

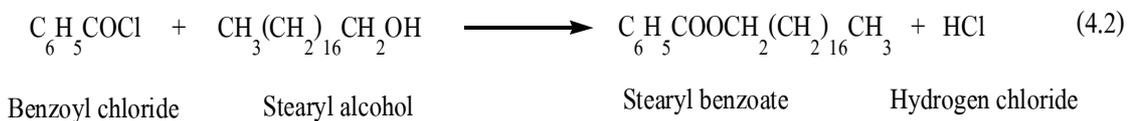
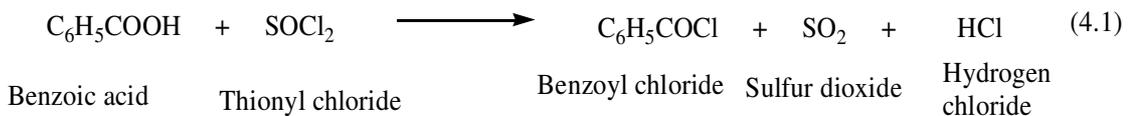
บทที่ 4

ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 การสังเคราะห์สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์

4.1.1 การสังเคราะห์สเตียริลเบนโซเอตจากเบนโซอิลคลอไรด์

เบนโซอิลคลอไรด์ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างกรดเบนโซอิกกับโซไดอิลคลอไรด์ที่มากเกินไป หลังจากการทำปฏิกิริยาเมื่อทำการกลั่นโซไดอิลคลอไรด์ออกและกลั่นต่อจะได้เบนโซอิลคลอไรด์ที่เตรียมใหม่ ๆ ดังสมการที่ 4.1 และทำปฏิกิริยาต่อกับสเตียริลแอลกอฮอล์ ในอัตราส่วนโดยโมลเท่ากัน เกิดผลิตภัณฑ์สเตียริลเบนโซเอต (Stearyl benzoate, SB) ดังสมการที่ 4.2 จากการทดลองพบว่าไม่มีสารตั้งต้นเหลืออยู่ในปฏิกิริยา ซึ่งให้ผลเป็นผลิตภัณฑ์ที่ค่อนข้างบริสุทธิ์ เมื่อตรวจสอบด้วยข้อมูล FTIR และ $^1\text{H-NMR}$ ปฏิกิริยาให้ผลผลิตภัณฑ์แบบ quantitative yield เทียบเป็นร้อยละผลิตภัณฑ์ที่สูงมาก เนื่องจากปฏิกิริยาไม่ได้เป็นแบบสมดุลเหมือนกับการเตรียมเอสเทอร์โดยทั่วไป แต่การเตรียมโดยวิธีการนี้ไม่เหมาะที่จะนำมาใช้ด้วยสาเหตุสำคัญคือ สารโซไดอิลคลอไรด์ถูกจัดเป็นสารควบคุม การสั่งซื้อต้องทำการขออนุญาตจากหน่วยงานที่เกี่ยวข้อง ทำให้มีความยุ่งยากในการจัดซื้อจัดหา และสารโซไดอิลคลอไรด์มีจุดเดือดต่ำ ระเหยง่าย ทำปฏิกิริยาอย่างไวกับไอน้ำในอากาศและเกิดแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์ที่เป็นกรด เป็นอันตรายต่อผู้ที่ทำการทดลอง อีกทั้งการทดลองนี้มีขั้นตอนมาก รวมทั้งต้องกลั่นโซไดอิลคลอไรด์และเบนโซอิลคลอไรด์อีกด้วย



4.1.2 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สเตียริลเบนโซเอต

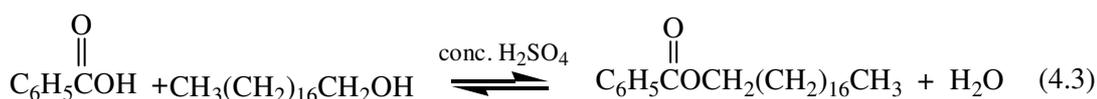
การศึกษาเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสเตียริลเบนโซเอต เริ่มจากการศึกษาผลของปริมาณสารตัวเร่งกรดซัลฟิวริกต่อเปอร์เซ็นต์การเกิดผลิตภัณฑ์สเตียริลเบนโซเอต (Stearyl benzoate, SB) ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกรดเบนโซอิกและสเตียริลแอลกอฮอล์ เป็น

1:1 ใช้อุณหภูมิขณะที่สารผสมหลอมเหลวช่วง 80 ± 2 °C ใช้เวลาทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง ผลของปริมาณสารตัวเร่งโดยน้ำหนักของกรดเบนโซอิกต่อเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ที่ได้ แสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ Stearyl benzoate เมื่อใช้สารตัวเร่งกรดซัลฟิวริกปริมาณต่างๆ

สารตัวเร่งกรดซัลฟิวริก (%)	ผลิตภัณฑ์ Stearyl benzoate (%)
5	62.93
10	69.27
15	86.68
30	80.28
40	80.54
60	82.35
70	74.93
80	53.17

จากตารางที่ 4.1 พบว่าเมื่อเพิ่มสารตัวเร่งกรดซัลฟิวริกจากปริมาณ 5-15 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักเทียบกับกรดอะโรมาติก ผลิตภัณฑ์ของปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างกรดเบนโซอิก และสเตียริลแอลกอฮอล์ มีค่าเพิ่มขึ้นจนถึงจุดสูงสุด การใช้กรดซัลฟิวริกมากกว่า 15 เปอร์เซ็นต์จะเป็นการขัดขวางการดำเนินไปของปฏิกิริยา เนื่องจากโปรตอนจากกรดซึ่งเป็นสารตัวเร่งทำหน้าที่จับกับหมู่ไฮดรอกซิลของกรดเบนโซอิกและหลุดออกไปเป็นน้ำ และการใช้สารตัวเร่งปกติจะนิยมใช้ปริมาณที่น้อย จากการที่สารตัวเร่งสามารถหมุนเวียนกลับมาใช้ใหม่ได้นั่นเอง การใช้สารตัวเร่งกรดซัลฟิวริกที่ปริมาณ 15 เปอร์เซ็นต์เทียบกับกรดอะโรมาติกให้ผลดีที่สุดคือ 86.68 เปอร์เซ็นต์



ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างกรดเบนโซอิกและสเตียริลแอลกอฮอล์ สารตั้งต้นทั้งคู่เป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้อง ปฏิกิริยาจึงต้องทำในสภาวะหลอมรวมของสารตั้งต้น แตกต่างจากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันโดยทั่วไป ซึ่งใช้แอลกอฮอล์ที่เป็นของเหลว หรือกรดคาร์บอกซิลิกที่เป็น

ของเหลว สารที่เป็นของเหลวจะทำหน้าที่เป็นตัวทำละลายได้ด้วยนอกจากเป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยา และเมื่อเสร็จสิ้นปฏิกิริยาจะแยกออกโดยการกลั่น กรณีนี้สารตั้งต้นหลอมรวมกันที่อุณหภูมิ $80 \pm 2^{\circ}\text{C}$ แต่เมื่อพิจารณาปฏิกิริยาจากสมการที่ 4.3 กลไกปฏิกิริยาเป็นแบบผันกลับได้ สารตัวเร่งกรดซัลฟิวริกจะทำหน้าที่เป็นตัวให้โปรตอนกับกรดอะโรมาติก ทำให้เกิดประจุบวกบนตำแหน่งคาร์บอนิลคาร์บอนของกรดอะโรมาติก และแอลกอฮอล์สามารถเข้าทำปฏิกิริยากับกรดอะโรมาติกได้ในตำแหน่งดังกล่าวด้วยอิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยวของแอลกอฮอล์ จากนั้นโมเลกุลของน้ำถูกแยกออกมา และไฮโดรเจนถูกเคลื่อนย้ายออกจากออกซิเจน โดยทำปฏิกิริยากับไอออนของไฮโดรเจนซัลเฟต ให้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบเอสเทอร์ และกรดซัลฟิวริกจะหมุนเวียนกลับมาเป็นสารตัวเร่งอีกครั้ง การทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ $80 \pm 2^{\circ}\text{C}$ จะทำให้น้ำที่เป็นผลมาจากปฏิกิริยาเกิดการระเหยออกไปบางส่วน และบางส่วนจับตัวกับตัวเร่งซึ่งเป็นกรดเข้มข้นเป็นผลให้ปฏิกิริยาเลื่อนไปทางขวา ซึ่งส่งผลต่อเปอร์เซ็นต์ผลผลิตที่ได้นั้นเอง การทำปฏิกิริยาในสภาวะหลอมของสารตั้งต้นนั้นหมายถึงสารมีความเข้มข้นสูง สารจะอยู่ใกล้ชิดกันมาก ทำให้มีโอกาสเกิดปฏิกิริยาสูง อีกทั้งการทำที่อุณหภูมิสูงขึ้นเท่ากับเป็นการเพิ่มพลังงานทำให้ปฏิกิริยาผ่านค่าพลังงานก่อกัมมันต์ไปได้ง่ายอีกด้วย ปฏิกิริยานี้ใช้เวลาประมาณ 3 ชั่วโมงจึงเข้าสู่สมดุล

จากการทดลองพบว่าการใช้สารตัวเร่งกรดซัลฟิวริกที่ปริมาณ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเทียบกับกรดอะโรมาติก จะให้ปริมาณผลิตภัณฑ์สูงสุด อย่างไรก็ตามมีความเป็นไปได้ในการเพิ่มปริมาณผลิตภัณฑ์ให้มากขึ้น จากการเพิ่มสารตั้งต้นตัวใดตัวหนึ่งในการทำปฏิกิริยา หรือเป็นการเปลี่ยนอัตราส่วนของสารตั้งต้น ซึ่งพบว่า การเพิ่มปริมาณสารตั้งต้นกรดอะโรมาติกจะทำให้ต้นทุนการผลิตสูงขึ้นมากเมื่อเทียบกับการเพิ่มปริมาณของสเตียริลแอลกอฮอล์ ดังนั้นจึงศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนของกรดเบนโซอิกกับสเตียริลแอลกอฮอล์ต่อเปอร์เซ็นต์ผลผลิตที่ได้ โดยใช้สารตัวเร่งกรดซัลฟิวริกที่ปริมาณ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกรดอะโรมาติก ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ $80 \pm 2^{\circ}\text{C}$ และใช้เวลาทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง ซึ่งแสดงสภาวะที่ใช้ในการทดลองและผลการทดลองดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 กำหนดให้กรดเบนโซอิกเป็นสารกำหนดผลิตภัณฑ์ซึ่งเป็นสารที่ราคาแพงกว่าสเตียริลแอลกอฮอล์ โดยการใช้กรดเบนโซอิกต่อสเตียริลแอลกอฮอล์ที่อัตราส่วน 1:1, 1:1.5 และ 1:2 โดยโมล ซึ่งตามสมการที่ 4.3 การเพิ่มสารตั้งต้นตัวใดตัวหนึ่งก็น่าจะทำให้ปฏิกิริยาเลื่อนไปทางขวามากขึ้น น่าจะเป็นผลให้ได้ผลิตภัณฑ์มากขึ้น แต่จากการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มสเตียริลแอลกอฮอล์มากขึ้นกลับทำให้ได้ผลิตภัณฑ์น้อยลง สาเหตุน่าจะเนื่องมาจากการเพิ่มสารตั้งต้นสเตียริลแอลกอฮอล์ซึ่งเป็นสารโมเลกุลใหญ่ทำให้สารตัวเร่งถูกเจือจาง และเปอร์เซ็นต์ผลผลิตที่ได้มาจากการทำให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีโครมาโทกราฟี รวมทั้งขั้นตอนการล้างกรดเบนโซอิกและกรด

ซัลฟิวริกออกจากปฏิกิริยา ทำให้สารหลุดหายไปบางส่วนจากขั้นตอนเหล่านั้น การเพิ่มสารตั้งต้นตัวใดตัวหนึ่งให้มากขึ้น โดยเฉพาะสเตียริลแอลกอฮอล์ ทำให้ขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์มีผลผิดพลาดมากขึ้นอีกด้วย โดยสรุปคือการเพิ่มจำนวนโมลของสเตียริลแอลกอฮอล์ไม่ได้ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์เพิ่มมากขึ้นตามที่คาดหวัง กลับทำให้สิ้นเปลืองมากขึ้นทั้งสารตั้งต้นและตัวทำละลายในขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์ ค่าที่เหมาะสมจึงเป็นกรดเบนโซอิกต่อสเตียริลแอลกอฮอล์ที่อัตราส่วน 1:1

ตารางที่ 4.2 เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ Stearyl benzoate จากการทำปฏิกิริยาที่อัตราส่วนต่างๆ ระหว่างกรดเบนโซอิกกับสเตียริลแอลกอฮอล์

อัตราส่วนระหว่าง กรดเบนโซอิก : สเตียริลแอลกอฮอล์	ผลิตภัณฑ์ Stearyl benzoate (%)
1:1	86.68
1:1.5	83.09
1:2	85.96

การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่อปริมาณผลิตภัณฑ์ที่ได้ เพื่อหาอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ทำให้ปริมาณผลิตภัณฑ์เพิ่มขึ้น ซึ่งแสดงสถานะที่ใช้ในการทดลองและผลการทดลองดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ Stearyl benzoate จากการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิ (°C)	ผลิตภัณฑ์ Stearyl benzoate (%)
80±2	86.68
100±2	73.39
120±2	45.12

การศึกษาอุณหภูมิของปฏิกิริยาที่ 80±2, 100±2 และ 120±2 °C โดยอุณหภูมิที่ 80±2 °C เป็นค่าที่สารผสมหลอมเหลว ในการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงมากขึ้นเรื่อยๆ จะสังเกตได้ว่าสารผสมมีลักษณะเป็นสีน้ำตาลเข้มขึ้นเรื่อยๆ ตามระยะเวลาการทดลองและอุณหภูมิที่สูงขึ้น

ซึ่งเป็นผลจากการที่สเตียริลแอลกอฮอล์ทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟิวริกเข้มข้นนั่นเอง ซึ่งสามารถยืนยันได้จากการทำการทดลองที่ผสมเฉพาะสเตียริลแอลกอฮอล์กับกรดซัลฟิวริกที่ 100 และ 120°C ยืนยันได้ว่าให้ผลเช่นเดียวกัน ลักษณะเช่นนี้อธิบายได้ว่า กรดซัลฟิวริกซึ่งมีสมบัติเป็นสารออกซิไดซ์สามารถทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ที่อุณหภูมิสูงเป็นผลทำให้เกิดสารจำนวนมากที่ไม่อาจคาดคะเนได้ จากการตรวจสอบด้วย TLC พบสารจำนวนมากที่มีสภาพขั้วสูง การทดลองนี้จึงควรหลีกเลี่ยงการใช้อุณหภูมิสูง ควรใช้ที่สภาวะของสารผสมหลอมเหลวจะให้ผลิตภัณฑ์สูงสุด

โดยสรุปสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สเตียริลเบนโซเอตคือ กรดเบนโซอิกต่อสเตียริลแอลกอฮอล์ที่อัตราส่วน 1:1 ใช้สารตัวเร่งกรดซัลฟิวริกที่ปริมาณ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกรดอะโรมาติก อุณหภูมิ 80 ± 2 °C และใช้เวลา 3 ชั่วโมง ปฏิบัติการให้ผลผลิตหลังจากทำให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีแบบรวดเร็วเท่ากับ 86.68 เปอร์เซ็นต์ สภาวะการทดลองนี้จะได้นำไปใช้ในการสังเคราะห์ชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดอื่นๆ ต่อไป

4.1.3 การศึกษาสภาวะสารตัวเร่งอื่นๆ ในการสังเคราะห์สเตียริลเบนโซเอต

การทดลองใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นเป็นสารตัวเร่งที่สภาวะเดียวกันกับกรดซัลฟิวริกเข้มข้น พบว่าให้ผลผลิตเพียง 76.47 เปอร์เซ็นต์ และใช้เวลาทำปฏิกิริยาถึง 5 ชม. เมื่อพิจารณากลไกปฏิกิริยาจะเห็นได้ว่าไฮโดรเจนซัลเฟตไอออนจากกรดซัลฟิวริกมีความสามารถในการดึงไฮโดรเจนไอออนได้ดีกว่าคลอไรด์ไอออนจากกรดไฮโดรคลอริก จึงส่งผลต่อผลผลิตของปฏิกิริยานั่นเอง

จากการตรวจเอกสารที่เลือกใช้สารตัวเร่งในปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน ส่วนใหญ่มักจะเลือกใช้เกลือของธาตุแทรนซิชันหรือโลหะบางชนิดและทำในสภาวะที่สารตัวเร่งที่ไม่ได้ละลายในปฏิกิริยา (heterogeneous) ทั้งนี้เพื่อให้สามารถแยกสารตัวเร่งออกจากปฏิกิริยาได้ง่าย รวมทั้งการนำกลับมาใช้ใหม่ของสารตัวเร่ง ในแง่ของการเป็นสารตัวเร่งของเกลือธาตุแทรนซิชันนั้น ตัวธาตุแทรนซิชันทำหน้าที่เป็นกรดลิวอิส (Lewis acid) ช่วยดึงหมู่ไฮดรอกซิลออกจากกรดอะโรมาติก ซึ่งเกลือของธาตุแทรนซิชันหลายตัวให้ผลที่ดีในปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน แต่การทดลองเตรียมสเตียริลเบนโซเอตซึ่งต้องทำในสภาวะหลอมของสารผสมจึงไม่สามารถทำในสภาวะที่ตัวเร่งไม่ละลายมาใช้ได้ จากการทดลองพบว่าเมื่อเติมเกลือของธาตุแทรนซิชันลงในปฏิกิริยาที่อยู่ในสภาวะหลอม จะเกิดการแข็งตัวของสารผสมทันที ไม่สามารถกวนต่อไปได้ การเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้ได้ผลข้างเคียงที่ไม่ต้องการเกิดขึ้น เมื่อสารเป็นของแข็งปฏิกิริยาจึงไม่สามารถดำเนินต่อไปได้ การทดลองจึงได้ออกแบบโดยยังคงยึดสภาวะที่ใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้นปริมาณ 15 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของกรดอะโรมาติกเป็นหลัก และเสริมด้วยเกลือของธาตุแทรนซิชันที่สามารถละลาย

ได้ในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น ซึ่งแสดงไว้ในตารางที่ 4.4 รวมทั้งผลผลิตของปฏิกิริยา จากการทดลอง โดยได้ใช้เกณฑ์การละลายของเกลือปริมาณสูงสุดในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น เป็นตัวกำหนดปริมาณของเกลือที่จะใช้ในการทดลองต่อไป ซึ่งแสดงปริมาณการละลายของเกลือต่างๆ ต่อกรดซัลฟิวริกเข้มข้นปริมาณ 1 mL ดังตารางที่ 4.4 เลือกแสดงเฉพาะสารที่ให้ผลผลิตมากกว่า 50 % ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่ามีทั้งที่สามารถทำให้ผลผลิตสเตียริลเบนโซเอตมากขึ้นและน้อยลงกว่าการใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้นเพียงอย่างเดียว เกลือของดีบุกและสังกะสีให้ผลดีกว่าการใช้กรดเพียงอย่างเดียวและสูงขึ้น 2 และ 3 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ ส่วนอุณหภูมิต้องเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเนื่องจากสารตัวเร่งที่มีเกลือผสมจะทำให้ปฏิกิริยาของสารผสมเริ่มมีการตกตะกอนก่อน การเพิ่มอุณหภูมิเพื่อให้สารมีการหลอมเหลวทั้งหมด ระยะเวลาการทำปฏิกิริยาก็ใกล้เคียงกับการใช้กรดเพียงอย่างเดียว

