณหภูมิ 150 °C มุมบิด 1° หาค่าแรงบิดต่ำสุด (Minimum torque, M_L) แรงบิดสูงสุด (Maximum torque, M_H) ที่เกิดจากการเลื่อนระหว่างยางกับด้าย ช่วงเวลาที่สามารถแปรรูปได้ (Scorch time, t_{S1}) เวลาในการวัลคาไนซ์ (Cure time, t_{C90}) และดัชนีอัตราการสุก (Cure rate index, CRI) ตามมาตรฐาน ASTM D5289 คำนวณได้จากสมการที่ 3.6

$$\text{จากสูตร} \quad \text{CRI} = \frac{100}{(t_{C90} - t_{S1})} \quad (3.6)$$

โดยที่ t_{S1} คือ เวลาเป็นนาทีจากจุดเริ่มต้นที่ทำให้แรงบิดสูงขึ้น 1 lb.in (dN.m) จากค่า แรงบิดต่ำสุด

t_{C90} คือ เวลาเป็นนาทีที่ค่าแรงบิดเท่ากับ $M_L + 90[M_H - M_L]/100$

3.6.3 การทดสอบสมบัติเชิงกล (Mechanical Properties)

3.6.3.1 สมบัติโมดูลัส ความต้านทานต่อแรงดึง และความสามารถในการยืด

เตรียมชิ้นตัวอย่างความต้านทานต่อแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D 412 โดยใช้ชิ้นตัวอย่างเป็นรูปคัมเบล (dumb-bell) Die type C ขนาดความยาว 115 mm กว้าง 6 ± 0.4 mm หนาไม่ต่ำกว่า 1.5 mm แต่ไม่เกิน 3 mm วัดความหนา 3 จุด ใช้ค่ากลางของข้อมูล (median) เป็นความหนาของชิ้นตัวอย่างที่ทดสอบ แล้วนำชิ้นตัวอย่างไปทดสอบด้วยเครื่อง Tensile Testing Machine ที่อัตราเร็วในการดึงเท่ากับ 500 mm/min อ่านแรงที่ทำให้ชิ้นตัวอย่างยืดได้ 300 เปอร์เซ็นต์ แรงที่ใช้

ดึงขึ้นตัวอย่างจนขาด และระยะยืดของยางจนขาด นำค่าแรงที่ได้มาคำนวณค่า 300 เปอร์เซนต์มอดูลัส (300% Modulus), ความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile strength) ของยาง โดยรายงานผลเป็นแรงดึงต่อพื้นที่หน้าตัด (N/mm^2 หรือ MPa) และคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การยืดจนขาด (Elongation at break) ของยาง ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.7-3.9

$$\text{จากสูตร } 300\% \text{ Modulus (MPa)} = \frac{F_{300}}{A} \quad (3.7)$$

โดยที่ F คือ แรงดึงขณะยางยืดได้ 300 เปอร์เซนต์ ของระยะยืดเดิม (N)

A คือ พื้นที่หน้าตัด เริ่มต้นของชิ้นตัวอย่าง (mm^2)

$$\text{จากสูตร } \text{Tensile Strength (MPa หรือ } \text{N/mm}^2) = \frac{F}{A} \quad (3.8)$$

โดยที่ F คือ แรงดึงสูงสุดขณะชิ้นตัวอย่างขาด (N)

A คือ พื้นที่หน้าตัด เริ่มต้นของชิ้นตัวอย่าง (mm^2)

$$\text{จากสูตร } \text{Elongation at Break (\%)} = \frac{[L_1 - L_0]}{L_0} \times 100 \quad (3.9)$$

โดยที่ L_0 คือ ระยะห่างระหว่าง gauge length เริ่มต้น (2 cm)

L_1 คือ ระยะห่างระหว่าง gauge length ที่จุดขาด (cm)

3.6.3.2 ความต้านทานต่อการฉีกขาด (Tear Strength)

เตรียมชิ้นตัวอย่างความต้านทานต่อการฉีกขาดตามมาตรฐาน ASTM D 624 โดยใช้ชิ้นตัวอย่างเป็นแบบมุม (Die type B) มีความหนา 2 ± 0.2 mm วัดความหนา 3 จุด ใช้ค่ากลางของข้อมูล (median) เป็นความหนาของชิ้นตัวอย่างที่ทดสอบ แล้วนำชิ้นตัวอย่างไปทดสอบด้วยเครื่อง Tensile Testing Machine ที่อัตราเร็วในการดึงเท่ากับ 500 mm/min อ่านแรงดึงสูงสุดที่ทำให้ยางขาด ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.10

$$\text{จากสูตร } \text{Tear strength (N/mm)} = \frac{F}{d} \quad (3.10)$$

โดยที่ F คือ แรงดึงขึ้นทดสอบขาด (N)

d คือ ความหนาของชิ้นทดสอบ (mm)