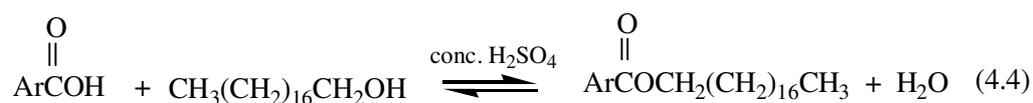
ตารางที่ 4.4 เปอร์เซ็นต์ผลผลิตกัณฑ์ Stearyl benzoate จากการใช้ตัวเร่งชนิดต่างๆ

Salt catalyst	Amount (g) /conc. H ₂ SO ₄ 1 mL	Temperature (°C)	Time (hrs)	Production yield (%)
Tin (II) chloride (SnCl ₂)	0.056	87±2	3	88.85
Zinc chloride (ZnCl ₂)	0.146	87±2	3	89.65
Cobalt (II) chloride (CoCl ₂)	0.201	87±2	3	76.14
Aluminium hydroxide (Al(OH) ₃)	0.103	87±2	3	76.12
Titanium (IV) oxide (TiO ₂)	0.081	87±2	3	84.71

จากเปอร์เซ็นต์ผลผลิตที่มากขึ้นเพียงเล็กน้อย การทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์จึงยังคงใช้สภาวะของกรดตัวเร่ง 15 เปอร์เซ็นต์เท่านั้น

4.1.4 การสังเคราะห์สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์

การสังเคราะห์สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ตัวอื่นๆ จะอ้างอิงสภาวะจากการทดลองของสเตียริลเบนโซเอต แสดงปฏิกิริยาดังสมการที่ 4.4 ซึ่งค่าที่เหมาะสมแสดงดังตารางที่ 4.5 และสมบัติพื้นฐานของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่ได้จากการสังเคราะห์ทั้ง 5 ชนิด ได้แก่ Stearyl benzoate (SB), Distearyl phthalate (DP), Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC), Stearyl 1-naphthoate (SN) และ Stearyl anthracene-9-carboxylate (SAC) แสดงดังตารางที่ 4.6 และ 4.7



ตารางที่ 4.5 สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ทั้ง 5 ชนิด

Stearyl aromatic esters	Ratio*	Catalyst**	Temperature (°C)	Time (hrs)	Production yield (%)
Stearyl benzoate (SB)	1:1	15	80±2	3	86.68
Distearyl phthalate (DP)	1:2	15	80±2	3	88.69
Stearyl biphenyl-4- carboxylate (SBC)	1:1	15	90±2	3	87.88
Stearyl 1-naphthoate (SN)	1:1	15	90±2	3	90.02
Stearyl anthracene-9- carboxylate (SAC)	1:1.5	30	100±2	6	32.21

*Ratio : aromatic acid: stearyl alcohol

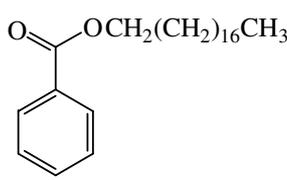
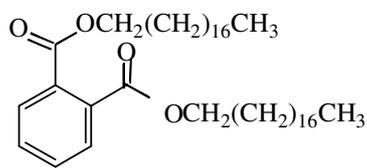
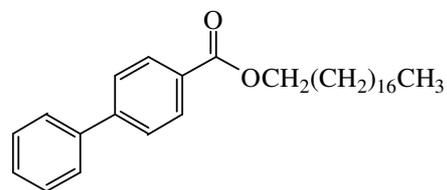
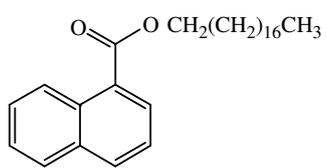
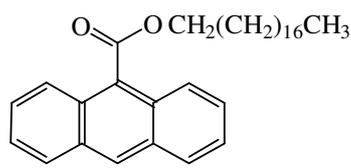
**Catalyst : conc.H₂SO₄ (percentage of aromatic acid)

ตารางที่ 4.6 สมบัติพื้นฐานบางประการของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์จากการสังเคราะห์

Stearyl aromatic esters	Melting point (°C)	Molecular weight (g/mol)	Aromatic* content (%)
Stearyl benzoate (SB)	41.5 – 42.8	374.23	20.59
Distearyl phthalate (DP)	53.0 – 53.6	671.40	11.33
Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC)	49.3 – 50.1	450.29	34.00
Stearyl 1-naphthoate (SN)	48.9 – 49.5	424.27	29.95
Stearyl anthracene-9-carboxylate (SAC)	57.4 – 58.0	474.31	37.34

* การคำนวณ Aromatic content: คำนวณจากน้ำหนักอะตอมรวมของส่วนอะโรมาติกในโครงสร้างของสูตรเทียบกับน้ำหนักโมเลกุลของสารนั้นๆ (ภาคผนวก จ : การคำนวณ Aromatic content (%))

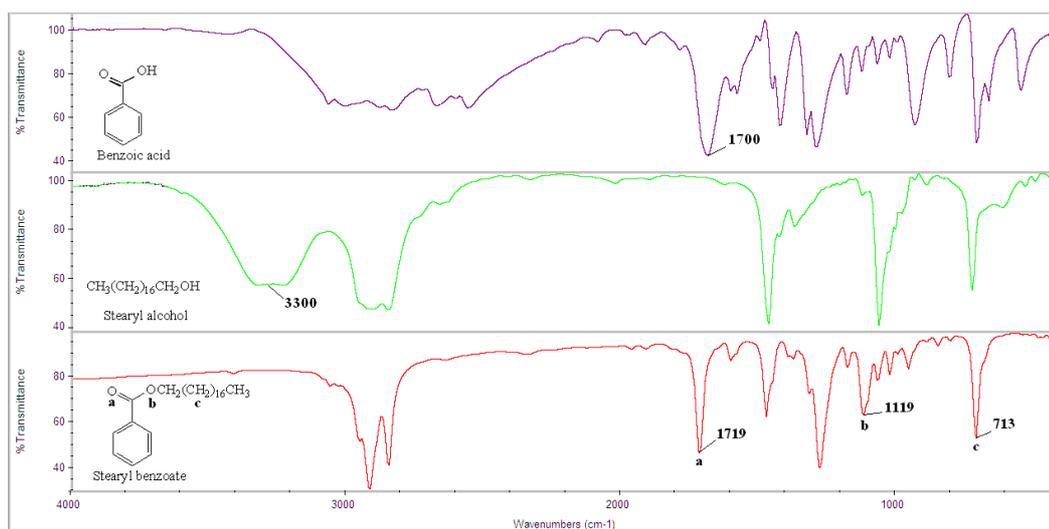
ตารางที่ 4.7 สมบัติพื้นฐานบางประการของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์จากการสังเคราะห์

Stearyl aromatic esters	Structure	Molecule formula	Appearance
Stearyl benzoate (SB)		$C_{25}H_{42}O_2$	White solid
Distearyl phthalate (DP)		$C_{34}H_{70}O_4$	White solid
Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC)		$C_{31}H_{46}O_2$	White solid
Stearyl 1-naphthoate (SN)		$C_{29}H_{44}O_2$	White solid
Stearyl anthracene-9-carboxylate (SAN)		$C_{33}H_{46}O_2$	Slightly yellowish solid

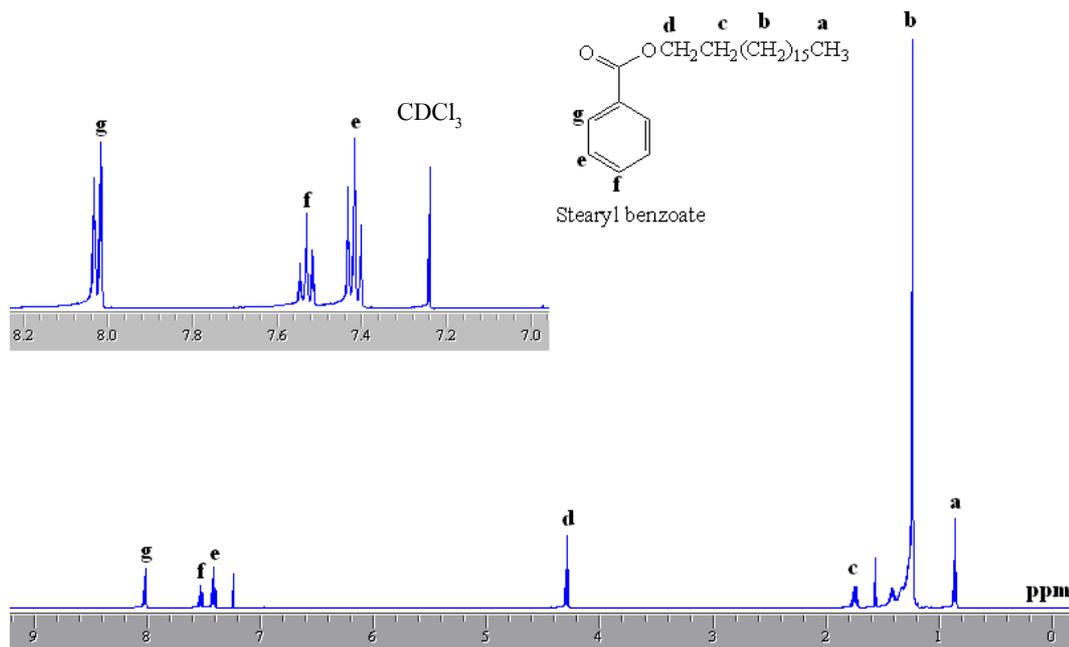
การสังเคราะห์สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ 4 ชนิด ได้แก่ Stearyl benzoate (SB), Distearyl phthalate (DP), Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC) และ Stearyl 1-naphthoate (SN) ให้เปอร์เซ็นต์ผลผลิตที่ดี คืออยู่ระหว่าง 86.68-90.02 โดยที่ Distearyl phthalate ใช้สเตียริลแอลกอฮอล์เป็นจำนวน 2 เท่าโดยโมลเมื่อเทียบกับกรดอะโรมาติก เนื่องจากกรดอะโรมาติกมีหมู่คาร์บอกซิลิกถึงสองหมู่ ส่วนเวลาที่ใช้ทำการทดลองก็เท่ากัน ยกเว้นอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไปตามจุดหลอมเหลวของสารผสมซึ่งขึ้นอยู่กับจุดหลอมเหลวของกรดอะโรมาติก ผลผลิตของสารทั้ง 4 ชนิดจากปฏิกิริยาแตกต่างจาก Stearyl anthracene-9-carboxylate (SAC) ซึ่งให้ผลเพียง 32.21 เปอร์เซ็นต์ เป็นค่าที่ดีที่สุด ทั้งที่มีการเพิ่มเวลา ปริมาณสารตัวเร่ง และปริมาณอัตราส่วนของสารตั้งต้น เนื่องจาก anthracene-9-carboxylic acid มีวงเบนซีนถึง 3 วงต่อกัน และหมู่คาร์บอกซิลอยู่ที่วงกลาง ทำให้ความเป็นขั้วของหมู่คาร์บอกซิลจึงถูกบดบังด้วยวงอะโรมาติก การเข้าทำปฏิกิริยาของแอลกอฮอล์จึงยากมากขึ้น เป็นผลให้เปอร์เซ็นต์ผลผลิตค่อนข้างต่ำ

4.1.5 การพิสูจน์โครงสร้างของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 5 ชนิด ด้วยเทคนิค FT-IR, ¹H-NMR และ EIMS

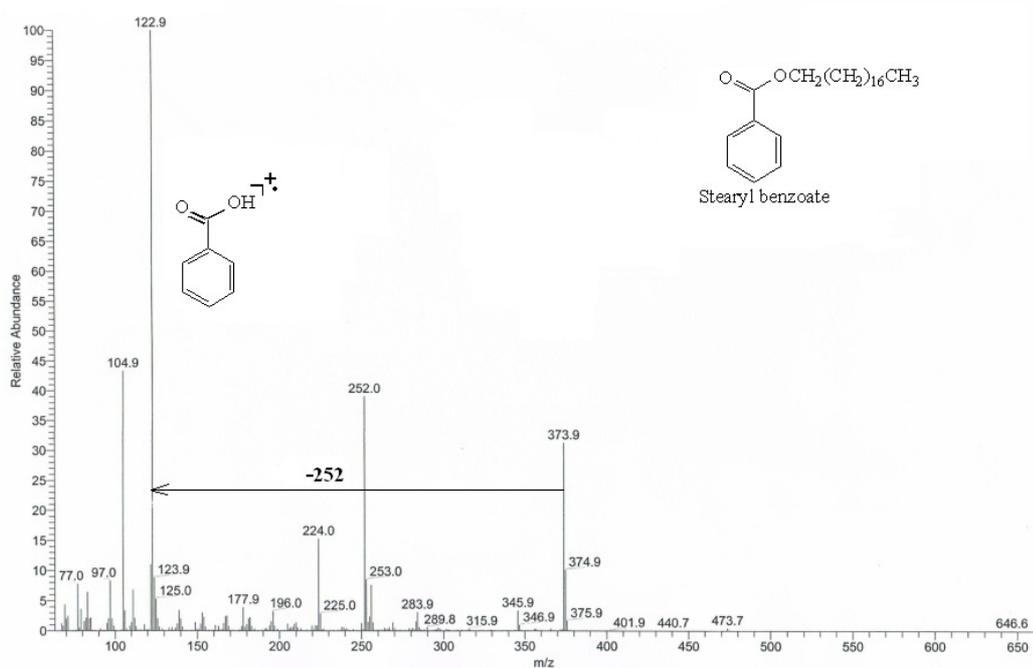
Stearyl benzoate (SB)



รูปที่ 4.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของ Benzoic acid, Stearyl alcohol และ Stearyl benzoate



รูปที่ 4.2 ¹H-NMR สเปกตรัมของ Stearyl benzoate



รูปที่ 4.3 แมสสเปกตรัม (EIMS) ของ Stearyl benzoate

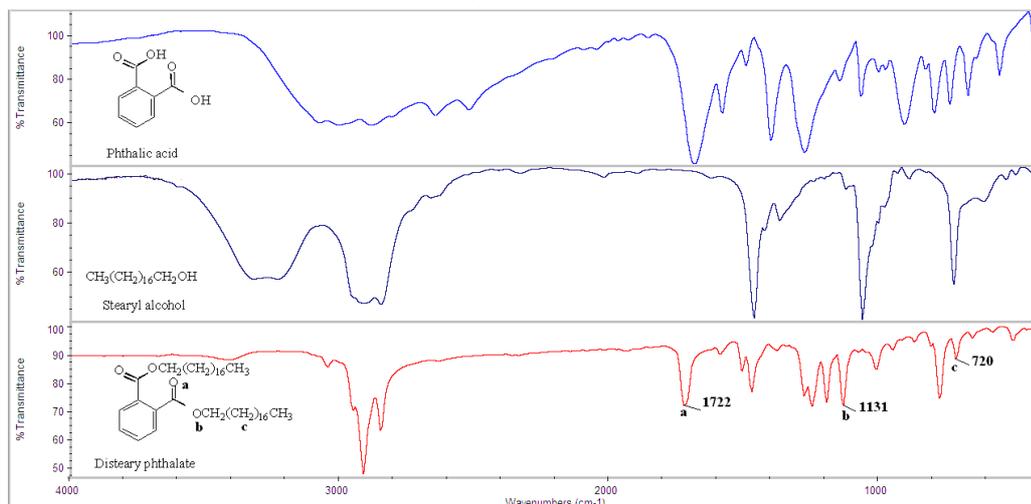
จากข้อมูล FT-IR สเปกตรัมของ stearyl benzoate ดังรูปที่ 4.1 พบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1719 cm^{-1} แสดงการยืดของ C=O และการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1119 cm^{-1} แสดงการยืดของ C-O-C ซึ่งเป็นของหมู่เอสเตอร์ นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 713 cm^{-1} แสดงการยืดของ C-H ของหมู่ CH_2 สายโซ่ยาว ของหมู่สเตียริล ซึ่งแตกต่างจาก benzoic acid ที่พบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1700 cm^{-1} แสดงการยืดของ C=O ของหมู่คาร์บอกซิล และ stearyl alcohol ที่พบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3300 cm^{-1} แสดงการยืดของ O-H

จากข้อมูล $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ stearyl benzoate ดังรูปที่ 4.2 พบสัญญาณ δ (ppm) ที่ 0.9 (t, 3H), 1.2-1.6 (m, 30H), 1.8 (q, 2H), 4.3 (t, 2H), 7.4 (t, 2H), 7.5 (t, 1H) และ 8.1 (d, 2H) สัญญาณที่ δ 4.3 ppm แสดงถึงหมู่ CH_2 ที่ต่อกับ O และสัญญาณที่ δ 7.4 (t, 2H), 7.5 (t, 1H) และ 8.1 (d, 2H) ppm แสดงถึงหมู่อะโรมาติกที่มีหมู่แทนที่ 1 หมู่ ชนิด monosubstituted

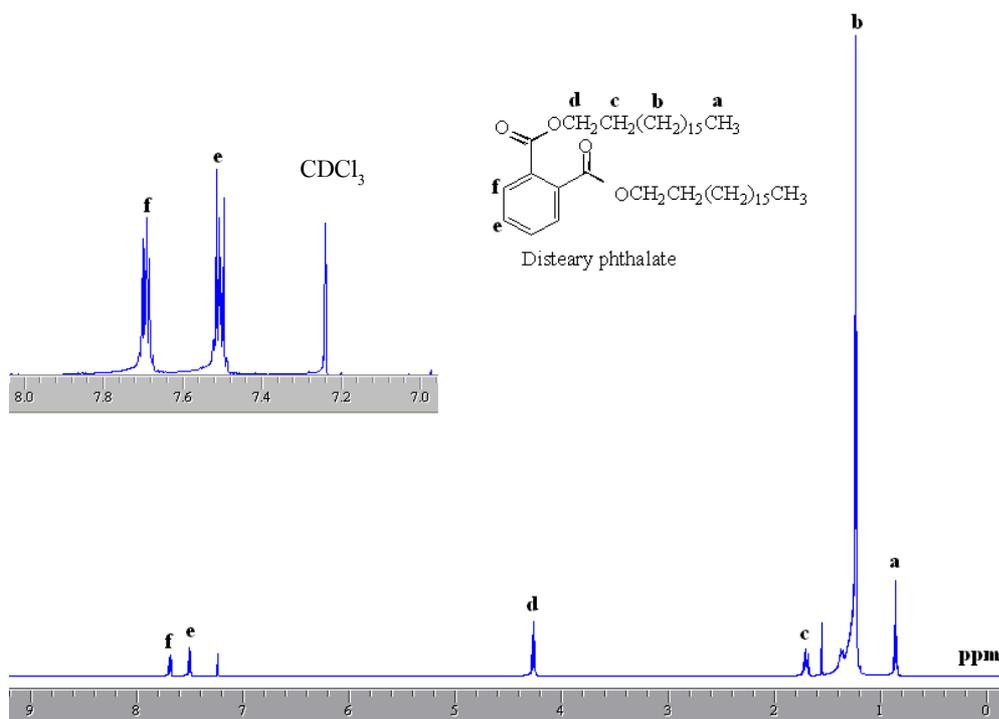
จากข้อมูล MS สเปกตรัมของ stearyl benzoate ดังรูปที่ 4.3 พบการปรากฏของ molecular peak ที่ตำแหน่ง 374.9 m/z ตรงกับน้ำหนักโมเลกุลของ stearyl benzoate และพบ base peak ที่ตำแหน่ง 122.9 m/z ซึ่งเป็นการแตกของ alkyl chain ของหมู่ stearyl