3.6.3.3 การทดสอบสมบัติความแข็ง (Hardness)

การทดสอบสมบัติด้านความแข็งตามมาตรฐาน ASTM D 2240 โดยใช้ Durometer แบบ Shore A ตัวอย่างที่ทดสอบชิ้นตัวอย่างมีความหนาประมาณ 8 mm กดให้เป็นของเครื่องทดสอบสัมผัสกับหน้ายางโดยตลอด ทำการวัด 5 จุด ใช้ค่ากลางของข้อมูล (median) เป็นความแข็งของชิ้นตัวอย่างที่ทดสอบ

3.6.3.4 การทดสอบการเสียรูปเนื่องจากการกด (Compression Set)

การทดสอบการเสียรูปเนื่องจากการกด ตามมาตรฐาน ASTM D395 โดยมีวิธีการทดสอบคือ เตรียมชิ้นตัวอย่างมีลักษณะเป็นแท่งทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 29 ± 0.5 mm หนา 12.5 ± 0.5 mm นำมากดอัดให้ผิดรูป 25 เปอร์เซ็นต์ของความหนาเดิม โดยวัดความหนาก่อนทดสอบบริเวณกึ่งกลางของยางวัลคาไนซ์ 3 ตำแหน่ง ด้วยไมโครมิเตอร์ ใช้ค่ากลางของข้อมูล (median) เป็นความหนาของชิ้นตัวอย่าง แล้วนำเข้าสู่ตู้อบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 22 hrs เมื่อครบกำหนดเอาขางออกจากตู้อบและเครื่องกดอัดและวางไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 mins แล้ววัดความหนาของยางบริเวณกึ่งกลาง 3 ตำแหน่งอีกครั้ง แล้วคำนวณผลดังสมการที่ 3.11

$$\text{จากสูตร } \text{Compression set} = \frac{(t_0 - t_1)}{(t_0 - t_n)} \times 100 \quad (3.11)$$

โดยที่ t_0 คือ ความหนาของชิ้นตัวอย่างก่อนอบ (mm)

t_1 คือ ความหนาของชิ้นตัวอย่างหลังอบ (mm)

t_n คือ ความหนาของแผ่นกั้น (mm)

3.6.3.5 การทดสอบความทนทานต่อการสึกหรอ (Akron Abrasion Resistance)

การทดสอบความทนทานต่อการสึกหรอ ตามมาตรฐาน B.S. 903 : Part A (1988) โดยเตรียมชิ้นตัวอย่างมีลักษณะเป็นทรงกลม เส้นผ่านศูนย์กลาง 63.5 mm ตรงกลางมีรูขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 12.7 mm ซึ่งนำหนักเดิมของชิ้นตัวอย่าง แล้วนำไปทดสอบด้วยเครื่อง Akron Abrader โดยให้เครื่องทดสอบหมุนให้ครบ 500 รอบ นำชิ้นตัวอย่างไปชั่ง คำนวณหาปริมาตรของยางที่หายไป แล้วนำไปเปรียบเทียบกับตารางที่ 3.10 เพื่อหาจำนวนรอบที่จะ running in และทำการทดสอบจริง 5 ครั้ง หาค่าเฉลี่ยของปริมาตรที่หายไป โดยในการทดสอบจะต้องทดสอบยางมาตรฐานด้วย โดยยางสูตรมาตรฐาน แสดงดังตารางที่ 3.11

3.6.4 การทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัต (Dynamic Mechanical Properties)

การทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัตภายใต้สภาวะการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ (Temperature sweep) ด้วยเครื่อง Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) ซึ่งตัวอย่างที่ใช้เป็นยางวัลคาไนซ์ที่ได้จากการอัดเบ้า มีความหนาประมาณ 1 mm เตรียมชิ้นตัวอย่างให้มีความกว้าง 7 mm ยาว 10 mm และหนา 1 mm โดยใช้สภาวะการทดสอบดังต่อไปนี้

- Tension mode
- Frequency 1 Hz
- Heating rate $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$
- Strain 0.05%

- Temperature -100 ถึง 220 °C

ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน บันทึกและรายงานผลการเปลี่ยนแปลงของค่ามอดูลัสสะสม (storage modulus, G') มอดูลัสสูญเสีย (loss modulus, G'') และแทนเจนต์ (tan delta) การรายงานผลเป็นค่าดัชนีการสึกหรอ แสดงดังสมการที่ 3.12

$$\text{จากสูตร Abrasion index} = \frac{S}{T} \times 100 \quad (3.12)$$

โดยที่ S คือ ปริมาตรของยางมาตรฐานที่สูญหายไปจากการหมุนหินขัด 1000 รอบ โดย

ปริมาตรดังกล่าวเป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการหมุน 5 ครั้ง