จากข้อมูล FT-IR, $^1\text{H-NMR}$ และ MS สเปกตรัม ของ stearyl benzoate เทียบกับสารตั้งต้นทั้งของ benzoic acid และ stearyl alcohol ยืนยันได้ชัดเจนถึงโครงสร้างที่ถูกต้อง

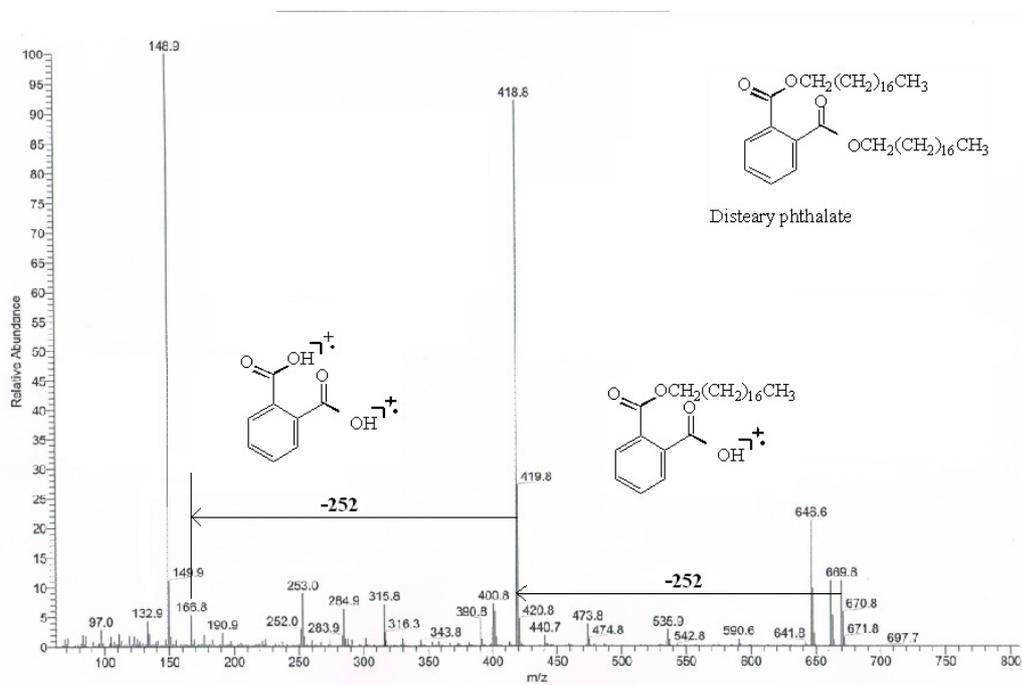
Distearyl phthalate (DP)



รูปที่ 4.4 อินฟราเรดสเปกตรัมของ Phthalic acid, Stearyl alcohol และ Distearyl phthalate



รูปที่ 4.5 $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ Distearyl phthalate



รูปที่ 4.6 แมสสเปกตรัม (EIMS) ของ Distearyl phthalate

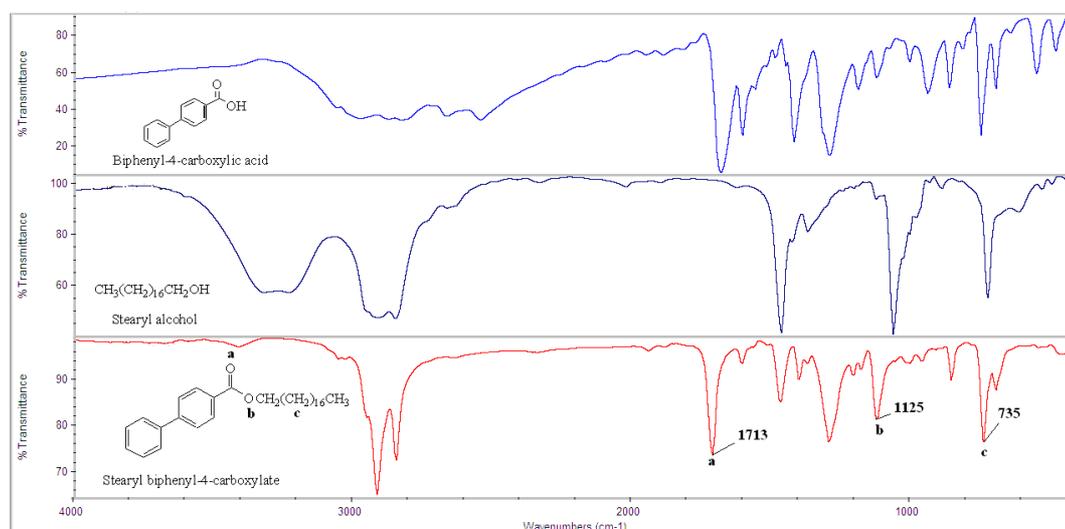
จากข้อมูล FT-IR สเปกตรัมของ distearyl phthalate ดังรูปที่ 4.4 พบว่า การดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1722 cm^{-1} แสดงการยืดของ C=O และการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1131 cm^{-1} แสดงการยืดของ C-O-C ซึ่งเป็นของหมู่เอสเทอร์ นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 720 cm^{-1} แสดงการยืดของ C-H ในหมู่ alkyl chain ซึ่งแตกต่างจาก phthalic acid ที่พบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1700 cm^{-1} แสดงการยืดของ C=O และ stearyl alcohol ที่พบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3300 cm^{-1} แสดงการยืดของ O-H

จากข้อมูล $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ distearyl phthalate ดังรูปที่ 4.5 พบสัญญาณ δ (ppm) ที่ 0.9 (t, 6H), 1.3-1.6 (m, 60H), 1.8 (q, 4H), 4.3 (t, 4H), 7.5 (t, 2H) และ 7.7 (d, 2H) สัญญาณที่ δ 4.3 ppm แสดงถึงหมู่ CH_2 ที่ต่อกับ O และสัญญาณที่ δ 7.5 (t) และ 7.7 (d) ppm แสดงถึงหมู่อะโรมาติก ที่มีหมู่แทนที่ 2 หมู่ แบบ orthodisubstituted

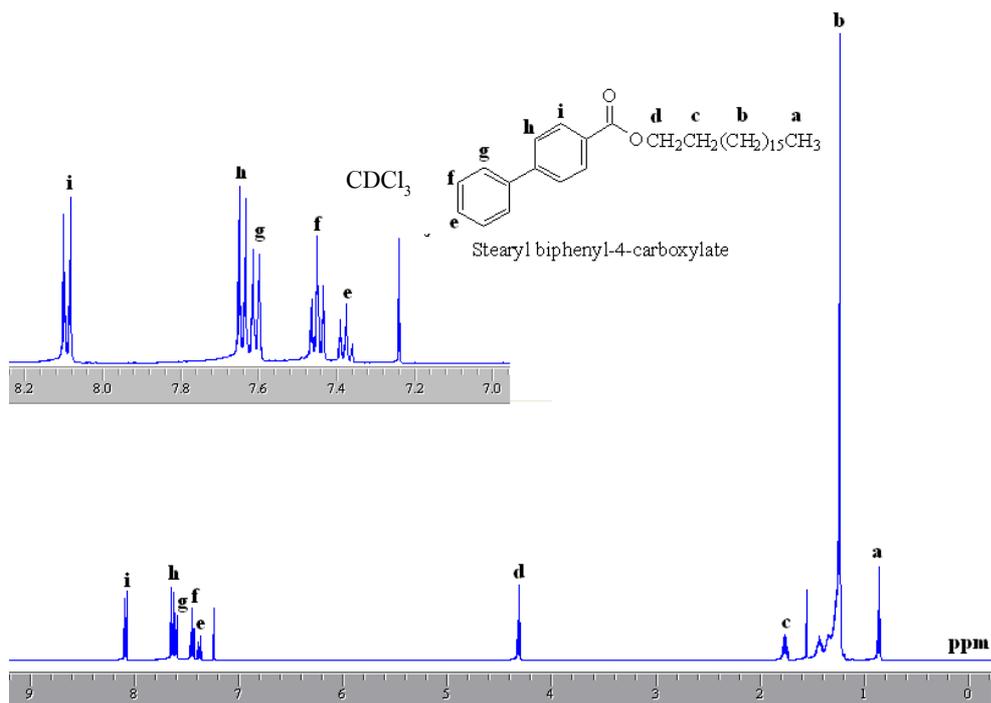
จากข้อมูล MS สเปกตรัมของ distearyl phthalate ดังรูปที่ 4.9 พบการปรากฏของ molecular peak ที่ตำแหน่ง 670.8 m/z ตรงกับน้ำหนักโมเลกุลของ distearyl phthalate และพบ base peak ที่ตำแหน่ง 418.8 m/z และตำแหน่ง 166.8 m/z ตามลำดับ ซึ่งเป็นการแตกของ alkyl chain ของหมู่ stearyl

จากข้อมูล FT-IR, $^1\text{H-NMR}$ และ MS สเปกตรัม ของ distearyl phthalate เทียบกับสารตั้งต้นทั้งของ phthalic acid และ stearyl alcohol ยืนยันได้ชัดเจนถึงโครงสร้างที่ถูกต้อง

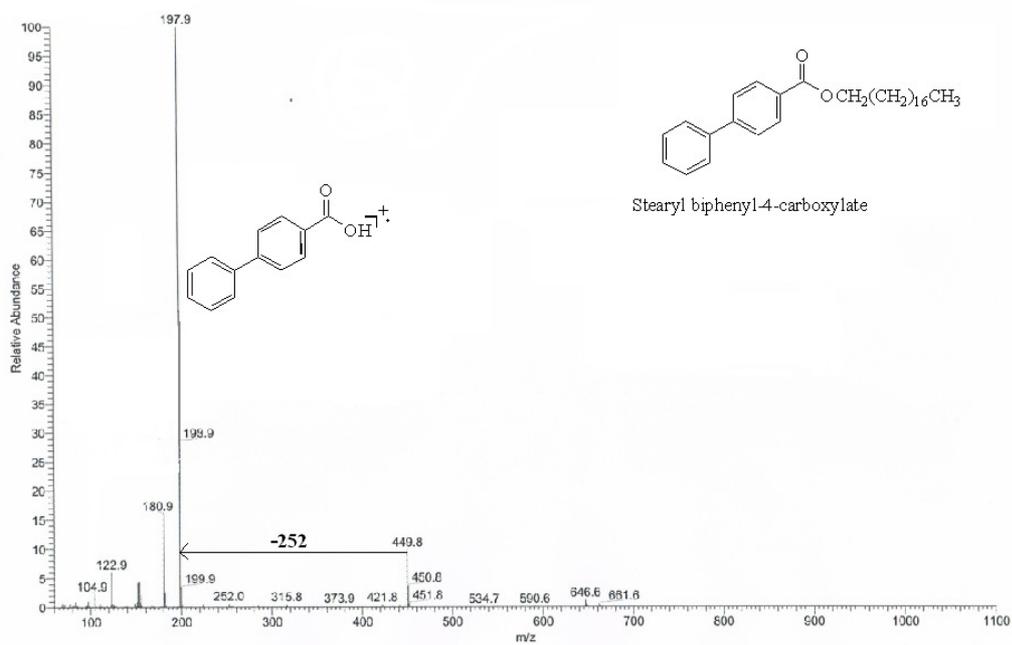
Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC)



รูปที่ 4.7 อินฟราเรดสเปกตรัมของ Biphenyl-4-carboxylic acid, Stearyl alcohol และ Stearyl biphenyl-4-carboxylate



รูปที่ 4.8 ¹H-NMR สเปกตรัมของ Stearyl biphenyl-4-carboxylate



รูปที่ 4.9 แมสสเปกตรัม (EIMS) ของ Stearyl biphenyl-4-carboxylate

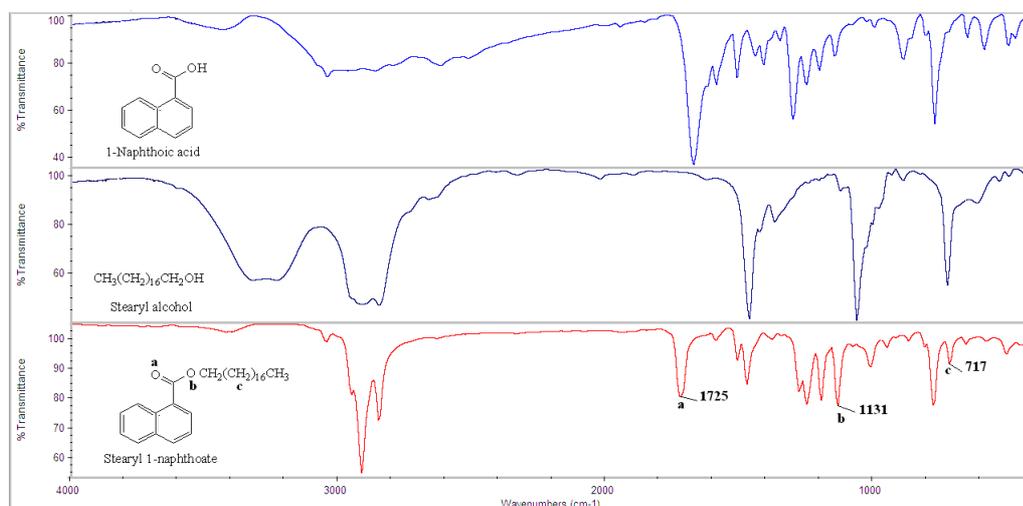
จากข้อมูล FT-IR สเปกตรัมของ Stearyl biphenyl-4-carboxylate ดังรูปที่ 4.7 พบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1713 cm^{-1} แสดงการยืดของ C=O และการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1125 cm^{-1} แสดงการยืดของ C-O-C ซึ่งเป็นของหมู่ ester จากนั้นพบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 735 cm^{-1} แสดงการยืดของ C-H ในหมู่ alkyl chain ซึ่งแตกต่างจาก Biphenyl-4-carboxylic acid ที่พบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1700 cm^{-1} แสดงการยืดของ C=O และ stearyl alcohol ที่พบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3300 cm^{-1} แสดงการยืดของ O-H

จากข้อมูล $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ stearyl biphenyl-4-carboxylate ดังรูปที่ 4.8 พบสัญญาณ δ (ppm) ที่ 0.9 (t, 3H), 1.2-1.6 (m, 30H), 1.8 (q, 2H), 4.3 (t, 2H), 7.35 (t, 2H), 7.45 (t, 2H), 7.5 (d, 2H), 7.65 (d, 2H) และ 8.1 (d, 1H) สัญญาณที่ δ 4.3 ppm แสดงถึง CH_2 ที่ต่อกับ O และสัญญาณที่ δ 7.35 (t), 7.45 (t), 7.5 (d) ppm แสดงถึงหมู่อะโรมาติก 1 หมู่ชนิด monosubstituted และสัญญาณที่ δ 7.65 (d) และ 8.1 (d) ppm แสดงถึงหมู่อะโรมาติก 2 หมู่ชนิด disubstituted

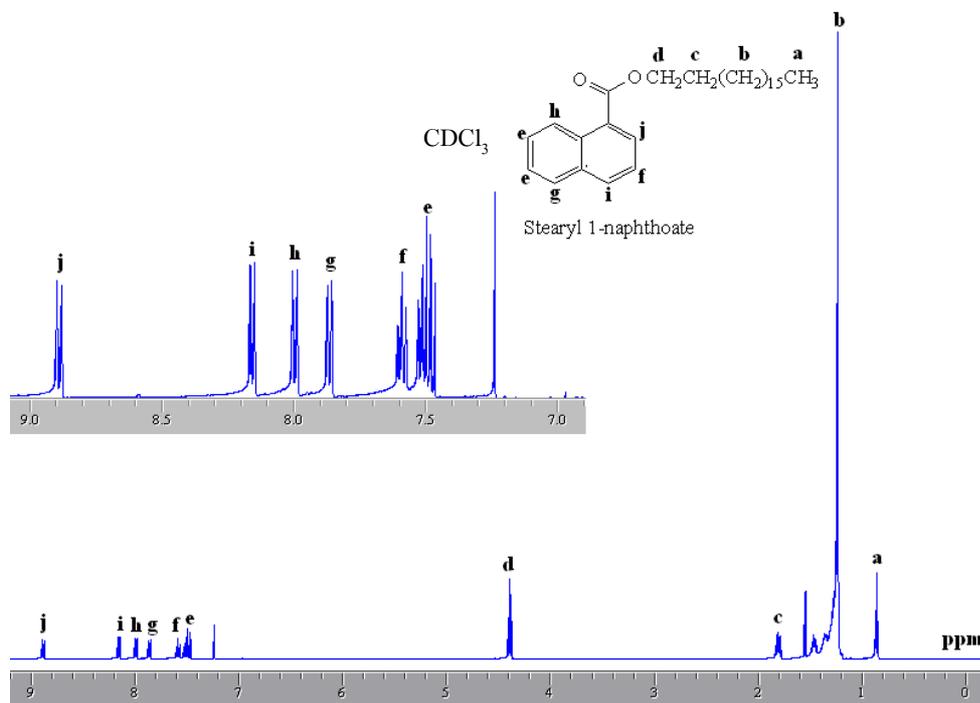
จากข้อมูล MS สเปกตรัมของ stearyl biphenyl-4-carboxylate ดังรูปที่ 4.9 พบการปรากฏของ molecular peak ที่ตำแหน่ง 449.8 m/z ตรงกับน้ำหนักโมเลกุลของ stearyl biphenyl-4-carboxylate และพบ base peak ที่ตำแหน่ง 197.9 m/z ซึ่งเป็นการแตกของ alkyl chain ของหมู่ stearyl

จากข้อมูล FT-IR, $^1\text{H-NMR}$ และ MS สเปกตรัม ของ stearyl biphenyl-4-carboxylate เทียบกับสารตั้งต้นทั้งของ biphenyl-4-carboxylic acid และ stearyl alcohol ยืนยันได้ชัดเจนถึงโครงสร้างที่ถูกต้อง

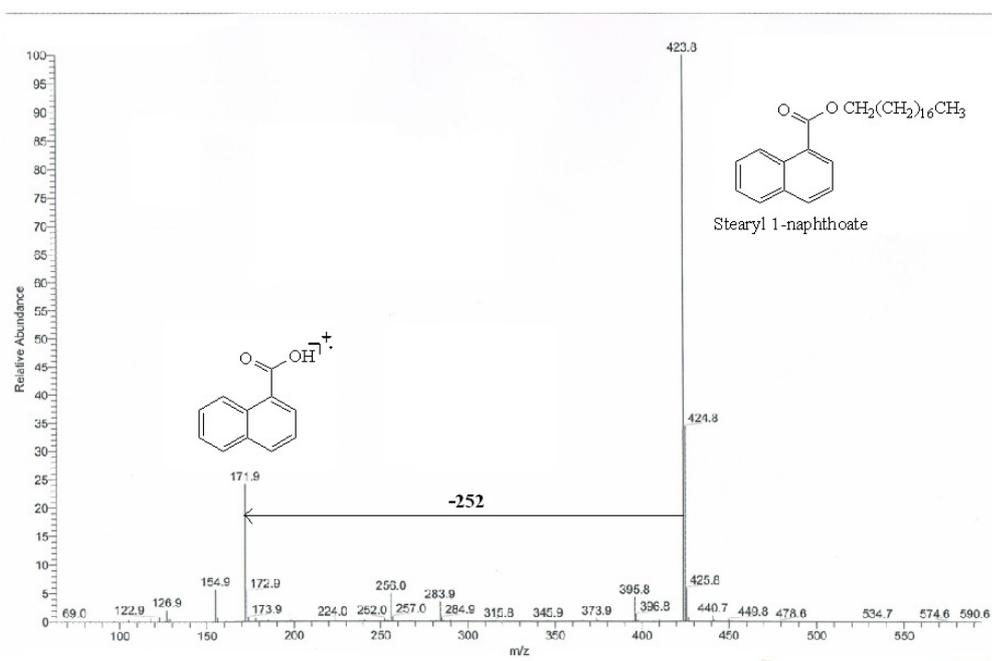
Stearyl 1-naphthoate (SN)



รูปที่ 4.10 อินฟราเรดสเปกตรัมของ 1-Naphthoic acid, Stearyl alcohol และ Stearyl 1-naphthoate



รูปที่ 4.11 ¹H-NMR สเปกตรัมของ Stearyl 1-naphthoate



รูปที่ 4.12 แมสสเปกตรัม (EIMS) ของ Stearyl 1-naphthoate

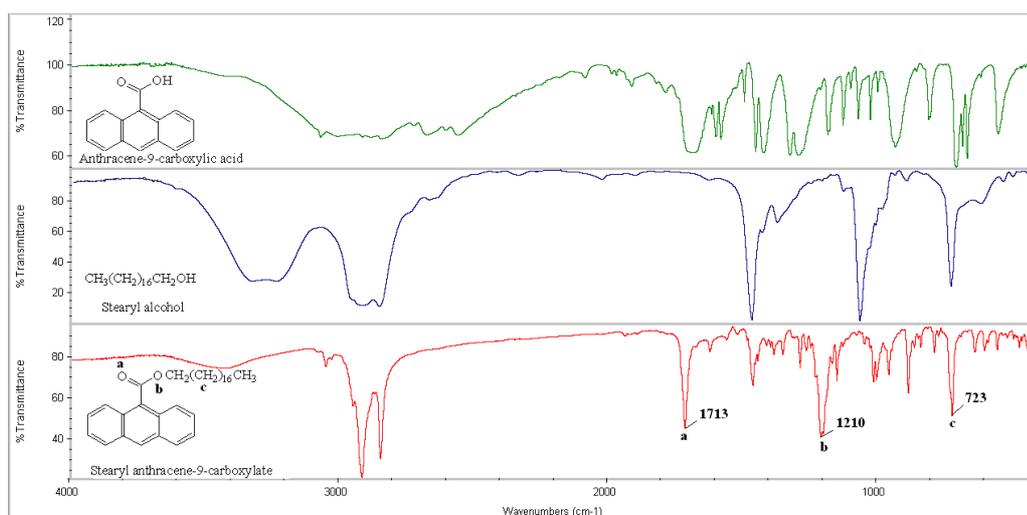
จากข้อมูล FT-IR สเปกตรัมของ Stearyl 1-naphthoate ดังรูปที่ 4.10 พบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1725 cm^{-1} แสดงการยืดของ C=O และการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1131 cm^{-1} แสดงการยืดของ C-O-C ซึ่งเป็นของหมู่ ester นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 717 cm^{-1} แสดงการยืดของ C-H ในหมู่ alkyl chain ซึ่งแตกต่างจาก 1-naphthoic acid ที่พบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1700 cm^{-1} แสดงการยืดของ C=O และ stearyl alcohol ที่พบการดูดกลืนที่ตำแหน่ง เลขคลื่น 3300 cm^{-1} แสดงการยืดของ O-H

จากข้อมูล $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ stearyl 1-naphthoate ดังรูปที่ 4.11 พบสัญญาณ δ (ppm) ที่ 0.9 (t, 3H), 1.2-1.6 (m, 30H), 1.8 (q, 2H), 4.3 (t, 2H), 7.45-7.55 (t, 2H), 7.6 (t, 1H), 7.85 (d, 1H), 8.0 (d, 1H), 8.15 (d, 1H) และ 8.9 (d, 1H) สัญญาณที่ δ 4.3 ppm แสดงถึง CH_2 ที่ต่อกับ O และสัญญาณที่ δ 7.45-7.55 (t), 7.6 (t), 7.85 (d), 8.0 (d), 8.15 (d) และ 8.9 (d) ppm แสดงถึงวงแหวน naphthalene ชนิด monosubstituted

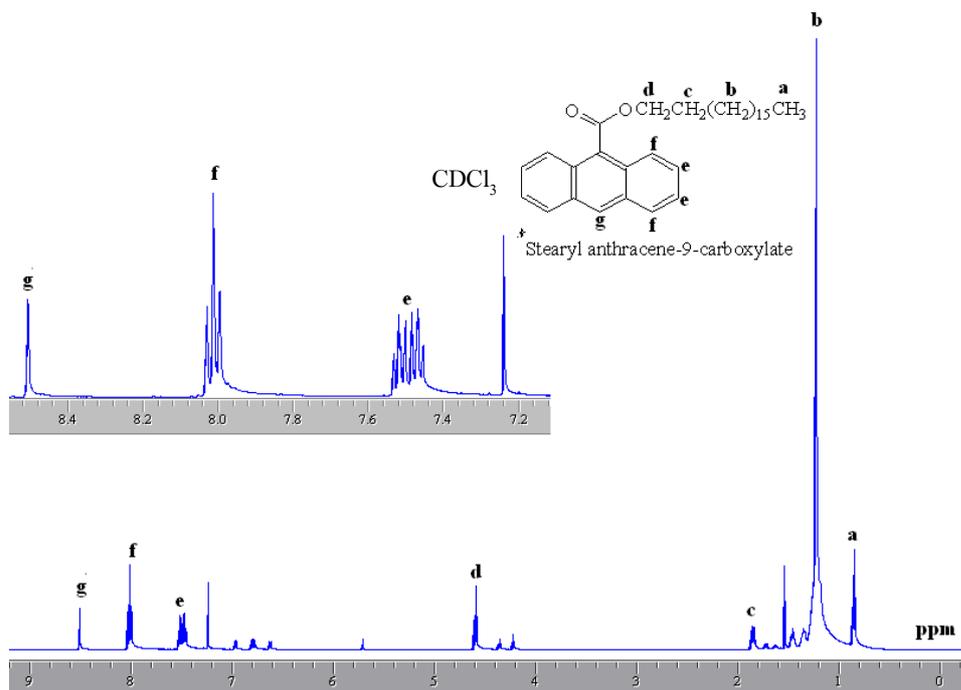
จากข้อมูล MS สเปกตรัมของ stearyl 1-naphthoate ดังรูปที่ 4.12 พบการปรากฏของ molecular peak ที่ตำแหน่ง 423.8 m/z ซึ่งเป็น base peak ตรงกับน้ำหนักโมเลกุลของ stearyl 1-naphthoate และพบ base peak ที่ 171.9 m/z ซึ่งเป็นการแตกของ alkyl chain ของหมู่ stearyl

จากข้อมูล FT-IR, $^1\text{H-NMR}$ และ MS สเปกตรัม ของ stearyl 1-naphthoate เทียบกับสารตั้งต้นทั้งของ 1-naphthoic acid และ stearyl alcohol ยืนยันได้ชัดเจนถึงโครงสร้างที่ถูกต้อง

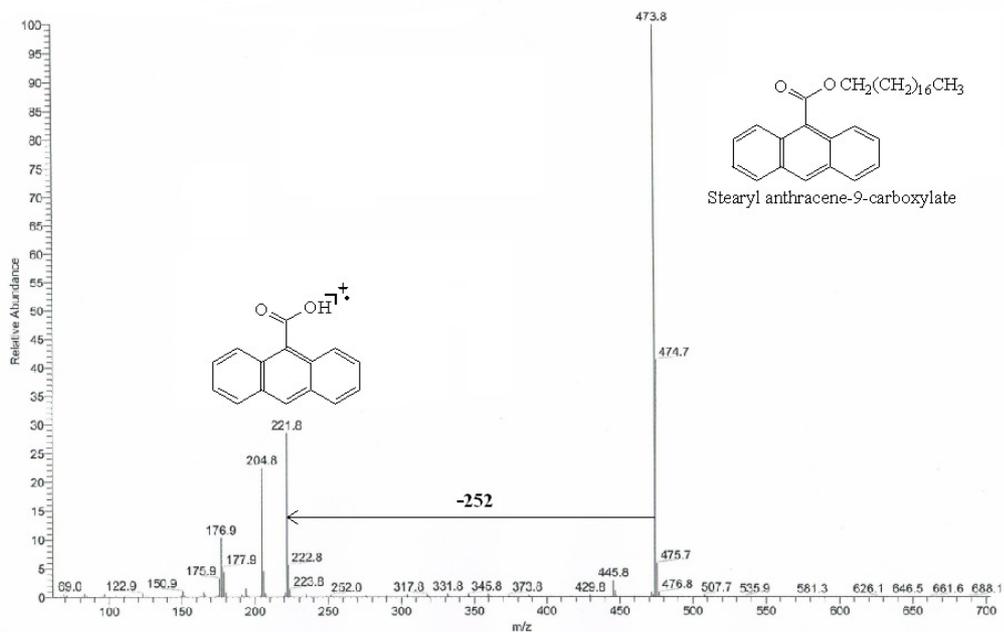
Stearyl anthracene-9-carboxylate (SAC)



รูปที่ 4.13 อินฟราเรดสเปกตรัมของ Anthracene-9-carboxylic acid, Stearyl alcohol และ Stearyl anthracene-9-carboxylate



รูปที่ 4.14 ¹H-NMR สเปกตรัมของ Stearyl anthracene-9-carboxylate



รูปที่ 4.15 แมสสเปกตรัม (EIMS) ของ Stearyl anthracene-9-carboxylate

จากข้อมูล FT-IR สเปกตรัมของ stearyl anthracene-9-carboxylate ดังรูปที่ 4.13 พบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1713 cm^{-1} แสดงการยืดของ C=O และการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1210 cm^{-1} แสดงการยืดของ C-O-C ซึ่งเป็นของหมู่ ester นอกจากนี้ยังพบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 723 cm^{-1} แสดงการยืดของ C-H ในหมู่ alkyl chain ซึ่งแตกต่างจาก Anthracene-9-carboxylic acid ที่พบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1700 cm^{-1} แสดงการยืดของ C=O และ stearyl alcohol ที่พบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3300 cm^{-1} แสดงการยืดของ O-H

จากข้อมูล $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ stearyl anthracene-9-carboxylate ดังรูปที่ 4.14 พบสัญญาณ δ (ppm) ที่ 0.9 (t, 3H), 1.2-1.6 (m, 30H), 1.8 (q, 2H), 4.6 (t, 2H), 7.44-7.56 (d, 4H), 8.0 (t, 4H) และ 8.5 (s, 1H) สัญญาณที่ δ 4.3 ppm แสดงถึง CH_2 ที่ต่อกับ O และสัญญาณที่ δ 7.44-7.56 (d), 8.0 (t) และ 8.5 (s) ppm แสดงถึงวงแหวน anthracene ชนิด monosubstituted สเปกตรัมขนาดเล็กเป็นของสารที่เกิดจากปฏิกิริยาข้างเคียงซึ่งไม่สามารถแยกออกจากผลิตภัณฑ์ได้

จากข้อมูล MS สเปกตรัมของ stearyl anthracene-9-carboxylate ดังรูปที่ 4.15 พบการปรากฏของ molecular peak ที่ตำแหน่ง 473.8 m/z ซึ่งเป็น base peak ตรงกับน้ำหนักโมเลกุลของ stearyl anthracene-9-carboxylate และพบ base peak ที่ตำแหน่ง 221.9 m/z ซึ่งเป็นการแตกของ alkyl chain ของหมู่ stearyl

จากข้อมูล FT-IR, $^1\text{H-NMR}$ และ MS สเปกตรัม ของ stearyl anthracene-9-carboxylate เทียบกับสารตั้งต้นทั้งของ anthracene-9-carboxylic acid และ stearyl alcohol ยืนยันได้ชัดเจนถึงโครงสร้างที่ถูกต้อง

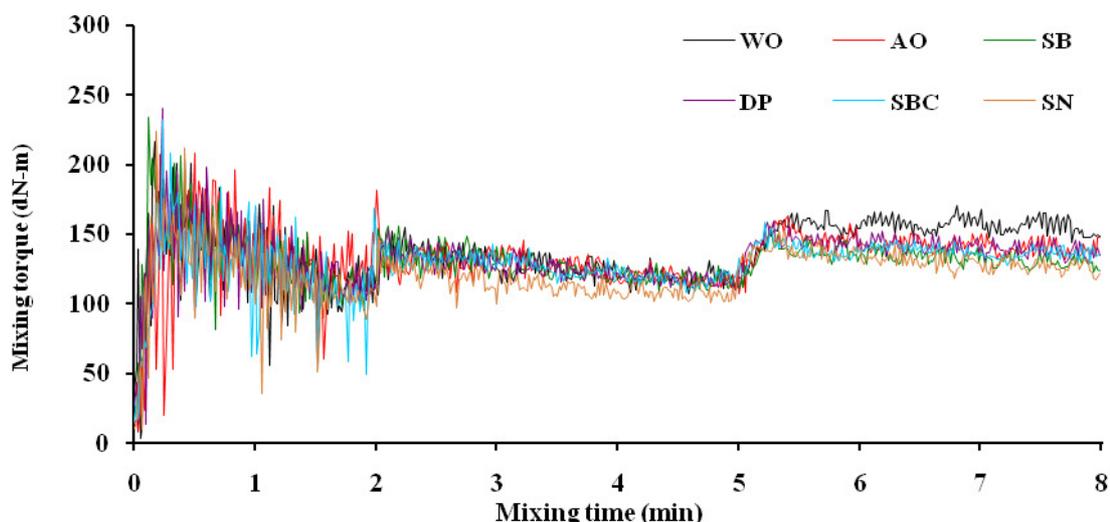
4.2 การศึกษาอิทธิพลของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์แต่ละชนิดต่อสมบัติก่อนและหลังวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์

เป็นการศึกษาการใช้งานของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ ทำหน้าที่เป็นสารช่วยในการแปรรูป (processing aids) ที่สังเคราะห์ทั้ง 5 ชนิด คือ Stearyl benzoate (SB), Distearyl phthalate (DP), Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC), Stearyl 1-Naphthoate (SN) และ Stearyl anthracene-9-carboxylate (SAC) แต่จากการสังเคราะห์ Stearyl anthracene-9-carboxylate (SAC) พบว่าได้ปริมาณผลิตภัณฑ์เพียง 32.21% อีกทั้งการลงทุนสูง ดังนั้นจึงไม่นำ Stearyl anthracene-9-carboxylate (SAC) มาศึกษาในครั้งนี้ สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ 4 ชนิด คือ Stearyl benzoate (SB), Distearyl phthalate (DP), Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC) และ Stearyl-1-naphthoate (SN) จะถูกนำมาใช้เป็นสารช่วยในการแปรรูปในยางคอมพาวนด์ การทดลองจะได้นำผลเปรียบเทียบกับกรณีที่ใช้ไขมันอะโรมาติก (DAE) เป็นสารช่วยแปรรูปและกรณีไม่ใช้น้ำมันเป็น

สารช่วยการผสมในสูตรยางคอมพาวนด์ที่ดัดแปลงจากมาตรฐาน ASTM D3184 ดังรายละเอียดสูตรแสดงดังตารางที่ 3.8 โดยการศึกษาสมบัติก่อนวัลคาไนซ์ ได้แก่ อุณหภูมิสุดท้ายของการผสมพลังงานที่ใช้ในการผสม ความหนืดมูนี และการคลายตัวของความเค้น การศึกษาสมบัติหลังวัลคาไนซ์ ได้แก่ ความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืดจนขาด มอดูลัสที่ระยะยืด 300% ความแข็ง (Shore A) ความต้านทานต่อการฉีกขาด ความต้านทานต่อการบ่มเร่ง ความต้านทานต่อการสึกหรอ ความสามารถในการคืนรูปหลังการกด สมบัติเชิงพลวัต และลักษณะสัณฐานวิทยา ซึ่งได้ผลการทดลองแสดงดังต่อไปนี้

4.2.1 สมบัติก่อนการวัลคาไนซ์ของยางที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน

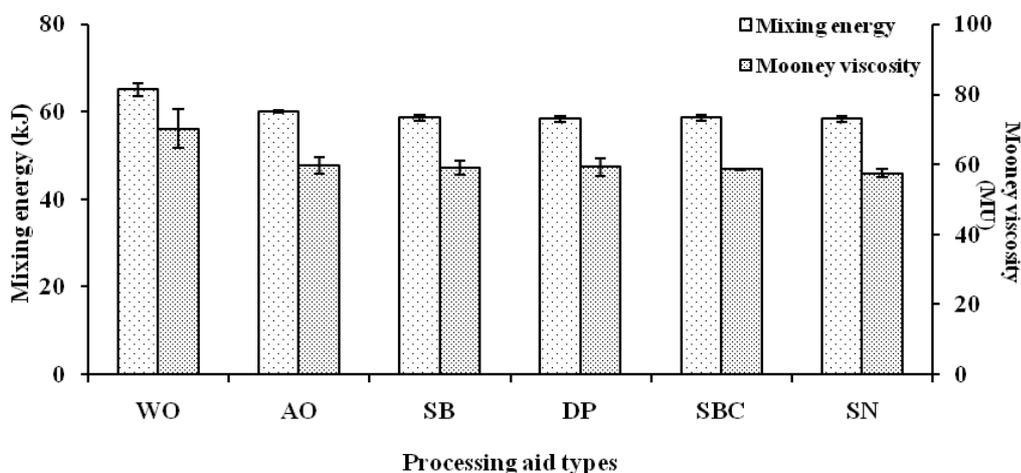
สมบัติก่อนการวัลคาไนซ์ของยางที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน แสดงดังตารางที่ 4.8-4.10 และรูปที่ 4.16-4.20



รูปที่ 4.16 ค่าทอร์กการผสมตามเวลาการผสมของยางคอมพาวนด์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน

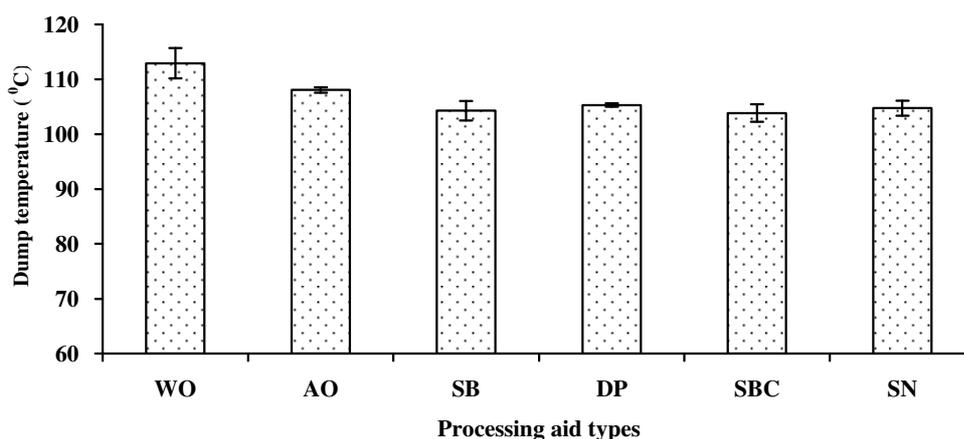
รูปที่ 4.16 แสดงค่าทอร์กการผสมตามเวลาการผสมของยางคอมพาวนด์ และรูปที่ 4.17 แสดงพลังงานการผสมและความหนืดมูนีของยางคอมพาวนด์ที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดต่างๆ ซึ่งจากการทดลองพบว่า การใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด คือ Stearyl benzoate (SB), Distearyl phthalate (DP), Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC) และ Stearyl-1-naphthoate (SN) ใช้พลังงานในการผสมและมีความหนืดมูนีที่