T คือ ปริมาตรของยางตัวอย่างที่สูญหายไปจากการหมุนหินขัด 1000 รอบ โดย

ปริมาตรดังกล่าวเป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการหมุน 5 ครั้ง

ตารางที่ 3.10 “Running in” และระยะเดินที่ต้องทดสอบจริง

ปริมาตร (cm ³) ที่หายไป จากการเดิน 500 รอบแรก	การหมุนเพิ่มหลังจาก 500 รอบแรกเพื่อทดสอบจริง	
	Running in	ระยะเดินที่ต้องทดสอบจริง
สูงกว่า 0.05 แต่ไม่เกิน 0.10	4000	1000
สูงกว่า 0.10 แต่ไม่เกิน 0.20	2000	500
สูงกว่า 0.20 แต่ไม่เกิน 0.40	750	250
สูงกว่า 0.40	125	125

ตารางที่ 3.11 สูตรยางมาตรฐานที่ใช้ในการทดสอบความต้านทานต่อการสึกหรอ

สารเคมี	ปริมาณ (phr)
Natural rubber (RSS#3)	100
ZnO	5
Stearic acid	3
TMQ	1
TBBS	1
HAF (N-330)	50
Sulphur	3

3.6.5 การศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของยาง (Morphology Properties)

ทำการศึกษาสัมบัติทางสัณฐานวิทยา โดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope, (SEM, JSM 5410, JEOL) เพื่อเปรียบเทียบลักษณะพื้นผิว และการกระจายตัวของสารตัวเติมในยาง ที่ได้จากสูตรยางที่ใส่สารแปรรูปชนิดสเดียรโลหะโรมาติกทั้ง 4 ชนิด เพื่อเปรียบเทียบกับการใส่น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใส่น้ำมัน สภาวะที่ใช้ในการทดสอบคือ ความเข้มอิเล็กตรอนเท่ากับ 5kV กำลังขยาย 5000 เท่า

การเตรียมตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ เตรียมโดยนำชิ้นตัวอย่างที่ได้จากการหัก หลังจากแช่ในไนโตรเจนเหลว (liquid N₂) หรือ Cryogenically fractured surface โดยการนำยางที่วัลคาไนซ์ แล้วตัดให้มีขนาดยาวประมาณ 40 mm และกว้างประมาณ 8 mm แช่ในไนโตรเจนเหลว ประมาณ 1 min จากนั้นนำยางที่อยู่ในลักษณะแข็งประมาณหักออก เพื่อเป็นการเปิดผิวใหม่ที่จะใช้วิเคราะห์

การเริ่มการวิเคราะห์ตัวอย่างจะอยู่ในลักษณะที่แห้ง โดยตัดตัวอย่างให้มีความสูง 5-7 mm ก่อนที่จะติดลงบนสตัป (stub) ด้วยเทปกาวคาร์บอน ซึ่งเป็นฐานวางตัวอย่างที่สามารถนำไฟฟ้าได้ เนื่องจากตัวอย่างที่จะทดสอบไม่สามารถนำไฟฟ้าได้ จึงต้องนำตัวอย่างไปเคลือบทองเป็นเวลา 2 mins ก่อนนำไปทดสอบ

3.6.6 สมบัติความต้านทานต่อการเสื่อม (Aging Properties)

ทำการทดสอบสมบัติความต้านทานต่อการบ่มเร่งตามมาตรฐาน ASTM D573 โดยใช้ชิ้นตัวอย่างแบบเดียวกับที่ใช้ทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงในหัวข้อที่ 3.6.3.1 เตรียมตัวอย่างเป็น 2 ชุด คือชุดแรกไม่บ่มเร่งเพื่อเปรียบเทียบสมบัติของยางที่เปลี่ยนแปลงไป ส่วนชุดสองทำการบ่มเร่งด้วยตู้อบเร่งแบบหลายเซลล์ (Multi Cell Aging Oven) ที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 22 hrs โดยใช้อัตราการไหลของอากาศในช่องทดสอบเท่ากับ 0.4 L/min หลังจากบ่มเร่งให้พักชิ้นทดสอบไว้เป็นเวลา 24 hrs ก่อนที่จะนำไปทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง มอดูลัส และความสามารถในการยืดจนขาด และ แล้วคำนวณสมบัติที่เปลี่ยนแปลงไป ดังสมการที่ 3.13

$$\text{จากสูตร} \quad \text{Percentage change in the property} = \frac{(X_b - X_a)}{X_a} \times 100 \quad (3.13)$$

โดยที่ X_a คือ สมบัติก่อนการบ่มเร่ง

X_b คือ สมบัติหลังการบ่มเร่ง

การทดสอบชิ้นยางคอมพาวนด์ทุกการทดสอบทำ 3 ซ้ำ ค่าที่รายงานเป็นค่าเฉลี่ย \pm SD