น้อยกว่ากรณีที่ไม่ใช้สารช่วยในการแปรรูปอย่างชัดเจน รวมถึงการเปลี่ยนแปลงค่าทอร์คระหว่าง การผสม สาเหตุเนื่องมาจากสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิดมีโครงสร้างของเอสเทอร์ที่เป็นองค์ประกอบ 2 ส่วน คือส่วนที่เป็นอะโรมาติก ซึ่งจะเข้ากันได้ดีกับขี้น้ำมัน เนื่องจาก โครงสร้างของขี้น้ำมันคล้ายกับโครงสร้างของอะโรมาติก จึงสามารถแทรกเข้าไปในขี้น้ำมันได้ดี ทำให้ขี้น้ำมันไม่จับกลุ่มกันเป็นก้อน ส่งผลให้ขี้น้ำมันกระจายตัวในยางได้ดี (พรพรรณ, 2528) ส่วนที่เป็น alkyl chain ซึ่งจะทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่นให้กับโมเลกุลยาง ทำให้โมเลกุลยางเคลื่อนไหวได้ ง่ายขึ้น ส่งผลให้การใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์มีพลังงานการผสมน้อยลงและมีความหนืด มุนนี้ที่น้อยลงด้วย และจากการทดลองพบว่าการใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติก เอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด มีการใช้พลังงานในการผสมและความหนืดมุนนี้ที่ใกล้เคียงกับการ ใช้ขี้น้ำมันอะโรมาติก ผลการทดลองสอดคล้องกับงานวิจัยของ Dasgupta *et al.*, (2007) ซึ่งพบว่า การใช้สารพวก triglyceride ทั่วๆ ไปที่ได้จากธรรมชาติ เช่น น้ำมันจากพืช ซึ่งจะมี fatty acid หลายชนิด รวมอยู่ ก็สามารถลดความหนืดของยางคอมพาวนด์ได้ดี และมีประสิทธิภาพในการช่วยผสมยางกับ ขี้น้ำมันได้ใกล้เคียงกับการใช้ขี้น้ำมันอะโรมาติก และเมื่อเปรียบเทียบการใช้พลังงานในการผสมและ ค่าความหนืดมุนนี้ระหว่างสารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์แต่ละชนิดที่ สังเคราะห์ขึ้นพบว่ามีความพลังงานการผสมและความหนืดมุนนี้ที่ใกล้เคียงกันมาก เนื่องจาก โครงสร้างของสารช่วยในการแปรรูปที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด เป็นสารชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอส เทอร์ และมีโครงสร้างทางเคมีค่อนข้างคล้ายกัน ทำให้มีประสิทธิภาพในการช่วยผสมที่ใกล้เคียงกัน ส่งผลให้พลังงานการผสมและค่าความหนืดมุนนี้จากการใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ทั้ง 4 ชนิด ที่ไม่แตกต่างกันมากนัก



รูปที่ 4.17 พลังงานการผสม และความหนืดมุนนี้ของยางคอมพาวนด์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติก เอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้ขี้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้ขี้น้ำมัน

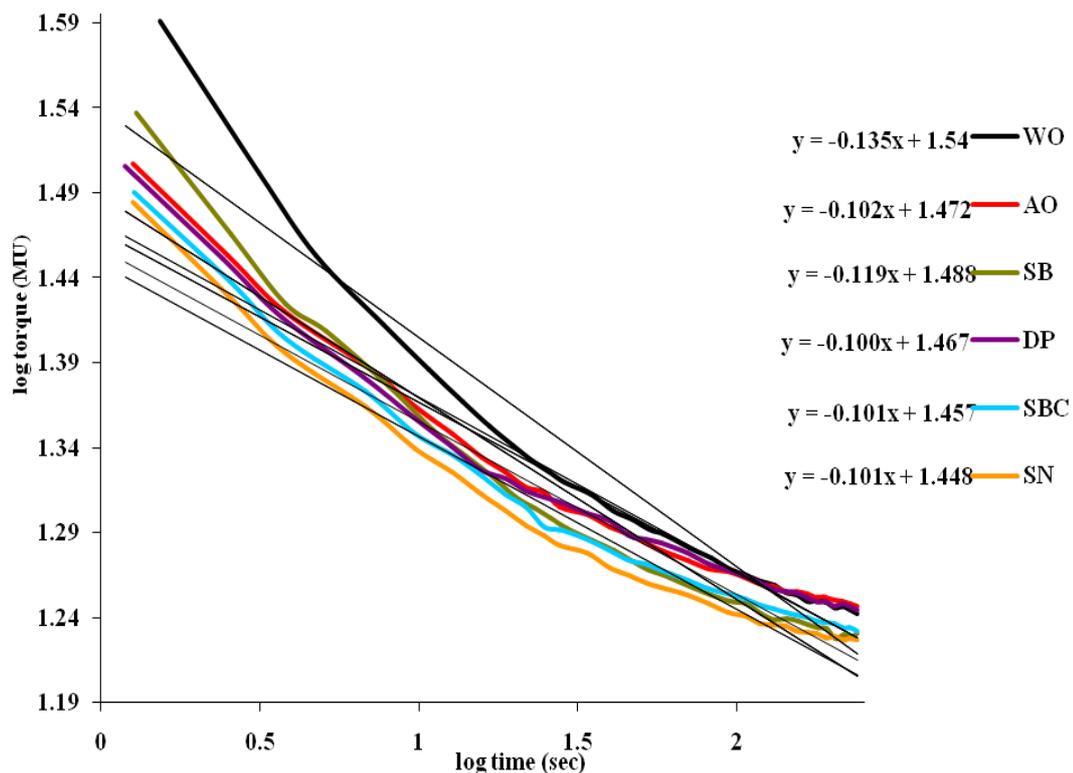
รูปที่ 4.18 แสดงค่าอุณหภูมิของยางคอมพาวนด์สูตรที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้สารช่วยในการแปรรูปยางคอมพาวนด์ ภายหลังจากการผสม ซึ่งจากการทดลองพบว่าการใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด มีอุณหภูมิสุดท้ายของการผสมน้อยกว่าทั้งกรณีที่ไม่ใช้น้ำมัน และใช้น้ำมันอะโรมาติกค่อนข้างชัดเจน เนื่องจากในสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นมีส่วนของ alkyl chain ซึ่งจะทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่นให้กับโมเลกุลยาง ทำให้ยางอ่อนตัวลง การผสมทำได้ง่ายขึ้น ดังนั้นอุณหภูมิของการผสมจึงน้อยลง (พรพรรณ, 2528) และส่งผลต่อเนื่องให้อุณหภูมิของยางคอมพาวนด์ภายหลังจากการผสมจึงลดลงด้วย และผลการทดลองก็สอดคล้องกับผลของพลังงานที่ใช้ในการผสมและความหนืดมูนนี้ ซึ่งแสดงในรูปที่ 4.17 นั่นคือการใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด ใช้พลังงานในการผสมและมีความหนืดมูนนี้ที่น้อยกว่ากรณีที่ไม่ใช้น้ำมันอย่างชัดเจน และมีค่าน้อยกว่าการใช้น้ำมันอะโรมาติก



รูปที่ 4.18 อุณหภูมิของยางคอมพาวนด์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน ภายหลังจากการผสม

รูปที่ 4.19 แสดงค่าการคลายตัวของความเค้นของยางคอมพาวนด์ ที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปต่างชนิดกัน ซึ่งค่าการคลายตัวของความเค้นจะบอกถึงความสามารถในการคืนรูปของยางคอมพาวนด์ โดยจะมีความสัมพันธ์กับค่ามอดูลัส ความชันของกราฟที่เขียนระหว่างค่า log ของเวลา กับค่า log ของมอดูลัส จะแสดงถึงความความยืดหยุ่นของยางคอมพาวนด์ โดยที่ความชันของกราฟต่ำ ยางจะมีความยืดหยุ่นดีกว่าเส้นกราฟที่มีความชันสูง จากผลการทดลองพบว่าการใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด ให้อายุคอมพาวนด์ที่มีค่าความชันของเส้นกราฟที่ใกล้เคียงกัน แต่จะมีความแตกต่างจากยางคอมพาวนด์ไม่ใช้น้ำมันอย่าง

ชัดเจน เนื่องจากการใส่สารช่วยในการแปรรูปทั้ง 4 ชนิดมีทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่นให้กับโมเลกุลยาง และลดการเกี่ยวพันกันของโมเลกุลยาง ทำให้ยางคอมพาวนด์มีความยืดหยุ่นใกล้เคียงกันกับยางคอมพาวนด์ที่ใช้น้ำมันอะโรมาติก



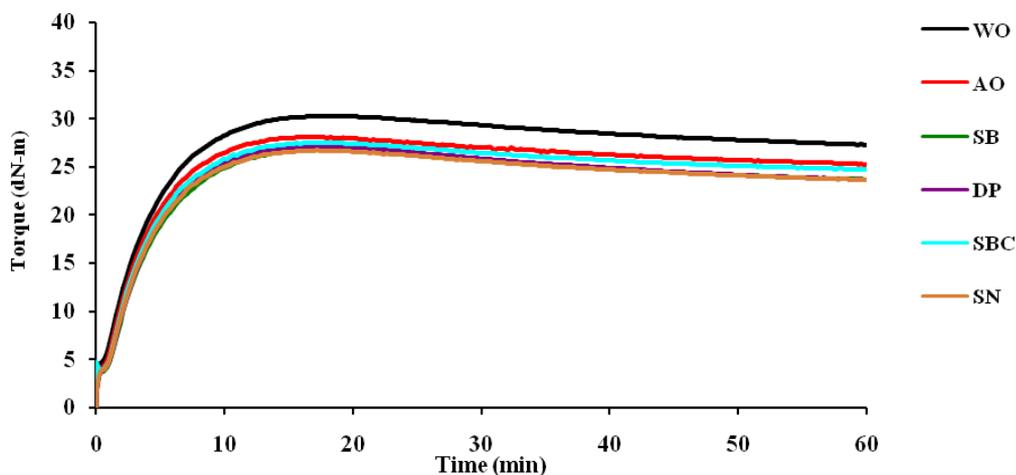
รูปที่ 4.19 การคลายตัวของความเค้นของยางคอมพาวนด์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน

ตารางที่ 4.10 และรูปที่ 4.20 แสดงพฤติกรรมการวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์สูตรที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน ซึ่งจากการทดลองพบว่ายางคอมพาวนด์จากการใส่สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ 4 ชนิด คือ Stearyl benzoate (SB), Distearyl phthalate (DP), Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC) และ Stearyl-1-naphthoate (SN) มีสมบัติการวัลคาไนซ์ที่ใกล้เคียงกันทั้งค่าทอร์คต่ำสุด ค่าความแตกต่างระหว่างทอร์คต่ำสุดและทอร์คสูงสุด เวลาที่ยางเริ่มสกรอร์ช เวลาที่ใช้ในการวัลคาไนซ์ และอัตราของการวัลคาไนซ์ และพบว่ามีสมบัติการวัลคาไนซ์ที่ใกล้เคียงกับการใช้น้ำมันอะโรมาติก ซึ่งแสดงให้เห็นถึงประสิทธิภาพของสารช่วยในการแปรรูปที่สังเคราะห์ขึ้นทั้ง 4 ชนิด ที่ให้ค่าไม่แตกต่างจากการใช้น้ำมันอะโรมาติก ซึ่งเป็นสารช่วยในการแปรรูปที่ใช้งานอยู่ใน

ปัจจุบัน และเมื่อเทียบกับกรณีที่ไม่ใช้น้ำมันพบว่า การใช้สารช่วยในการแปรรูปจะมีค่าทอร์คต่ำสุด ค่าทอร์คสูงสุด รวมถึงค่าความแตกต่างระหว่างทอร์คต่ำสุดและทอร์คสูงสุด น้อยกว่าอย่างชัดเจน ทั้งนี้เนื่องจากสารช่วยในการแปรรูปจะทำให้โมเลกุลของยางเคลื่อนไหวได้ง่ายขึ้น ยางนุ่มลง ทำให้ความหนืดของยางลดลง ค่าทอร์คต่ำสุด และค่าทอร์คสูงสุดจึงต่ำกว่า ซึ่งผลของค่าทอร์คต่ำสุดซึ่งบ่งบอกถึงความสามารถในการไหลของยางคอมพาวนด์สอดคล้องกับผลของความหนืดดังรูปที่ 4.17 ส่วนความแตกต่างของค่าทอร์คสูงสุดกับค่าทอร์คต่ำสุดของยางคอมพาวนด์ที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปมีค่าที่ต่ำกว่ากรณีที่ไม่ใช้น้ำมัน เนื่องจากยางที่ไม่ใช้สารช่วยในการแปรรูป ตัวเขม่าดำ จะเกิดการดึงดูดกันเอง หรือเกิดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคแบบ filler-filler interaction เป็นผลให้การกระจายตัวของเขม่าดำลดลง ทำให้ยางคอมพาวนด์มีค่าความแตกต่างของค่าทอร์คสูงสุดกับค่าทอร์คต่ำสุดสูงกว่าการใช้สารช่วยในการแปรรูป นอกจากนั้นเวลาที่ยางเริ่มสกรอซของยางที่ไม่ใช้น้ำมันจะน้อยกว่ายางที่ใช้สารช่วยในการแปรรูป ส่วนเวลาที่ใช้ในการวัลคาไนซ์ และอัตราของการวัลคาไนซ์ พบว่าไม่มีความแตกต่างกันอย่างชัดเจนระหว่างการใช้กับไม่ใช้น้ำมัน เนื่องจากสารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ 4 ชนิด มีสมบัติเป็นกลางจึงไม่มีผลต่อการรบกวนปฏิกิริยาวัลคาไนเซชัน

ตารางที่ 4.10 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน โดยวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150° C

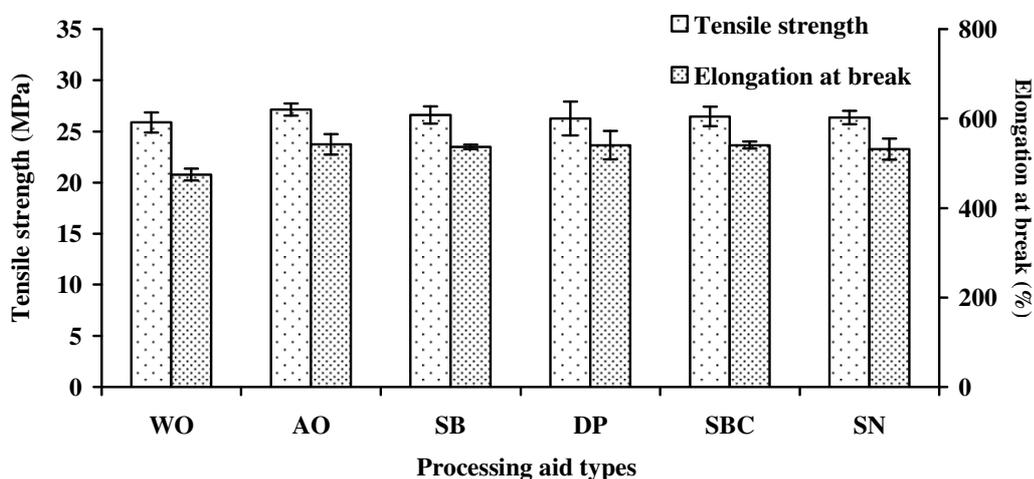
Processing aid types	M_L (dN.m)	M_H-M_L (dN.m)	t_{s1} (min)	t_{c90} (min)	CRI (min ⁻¹)
Without oil (WO)	4.69±0.54	25.89±0.50	0.86±0.04	9.39±0.40	11.65±0.64
Aromatic oil (AO)	4.11±0.11	23.97±0.06	0.96±0.04	9.43±0.85	12.48±0.12
Stearyl benzoate (SB)	3.93±0.19	23.40±0.44	0.99±0.03	9.66±0.22	11.57±0.27
Distearyl phthalate (DP)	3.85±0.07	23.53±0.30	0.94±0.09	9.24±0.26	12.85±0.53
Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC)	3.91±0.11	23.66±0.18	1.01±0.07	8.99±0.21	12.54±0.21
Stearyl 1-naphthoate (SN)	3.96±0.04	22.32±0.64	1.01±0.44	8.50±0.71	12.78±0.30



รูปที่ 4.20 พฤติกรรมการวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน

4.2.2 สมบัติหลังการวัลคาไนซ์ของยางที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน

สมบัติหลังการวัลคาไนซ์ของยางที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน แสดงดังตารางที่ 4.11-4.16 และรูปที่ 4.21-4.27



รูปที่ 4.21 ความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดขนาดของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้ สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน

รูปที่ 4.21 แสดงค่าความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดขนาดของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติก (DAE) และไม่ใช่

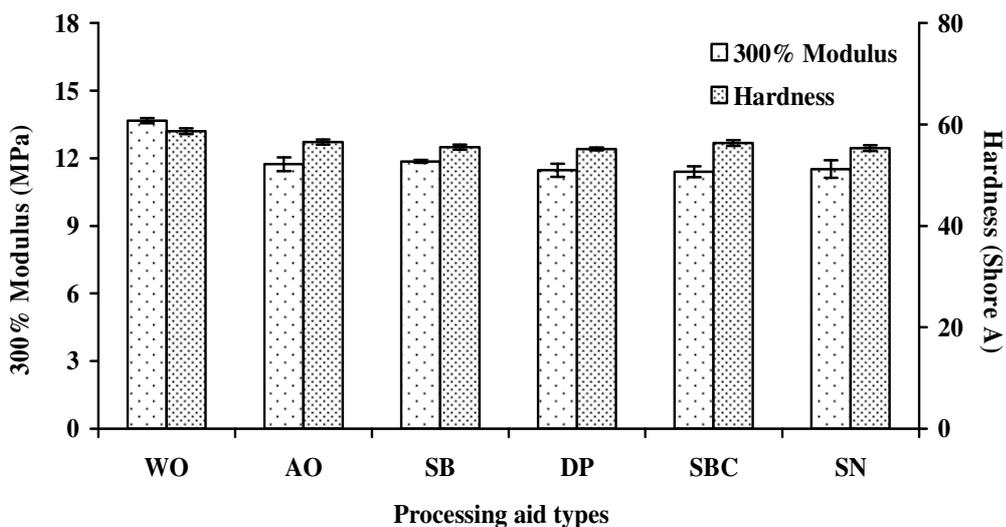
น้ำมัน ซึ่งจากการทดลองพบว่า ค่าความต้านทานต่อแรงดึงของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด มีค่าต่ำกว่าการใช้น้ำมันอะโรมาติกเพียงเล็กน้อย และมีค่าสูงกว่ากรณีที่ไม่ใช้น้ำมันเล็กน้อย เนื่องจากสารช่วยแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์มีส่วนประกอบของอะโรมาติก ซึ่งจะเข้ากันได้ดีกับเขม่าดำ เนื่องจากโครงสร้างของเขม่าดำคล้ายกับโครงสร้างของอะโรมาติก สารช่วยในการแปรรูปจึงสามารถแทรกเข้าไปในเขม่าดำได้ดี ทำให้เขม่าดำไม่จับกลุ่มกันเป็นก้อน ส่งผลให้เขม่าดำกระจายตัวในยางได้ดี ทำให้มีอันตรกิริยาระหว่างยางกับเขม่าดำมากขึ้น (พรพรรณ, 2528) ส่งผลให้ยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์มีค่าความต้านทานต่อแรงดึงสูงกว่ากรณีที่ไม่ใช้น้ำมัน แต่มีค่าต่ำกว่าเมื่อเทียบกับการใช้น้ำมันอะโรมาติก เนื่องจากในน้ำมันอะโรมาติกมีปริมาณของอะโรมาติกสูงเกินไป ทำให้ประสิทธิภาพในการทำให้เขม่าดำเกิดการกระจายตัวสูงกว่า อันตรกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างยางกับเขม่าดำก็จะมากกว่า จึงส่งผลให้ยางที่ใช้ น้ำมันอะโรมาติกเป็นสารช่วยในการแปรรูปมีความต้านทานต่อแรงดึงที่สูงกว่าการใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด อย่างไรก็ตามเนื่องจากความแข็งแรงของยางธรรมชาติเกิดจากความสามารถในการตกผลึกเมื่อดึง ดังนั้นถึงแม้จะมีการใส่สารตัวเติมเสริมแรงแต่ก็จะช่วยเพิ่มความต้านทานต่อแรงดึงเพียงเล็กน้อยเท่านั้น (พรพรรณ, 2540) ซึ่งจากการใช้น้ำมันอะโรมาติกเป็นสารช่วยในการแปรรูปมีความต้านทานต่อแรงดึงสูงกว่ากรณีที่ไม่มีการใช้น้ำมันเพียงเล็กน้อยเท่านั้น

จากการทดลองพบว่าความสามารถในการยึดของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด มีค่าที่ใกล้เคียงกัน และใกล้เคียงกับการใช้น้ำมันอะโรมาติก แต่มีค่าสูงกว่ากรณีที่ไม่ใช้น้ำมัน เนื่องจากสารช่วยในการแปรรูปเป็นสารโมเลกุลสายโซ่สั้น ซึ่งจะทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่นให้กับโมเลกุลยาง ทำให้โมเลกุลคลายตัวได้ง่ายขึ้น ความสามารถในการยึดจนขาดจึงสูงขึ้น

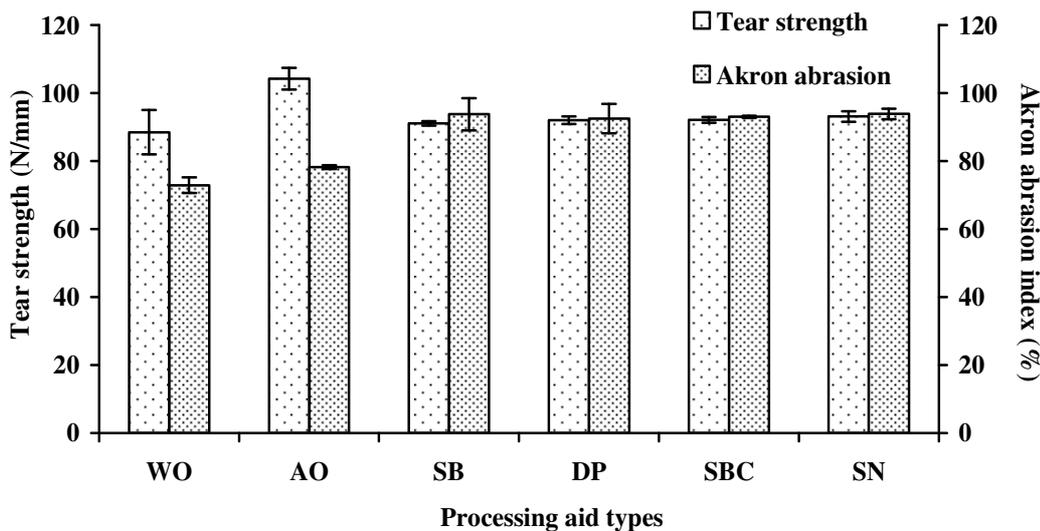
รูปที่ 4.22 แสดงค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 300% และความแข็งแรงของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน ซึ่งจากการทดลองพบว่าค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 300% ของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด มีค่าไม่แตกต่างกันกับการใช้น้ำมันอะโรมาติก อย่างไรก็ตาม จากการทดลองพบว่าการใช้สารช่วยในการแปรรูปมีค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 300% น้อยกว่ากรณีที่ไม่ใช้น้ำมันค่อนข้างชัดเจน ซึ่งอาจเป็นผลมาจากการใช้สารช่วยในการแปรรูปถึงแม้จะทำให้เขม่าดำกระจายตัวได้ดีขึ้น แต่ในขณะที่เดียวกันก็ทำให้การเกี่ยวพันกันของโมเลกุลยางลดลง จึงอาจจะส่งผลให้ค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 300% ลดลงได้เช่นกัน และผลของค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 300% ยังสอดคล้อง

กับผลของค่าความแตกต่างระหว่างค่าทอร์คสูงสุดกับค่าทอร์คต่ำสุด นั่นคือยางคอมพาวนด์ที่มีค่าความแตกต่างระหว่างค่าทอร์คสูงสุดกับค่าทอร์คต่ำสุดสูงกว่า ก็จะมีค่ามอดูลัสที่สูงกว่าด้วย

จากการทดลองพบว่า ความแข็งของยางที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์จะมีค่าไม่แตกต่างกับการใช้น้ำมันอะโรมาติก และมีความแข็งที่ต่ำกว่ายางที่ไม่ใช้น้ำมัน เนื่องจากการใส่สารช่วยในการแปรรูปจะทำให้ยางเกิดการอ่อนตัว ทำให้ความแข็งของยางลดลง (พรพรรณ, 2540)



รูปที่ 4.22 มอดูลัสที่ระยะยืด 300% และความแข็งของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน



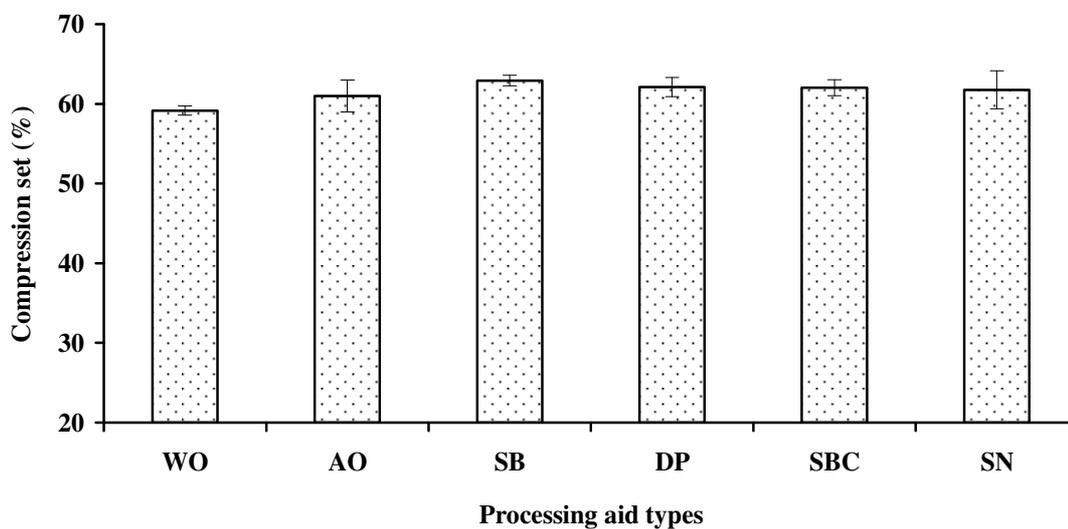
รูปที่ 4.23 ความต้านทานต่อการฉีกขาดและความต้านทานต่อการสึกหรอของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน

รูปที่ 4.23 แสดงค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดและความต้านทานต่อการสึกหรอของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สตีริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน ซึ่งจากการทดลองพบว่าค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดของยางที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสตีริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิดมีค่าที่ใกล้เคียงกัน และมีค่าสูงกว่าการไม่ใช้น้ำมัน แต่มีค่าน้อยกว่าการใช้น้ำมันอะโรมาติกเป็นสารช่วยในการแปรรูป เนื่องจากสารช่วยในการแปรรูปชนิดสตีริลอะโรมาติกเอสเทอร์มีส่วนประกอบของอะโรมาติก จึงช่วยให้เขม่าดำกระจายตัวได้ดีขึ้นเมื่อเทียบกับการไม่ใช้น้ำมัน ทำให้มีอันตรกิริยาระหว่างยางกับเขม่าดำมากขึ้น ทำให้ยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสตีริลอะโรมาติกเอสเทอร์มีค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดสูงกว่ากรณีที่ไม่ใช้น้ำมัน แต่มีค่าต่ำกว่าเมื่อเทียบกับการใช้น้ำมันอะโรมาติก เนื่องจากในน้ำมันอะโรมาติกมีปริมาณของอะโรมาติกสูงกว่ามาก ทำให้ประสิทธิภาพในการทำให้เขม่าดำเกิดการกระจายตัวสูงกว่า อันตรกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างยางกับเขม่าดำก็จะมากกว่า จึงส่งผลให้ยางที่ใช้น้ำมันอะโรมาติกเป็นสารช่วยในการแปรรูปมีความต้านทานต่อการฉีกขาดที่สูงกว่าการใช้สตีริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด

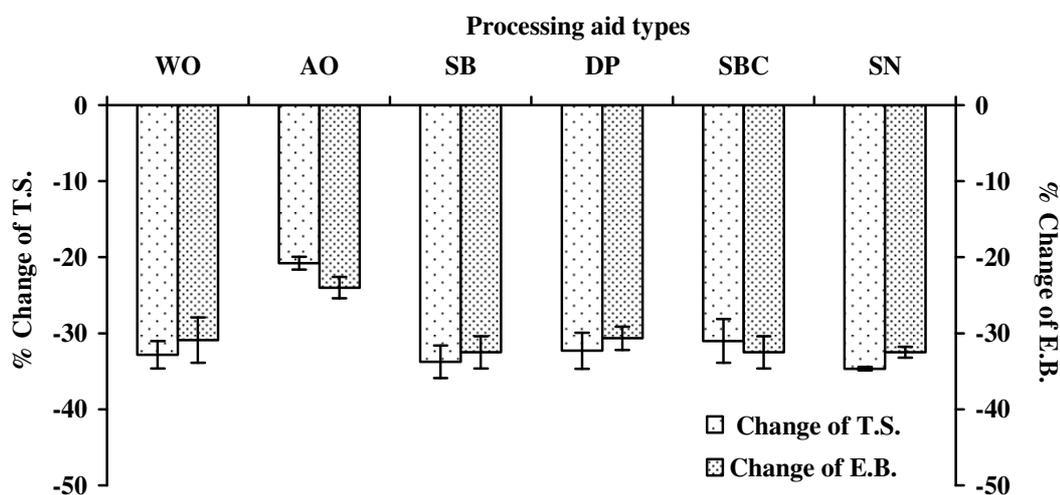
จากการทดลองพบว่า ความต้านทานต่อการสึกหรอของยางที่ใช้ช่วยในการแปรรูปชนิดสตีริลอะโรมาติกเอสเทอร์ทั้ง 4 ชนิด มีค่าความต้านทานต่อการสึกหรอที่สูงกว่ายางที่ใช้ น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน เนื่องจากสารช่วยในการแปรรูปชนิดสตีริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นทำให้ผิวยางมีความลื่นสูงกว่ายางที่ใช้น้ำมันอะโรมาติก และการไม่ใช้น้ำมัน ทำให้แรงเสียดทานที่เกิดขึ้นระหว่างยางกับหินขัดลดลง ประสิทธิภาพจากการขัดถูของหินขัดจึงลดลง ความร้อนที่เกิดขึ้นจากการขัดถูก็จะลดลง ยางจึงเกิดการเสื่อมและมีเศษยางหลุดออกมาจากการขัดน้อยกว่ายางที่ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน ส่งผลให้ทำให้มีความต้านทานต่อการสึกหรอดีกว่า ส่วนในกรณีของยางที่ใช้น้ำมันอะโรมาติกที่มีความต้านทานต่อการสึกหรอที่สูงกว่ากรณีที่ไม่มีการใช้น้ำมัน เนื่องจากการใช้น้ำมันอะโรมาติกเข้าไปในยางจะทำให้เขม่าดำกระจายตัวในยางได้ดี ซึ่ง Boonstra (1971) พบว่ายางที่มีการกระจายตัวของสารเคมีดี ก็จะส่งผลให้ความต้านทานต่อการสึกหรอของยางดีขึ้นเช่นกัน

รูปที่ 4.24 แสดงค่าความสามารถในการคืนรูปหลังการกดของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปต่างชนิดกัน ซึ่งจากการทดลองพบว่า ยางที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสตีริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิดมีค่าการคืนรูปหลังการกดสูงกว่าการใช้น้ำมันอะโรมาติก และไม่มีการใช้น้ำมันเล็กน้อย เนื่องจากการใช้สารช่วยในการแปรรูปจะทำให้ความสามารถในการคืนรูปหลังการกดลดลง เนื่องจากสารช่วยในการแปรรูปจะทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่นให้กับโมเลกุลยาง และลดการเกี่ยวพันกันของโมเลกุลยาง ทำให้ยางอ่อนตัวลงและมี

ความสามารถในการคืนรูปลดลง ส่งผลให้ความสามารถในการคืนรูปหลังการกดลดลงด้วย (พรพรรณ, 2540)



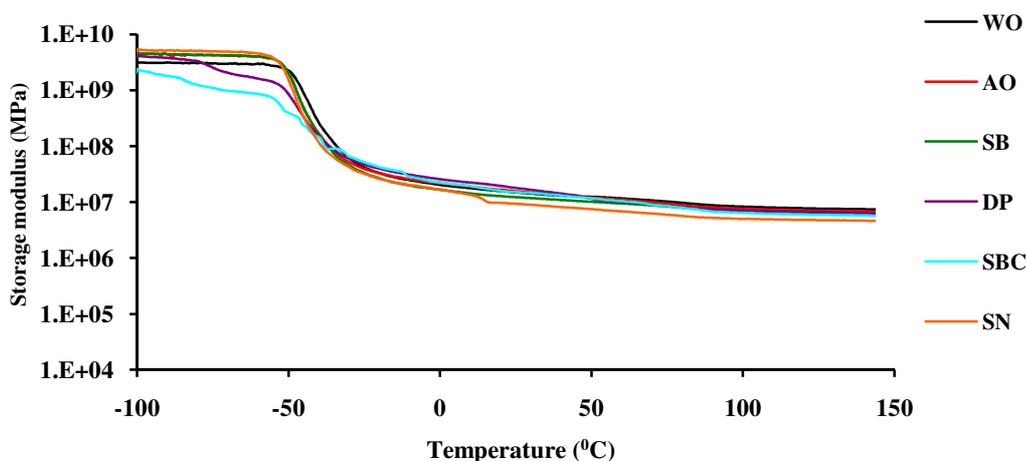
รูปที่ 4.24 ความสามารถในการคืนรูปหลังการกดของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน



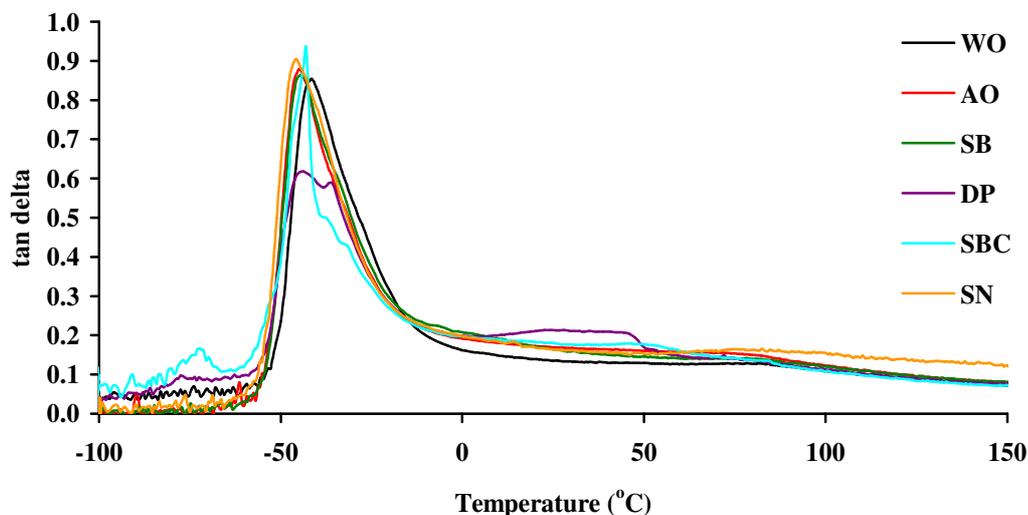
รูปที่ 4.25 การเปลี่ยนแปลงของความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดจนขาด ภายหลังการบ่มเร่งของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน

รูปที่ 4.25 แสดงเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของความต้านทานต่อแรงดึง และความสามารถในการยืดจนขาด จากการบ่มแรงที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 22 ชั่วโมง ซึ่งจากการทดลองพบว่ายางที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด มีค่าการเปลี่ยนแปลงของความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดจนขาดหลังการบ่มแรงไม่แตกต่างกันอย่างชัดเจน และมีค่าใกล้เคียงกับกรณีที่ไม่มีการใช้น้ำมัน และมีค่าสูงกว่ากรณีที่ใช้ไขมันอะโรมาติกเป็นสารช่วยในการแปรรูป เนื่องจากยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด มีความเสถียรต่อความร้อนที่น้อยกว่ากรณีที่ใช้ไขมันอะโรมาติกเป็นสารช่วยในการแปรรูป น่าจะมีสาเหตุเนื่องจากการบ่มแรงนอกจากทำให้เกิดการขาดของพันธะเชื่อมโยงของสายโซ่ยางแล้ว สารที่เกิดการสลายตัวอาจจะทำให้หมู่คาร์บอนซิลของเอสเทอร์เกิดการแตกตัวด้วย ทำให้ในระบบมีปริมาณของอนุมูลอิสระมากกว่าทั้งกรณีที่ใช้ไขมันอะโรมาติกและไม่ใช้ไขมัน ส่งผลให้การเสื่อมสลายของสายโซ่โมเลกุลยางมากขึ้น ความเสถียรต่อความร้อนจึงน้อยลง ดังนั้นยางคอมพาวนด์ที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิดจึงมีความต้านทานต่อการบ่มแรงที่น้อยกว่ายางคอมพาวนด์ที่ใส่ไขมันอะโรมาติกอย่างชัดเจน และมีความต้านทานต่อการบ่มแรงที่น้อยกว่ายางที่ไม่ใช้ไขมันเล็กน้อย

อย่างไรก็ตามสมบัติด้านความต้านทานต่อการบ่มแรงสามารถที่จะปรับปรุงให้ดีขึ้นได้ด้วยการเติมสารต้านการเสื่อม ซึ่งในสูตรยางคอมพาวนด์โดยทั่วไปก็มีการใช้สารต้านการเสื่อมอยู่ด้วยเนื่องจากยางธรรมชาติเป็นยางที่มีพันธะคู่ในปริมาณสูงมากจึงว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน สารต้านการเสื่อมจะทำให้สมบัติการบ่มแรงดีขึ้นอย่างเห็นได้ชัด



รูปที่ 4.26 Storage modulus ของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน



รูปที่ 4.27 Tan delta ของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน

ตารางที่ 4.16 Glass transition temperature (Tg) ของยางแต่ละสูตรที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน

Processing aid types	Glass transition temperature (Tg, °C)
Without oil (WO)	-40.3
Aromatic oil (AO)	-44.4
Stearyl benzoate (SB)	-44.4
Distearyl phthalate (DP)	-44.1
Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC)	-44.4
Stearyl 1-naphthoate (SN)	-45.7

จากตาราง 4.16 และรูปที่ 4.27 แสดงค่าอุณหภูมิคล้ายแก้ว (Glass transition temperature, Tg) ของยางคอมพาวนด์แต่ละสูตรที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน ซึ่งจากการทดลองพบว่า การใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ขึ้น จะมีค่า Tg ของยางวัลคาไนซ์ที่ใกล้เคียงกับการใช้น้ำมันอะโรมาติก และมีค่า Tg ที่ต่ำกว่ายางที่ไม่มีการใช้น้ำมัน เนื่องจากการใส่สารช่วยในการแปรรูปทั้งสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ และน้ำมันอะโรมาติกจะทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่นให้กับโมเลกุลของ

ยาง ทำให้ยางอ่อนตัวลง และปริมาณการเกี่ยวพันกันของโมเลกุลยางลดลง ทำให้โมเลกุลมีความเป็นอิสระมากขึ้น ทำให้โมเลกุลสามารถขยับตัวได้ที่อุณหภูมิต่ำลง นั่นคือจะมีค่า T_g ที่ลดลง ซึ่งจะส่งผลให้ยางมีสมบัติด้านความยืดหยุ่นที่ดีขึ้นสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิต่ำลง

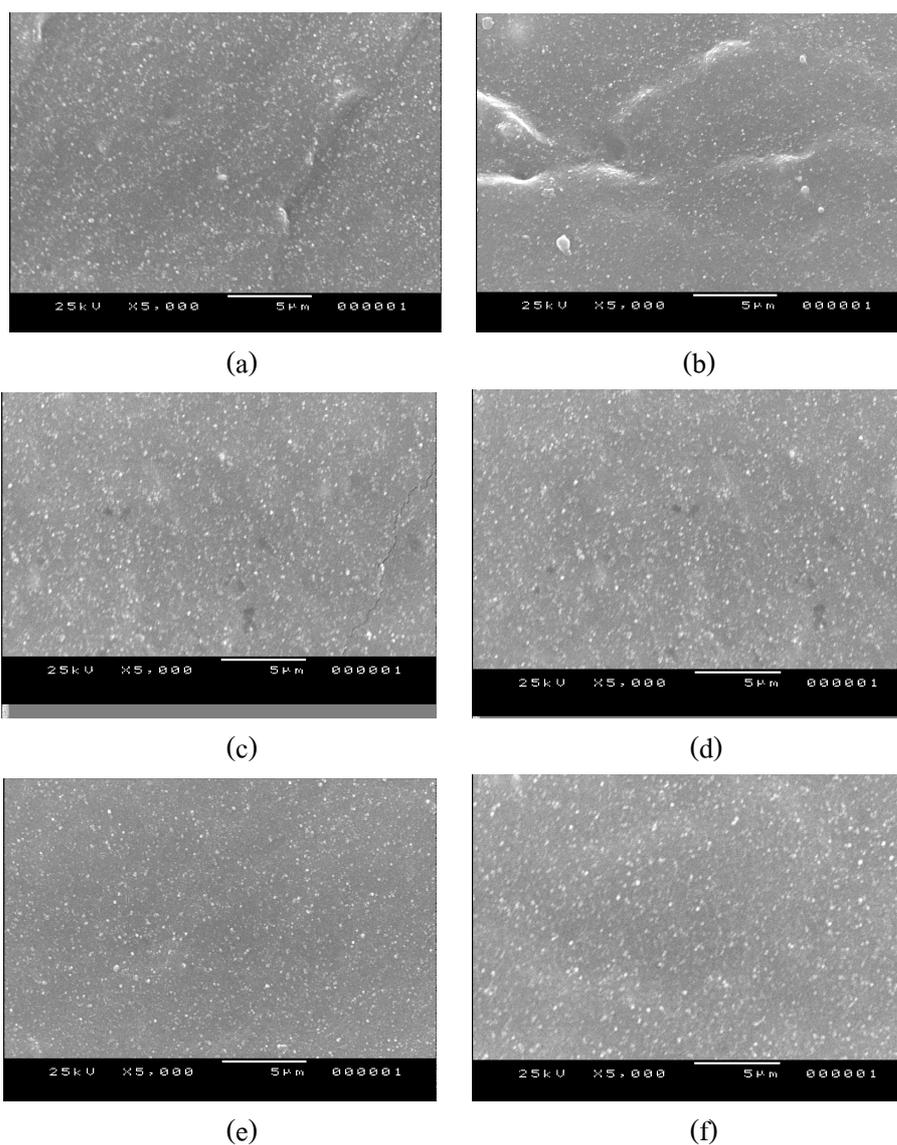
4.2.3 สมบัติด้านสัญญาณวิทยาของยางที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน

สมบัติด้านสัญญาณวิทยาของยางที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ชนิดต่างๆ ใช้น้ำมันอะโรมาติกและไม่ใช้น้ำมัน แสดงดังรูปที่ 4.28

รูปที่ 4.28 แสดงสัญญาณวิทยาของยางคอมพาวนด์ที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปต่างกัน ซึ่งจากผลการทดลองพบว่า การใช้น้ำมันอะโรมาติกเป็นสารช่วยในการแปรรูปจะมีการกระจายตัวของเขม่าดำดีที่สุด (b) ซึ่งสังเกตจากอนุภาคของเขม่าดำมีขนาดเล็กกว่ากรณีที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด (c-f) และการไม่ใช้น้ำมัน (a) ส่วนการใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิดทำให้เขม่าดำเกิดการกระจายตัวได้ดีกว่าการไม่ใช้น้ำมัน เนื่องจากสารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด สามารถแทรกเข้าไปในเขม่าดำได้ดี ทำให้เขม่าดำไม่จับกลุ่มกันเป็นก้อน ส่งผลให้เขม่าดำกระจายตัวในยางได้ดี (พรพรรณ, 2528)

จากการศึกษาการใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์เป็นสารช่วยการแปรรูป (processing aids) ในสูตรยางคอมพาวนด์ โดยที่สารจากการสังเคราะห์ 4 ชนิด คือ Stearyl benzoate (SB), Distearyl phthalate (DP), Stearyl biphenyl-4-carboxylate (SBC) และ Stearyl 1-naphthoate (SN) เมื่อผสมในสูตรยางคอมพาวนด์และทำการศึกษาสมบัติต่างๆ เปรียบเทียบกับกรณีที่ใช้ น้ำมันอะโรมาติกและกรณีที่ไม่ใช้น้ำมัน พบว่าการใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์เป็นสารช่วยในการแปรรูปทั้ง 4 ชนิด ทำให้ยางมีสมบัติทั้งก่อนและหลังการวัลคาไนซ์ที่ใกล้เคียงกัน เนื่องจากสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ทั้ง 4 ชนิดมีโครงสร้างทางเคมีที่คล้ายกัน เปอร์เซ็นต์อะโรมาติกตามตารางที่ 4.6 มีค่าอยู่ระหว่าง 11-37 เปอร์เซ็นต์ แสดงถึงความเป็นอะโรมาติกยังมีค่าต่ำ และวงอะโรมาติกเป็นชนิด 1-2 วง การแสดงความเป็นอะโรมาติกจึงไม่ชัดเจน แต่ก็มีส่วนช่วยในการกระจายเขม่าดำได้ดีจากการอธิบายถึงสมบัติต่างๆ ของยางคอมพาวนด์ข้างต้น จึงไม่สามารถแสดงให้เห็นได้ชัดเจนถึงความแตกต่างของส่วนที่เป็นอะโรมาติกสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ต่อสมบัติของยางคอมพาวนด์ และเมื่อเปรียบเทียบกับกรณีใช้น้ำมันอะโรมาติก พบว่ายางที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ทั้ง 4 ชนิดเป็นสารช่วยในการแปรรูปมีสมบัติก่อนการวัลคาไนซ์ และสมบัติระหว่างการวัลคาไนซ์ไม่แตกต่างกันอย่างชัดเจน ส่วนสมบัติหลังการวัลคาไนซ์อยู่ในระดับที่ต่ำกว่าการใช้น้ำมันอะโรมาติกเล็กน้อย

โดยเฉพาะสมบัติด้านความต้านทานต่อการบ่มเร่ง แต่ก็มีบางสมบัติที่ขางที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ดีกว่าการใช้น้ำมันอะโรมาติกคือ สมบัติด้านความต้านทานต่อการสึกหรอ อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบระหว่างการใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์กับไม่ใช้น้ำมัน พบว่ายางคอมพาวนด์ที่มีการใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ทั้ง 4 ชนิดเป็นสารช่วยในการแปรรูปมีสมบัติดีกว่าไม่ใช้น้ำมันทั้งก่อนและหลังการวัลคาไนซ์อย่างชัดเจน



รูปที่ 4.28 ลักษณะผิวของยางคอมพาวนด์ โดยการแปรชนิดของสารช่วยในการแปรรูป

(a) ; Without oil, (b) ; Aromatic oil, (c) ; Stearyl benzoate, (d) ; Distearyl phthalate, (e) ; Stearyl biphenyl-4-carboxylate และ (f) ; Stearyl 1-naphthoate

การใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ให้สมบัติด้านความต้านทานต่อการบ่มเร่งของยางคอมพาวนด์ที่ต่ำกว่าการใช้น้ำมันอะโรมาติกค่อนข้างมาก เมื่อเทียบกับสมบัติอื่นๆ ซึ่งอาจถือว่าอยู่ในระดับเดียวกัน จึงมีการใช้สารด้านการเชื่อมร่วมเข้าไปในสูตรยางเพื่อปรับปรุงสมบัติด้านความต้านทานต่อการบ่มเร่งของยางที่ใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์เป็นสารช่วยในการแปรรูปต่อไป

4.3 การศึกษาอิทธิพลของการใช้สารด้านการเชื่อมต่อสมบัติก่อนและหลังวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์

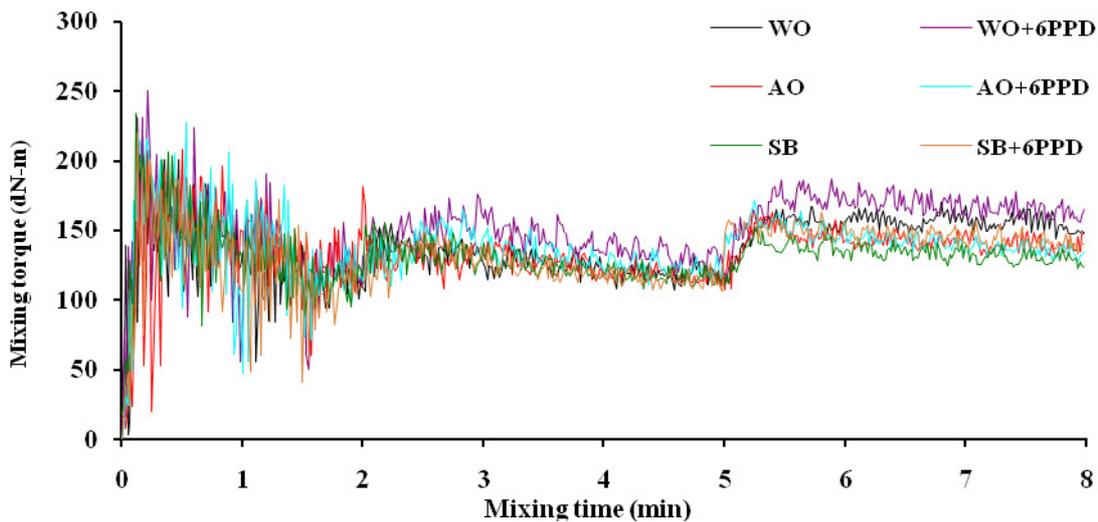
การทดลองเป็นการศึกษาอิทธิพลของการใช้สารด้านการเชื่อมต่อสมบัติก่อนและหลังวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์ โดยสารด้านการเชื่อมที่ใช้คือ 6PPD เนื่องจากความต้านทานต่อการบ่มเร่งของยางที่ใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ค่อนข้างต่ำจากการทดลองในหัวข้อ 4.2 ดังนั้นเพื่อปรับปรุงความต้านทานต่อการบ่มเร่งให้ดีขึ้นจึงทำการศึกษาการใช้สารด้านการเชื่อมควบคู่ไปกับการใช้สารช่วยในการแปรรูปชนิดสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ โดยเลือกทำการศึกษาเฉพาะ Stearyl benzoate (SB) เป็นสารช่วยในการแปรรูปในยางคอมพาวนด์ และยางวัลคาไนซ์ เนื่องจาก Stearyl benzoate แสดงสมบัติก่อนและหลังการวัลคาไนซ์โดยรวมที่เด่นกว่าสารอื่นเล็กน้อยอีกทั้งยังมีราคาต้นทุนในการผลิตที่ต่ำที่สุดในกลุ่มของสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ทั้งหมด ซึ่งมีผลการทดลองแสดงดังต่อไปนี้

4.3.1 สมบัติก่อนการวัลคาไนซ์ของยางที่มีการใช้สารด้านการเชื่อม

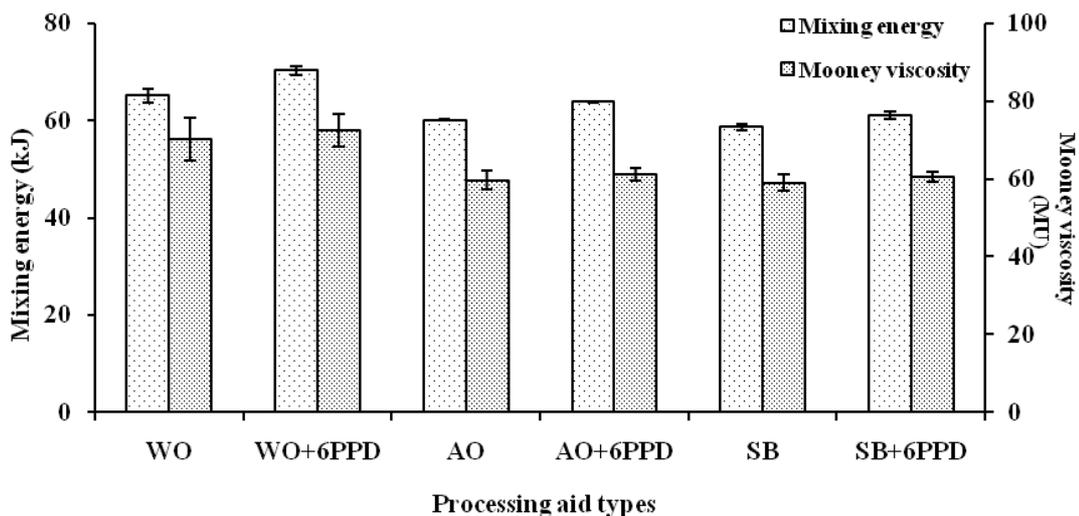
สมบัติก่อนการวัลคาไนซ์ของยางที่มีการใช้สารด้านการเชื่อมแสดงดังตารางที่ 4.17-4.19 และรูปที่ 4.29-4.33

รูปที่ 4.29 แสดงค่าทอร์คการผสมกับเวลาของยางคอมพาวนด์ และรูปที่ 4.30 แสดงพลังงานการผสมและความหนืดมูนนี่ของยางคอมพาวนด์ที่มีการใช้สารด้านการเชื่อม 6PPD ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าการใช้สารด้านการเชื่อมทำให้พลังงานที่ใช้ในการผสมสูงขึ้น เนื่องจากสารด้านการเชื่อมจะช่วยป้องกันการเสื่อมสลายของโมเลกุลยางเนื่องจากความร้อนและแรงเฉือนระหว่างกระบวนการผสมในเครื่องบราเวนเดอร์ (ศุภวัฒน์, 2552) ทำให้น้ำหนักโมเลกุลของยางสูงกว่ายางคอมพาวนด์ที่ไม่มีการใช้สารด้านการเชื่อม ส่งผลให้ยางมีความหนืดสูงขึ้น และจำเป็นต้องใช้พลังงานในการบดผสมที่สูงขึ้น และเมื่อต้องใช้พลังงานในการผสมที่สูงขึ้นก็จะส่งผลให้อุณหภูมิของยางขณะบดผสม รวมทั้งอุณหภูมิของยางคอมพาวนด์ภายหลังการผสมสูงขึ้นเช่นกัน ซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.31 และผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับผลของการคลายตัวของความเค้นของ

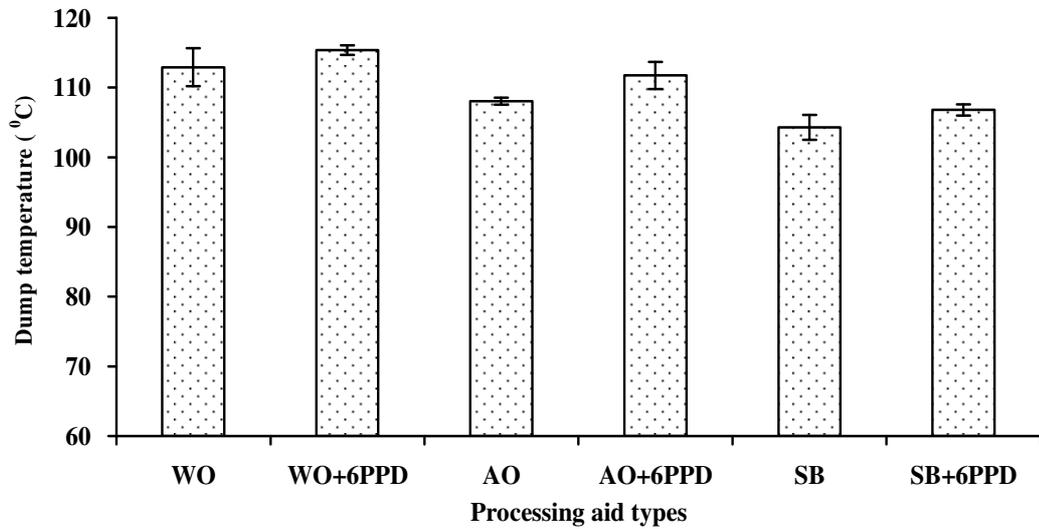
ยางคอมพาวด์ ดังรูปที่ 4.32 ซึ่งพบว่าการใช้สารด้านการเสื้อมจะทำให้ยางคอมพาวด์มีความยืดหยุ่นน้อยลง ทั้งนี้ยางคอมพาวด์ที่ไม่ใช้น้ำมันก็ยังคงมีความแตกต่างจากการใช้น้ำมันและ Stearyl benzoate อย่างเห็นได้ชัดเจน



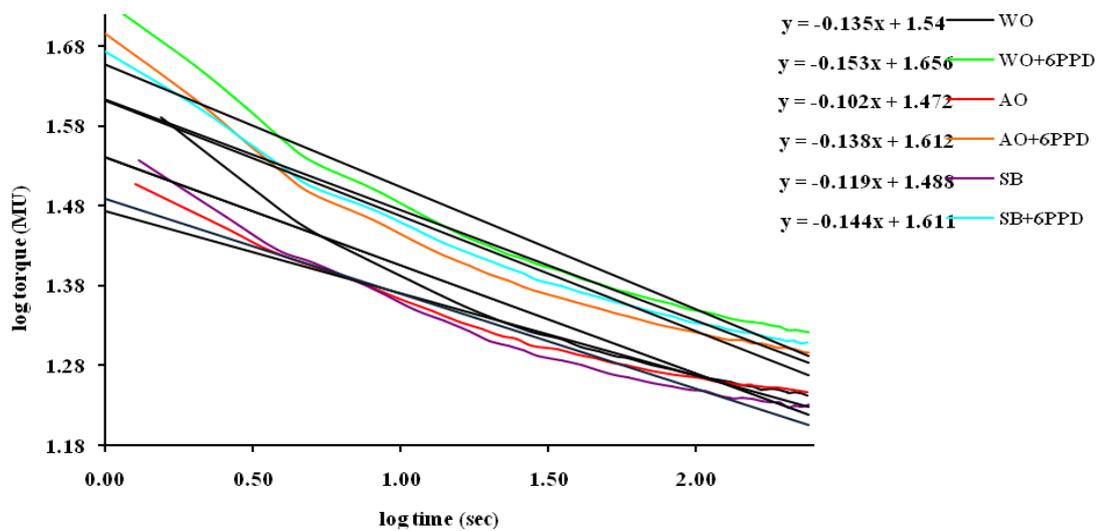
รูปที่ 4.29 ความสัมพันธ์ระหว่างทอร์กการผสมกับเวลาของยางคอมพาวด์ที่มีการใช้สารด้านการเสื้อม



รูปที่ 4.30 พลังงานการผสมและความหนืดมูนนี่ของยางคอมพาวด์ที่มีการใช้สารด้านการเสื้อม



รูปที่ 4.31 อุณหภูมิของยางคอมพาวนด์ภายหลังการผสมที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม



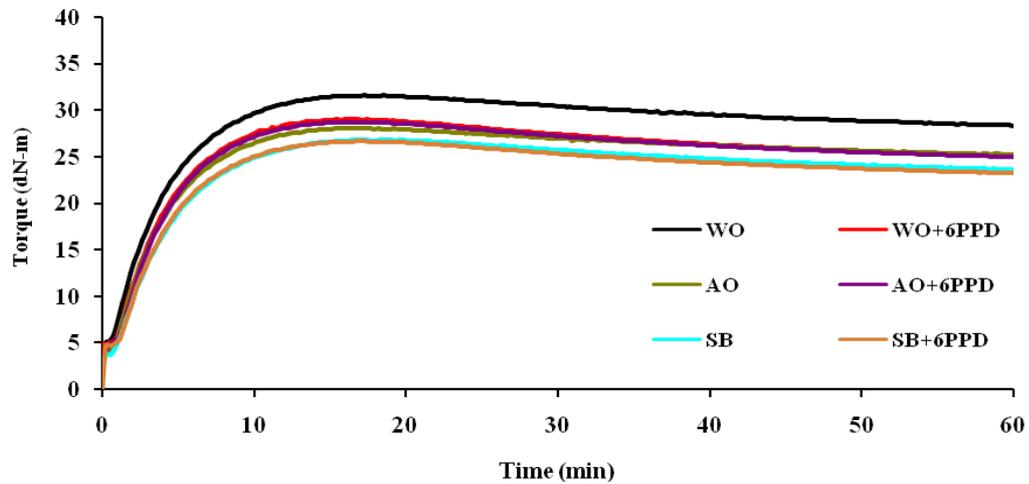
รูปที่ 4.32 Stress relaxation ของยางคอมพาวนด์ที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม

จากตารางที่ 4.19 และรูปที่ 4.33 แสดงพฤติกรรมการวัลคาไนซ์ที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม ซึ่งจากผลการทดลองพบว่า การใช้สารต้านการเสื่อม ส่งผลให้พฤติกรรมการวัลคาไนซ์เปลี่ยนไปเล็กน้อย โดยพบว่าทอร์คต่ำสุดของยางคอมพาวนด์มีค่าสูงขึ้น เนื่องจากการใช้สารต้านการเสื่อม ทำให้พลังงานที่ใช้ในการผสมสูงขึ้น เนื่องจากสารต้านการเสื่อมจะช่วยป้องกันการเสื่อมสลายของโมเลกุลยางเนื่องจากความร้อนและแรงเฉือนระหว่างกระบวนการผสมในเครื่องบราเวนเดอร์ (สุภวัฒน์, 2552) ทำให้น้ำหนักโมเลกุลของยางสูงกว่ายางคอมพาวนด์ที่ไม่มีการใช้

สารต้านการเสื่อม ทำให้ค่าทอร์คต่ำสุดมีค่าสูงขึ้น ซึ่งผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับผลของค่าความเหนียวนี้ และค่าการคลายตัวของความเค้น ดังรูปที่ 4.30 และ 4.32 ตามลำดับ และยังสอดคล้องกับงานวิจัยของ Ismail and Anuar (1998) ซึ่งพบว่าการใช้สารต้านการเสื่อมร่วมกับสารเคมีชนิดอื่นในสูตรยางจะทำให้ทอร์คต่ำสุดมีค่าสูงขึ้น เช่นเดียวกับงานวิจัยของ Abd El-Ghaffar *et al.* (2003) ส่วนค่าความแตกต่างระหว่างทอร์คสูงสุดกับทอร์คต่ำสุดลดลงเล็กน้อย นอกจากนี้พบว่าการใช้สารต้านการเสื่อมทำให้เวลาที่ยางเริ่มสกรอซ์เพิ่มขึ้น เนื่องจากสารต้านการเสื่อมเข้าไปจับกับอนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาวัลคาไนเซชัน ทำให้ปฏิกิริยาเริ่มต้นช้าลง และพบว่าเวลาในการวัลคาไนซ์ลดลง ส่งผลให้อัตราการวัลคาไนซ์มีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากสารต้านการเสื่อมกลุ่มเอมีนมีผลต่อปฏิกิริยาวัลคาไนเซชันทำให้ความว่องไวในส่วนของ active sulfurating agent เพิ่มขึ้น จากการที่เอมีนทำตัวเป็นลิแกนด์ (ligands) ส่งอิเล็กตรอนให้และเกิดเป็นสารเชิงซ้อนปฏิกิริยาวัลคาไนซ์จึงเกิดได้เร็วขึ้น

ตารางที่ 4.19 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์ที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม โดยวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C

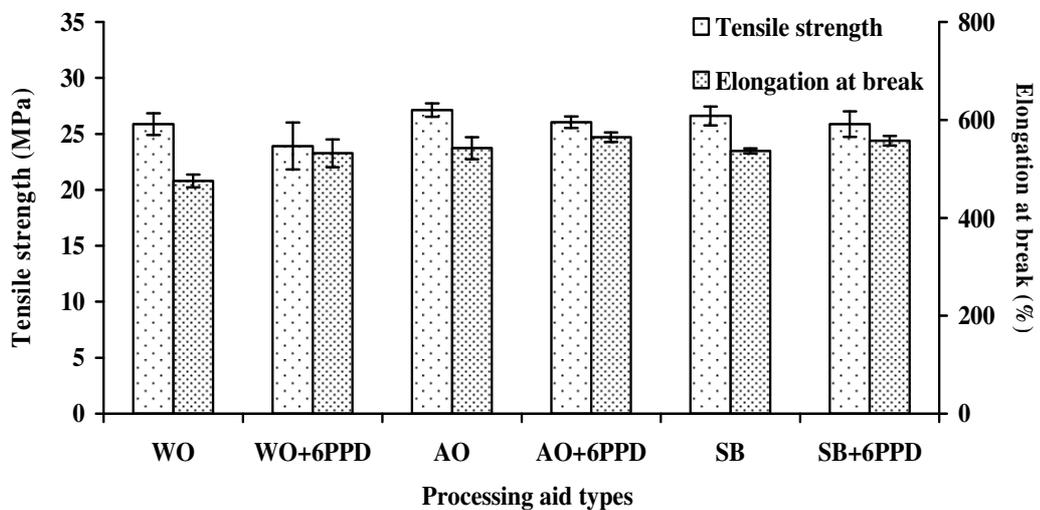
Processing aid types	M_L (dN.m)	M_H-M_L (dN.m)	t_{s1} (min)	t_{c90} (min)	CRI (min ⁻¹)
Without oil (WO)	4.69±0.54	25.89±0.50	0.86±0.04	9.39±0.40	11.65±0.64
Without oil + 6PPD					
(WO + 6PPD)	5.30±0.35	25.02±0.01	1.06±0.01	8.97±0.11	12.67±0.20
Aromatic oil (AO)	4.11±0.11	23.97±0.06	0.96±0.04	9.43±0.85	12.48±0.12
Aromatic oil + 6PPD					
(AO + 6PPD)	4.89±0.30	23.79±0.15	1.18±0.03	8.99±0.11	12.81±0.24
Stearyl benzoate (SB)	3.93±0.19	23.40±0.44	0.99±0.03	9.66±0.22	11.57±0.27
Stearyl benzoate + 6PPD					
(SB + 6PPD)	4.31±0.09	23.47±0.01	1.24±0.02	9.10±0.07	12.71±0.16



รูปที่ 4.33 พฤติกรรมการวัดคาบไชน์ของยางคอมพาวด์ที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม

4.3.2 สมบัติหลังการวัดคาบไชน์ของยางที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม

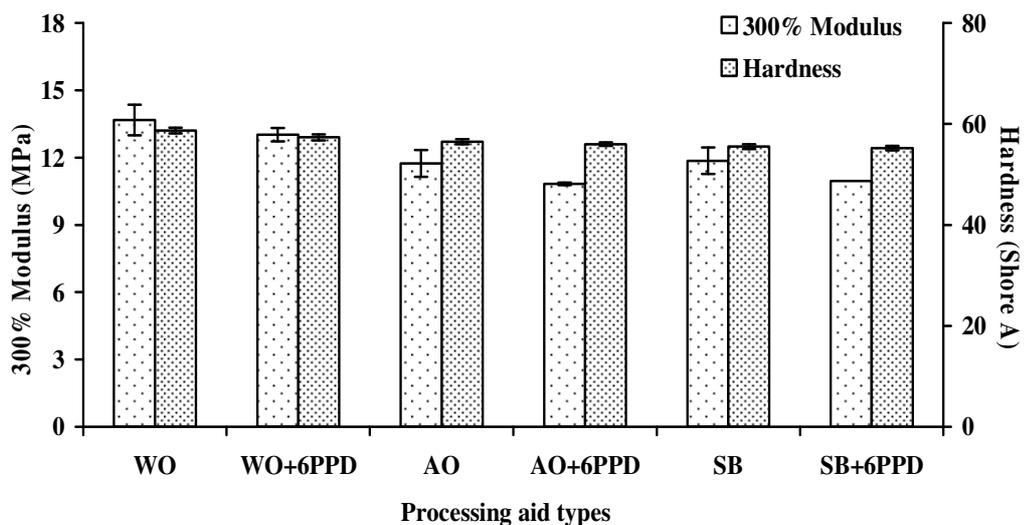
สมบัติหลังการวัดคาบไชน์ของยางที่มีการใช้สารต้านการเสื่อมแสดงดังตารางที่ 4.20-4.25 และรูปที่ 4.34-4.40



รูป 4.34 ความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดจนขาดของยางวัลคาไนซ์ที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม

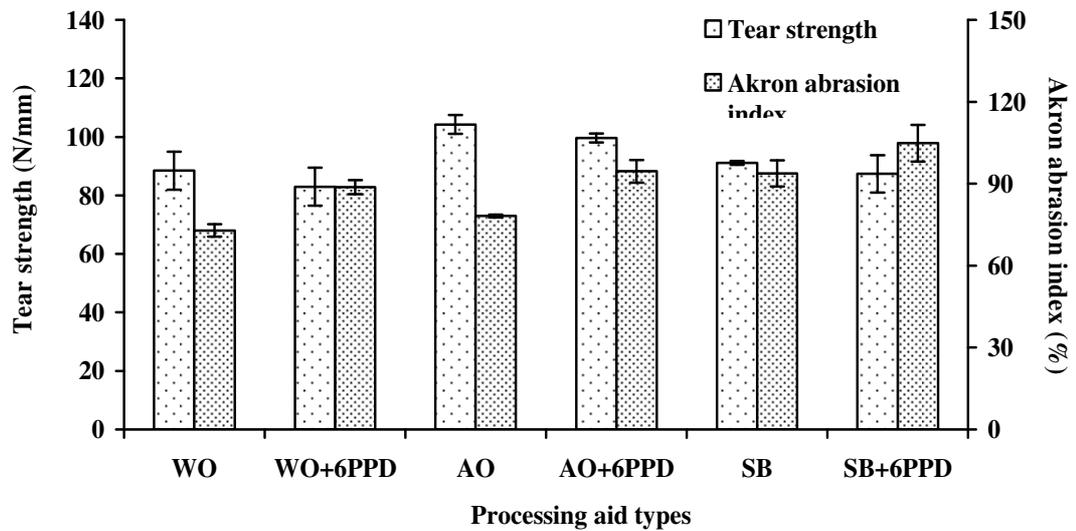
รูปที่ 4.34-4.35 แสดงความต้านทานต่อแรงดึง มอดูลัสที่ระยะยืด 300% และความแข็งของยางวัลคาไนซ์ที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าการใช้สารต้านการเสื่อมทำให้ความต้านทานต่อแรงดึง มอดูลัสที่ระยะยืด 300% และความแข็งมีแนวโน้มลดลงเล็กน้อยเนื่องจากสารต้านการเสื่อมไปรบกวนปฏิกิริยาวัลคาไนเซชัน อาจทำให้ปริมาณพันธะ

เชื่อมโยงลดลง ซึ่งเห็นได้จากผลของค่าความแตกต่างระหว่างทอร์คสูงสุดกับทอร์คต่ำสุดมีค่าลดลงเล็กน้อยเมื่อมีการใช้สารด้านการเชื่อม ดังนั้นเมื่อปริมาณพันธะเชื่อมโยงลดลงก็ส่งผลให้ความต้านทานต่อแรงดึง โมดูลัสที่ระยะยืด 300% และความแข็งลดลงด้วย นอกจากนี้พบว่าการใส่สารด้านการเชื่อมทำให้ความสามารถในการยึดขนาดของยางมีค่าสูงขึ้น เนื่องจากผลของสารด้านการเชื่อมที่ทำให้ปริมาณพันธะเชื่อมโยงลดลง ทำให้ความสามารถในการยึดของยางเพิ่มขึ้น

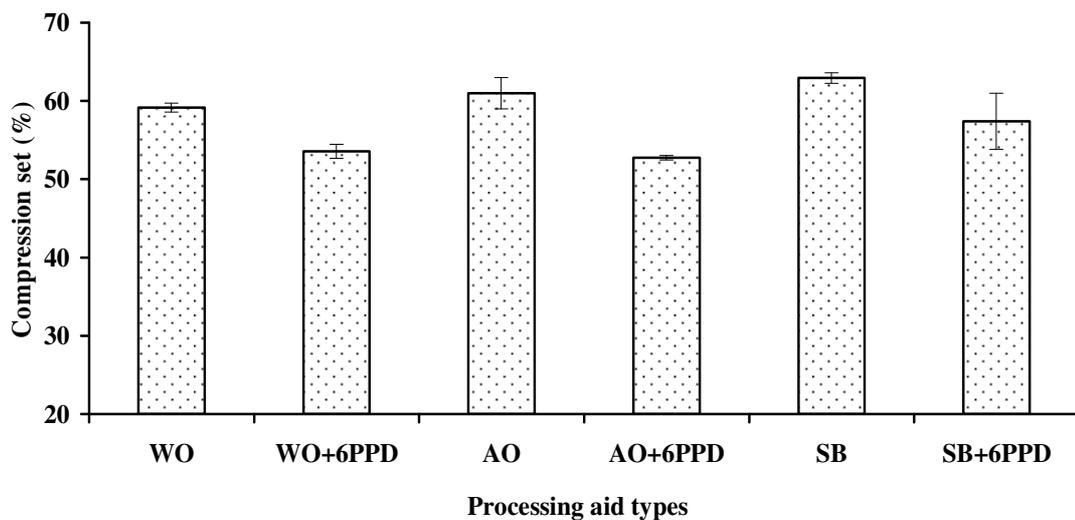


รูปที่ 4.35 โมดูลัสที่ระยะยืด 300% และความแข็งของยางวัลคาไนซ์ที่มีการใช้สารด้านการเชื่อม

จากตารางที่ 4.22 และรูปที่ 4.36 แสดงความต้านทานต่อการฉีกขาด และความต้านทานต่อการสึกหรอของยางวัลคาไนซ์ที่มีการใช้สารด้านการเชื่อม ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าการใช้สารด้านการเชื่อมส่งผลให้ความต้านทานต่อการฉีกขาดลดลงเล็กน้อย เนื่องจากผลของสารด้านการเชื่อมที่ส่งผลต่อปฏิกิริยาวัลคาไนเซชัน ทำให้ปริมาณพันธะเชื่อมโยงลดลง ความแข็งแรงของยางจึงลดลง และส่งผลต่อเนื้อให้มีความต้านทานต่อการฉีกขาดของยางลดลง ส่วนความต้านทานต่อการสึกหรอพบว่า การใช้สารด้านการเชื่อมทำให้ความต้านทานต่อการสึกหรอของยางสูงกว่ากรณีที่ไม่มีการใช้สารด้านการเชื่อม เนื่องจากในกระบวนการทดสอบความต้านทานต่อการสึกหรอเป็นการใช้หินขัด ขัดถูยางให้เนื้อยางบางส่วนสูญเสียไป ซึ่งการที่เนื้อยางบางส่วนจะหลุดออกไป เป็นเพราะการขัดถู ทำให้เกิดความร้อนทำใหยางเชื่อมจึงหลุดออกไป ดังนั้นการใช้สารด้านการเชื่อมซึ่งจะช่วยป้องกันการเสื่อมสลายของโมเลกุลยาง ทำให้มีความต้านทานต่อการสึกหรอที่สูงขึ้น



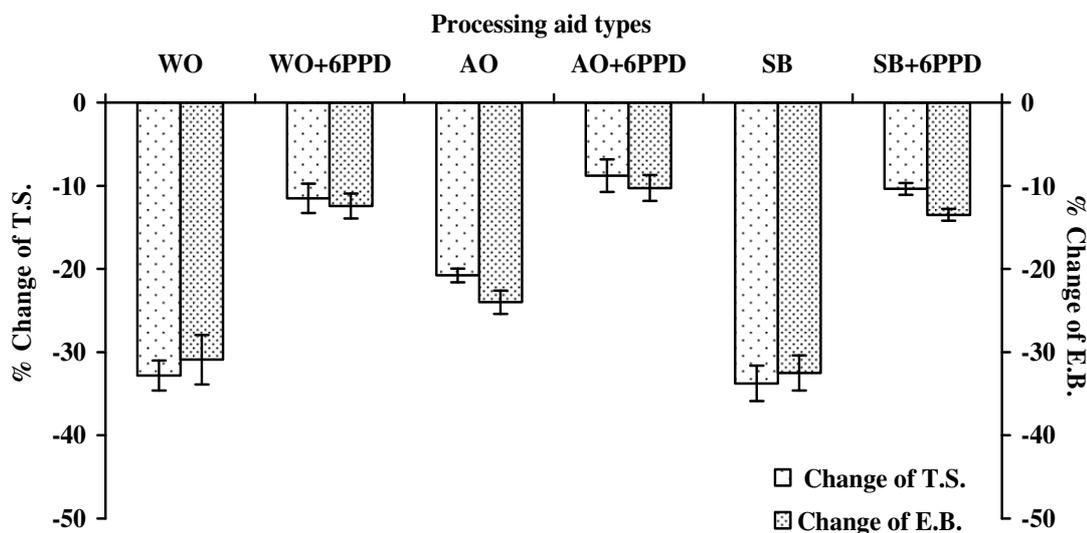
รูปที่ 4.36 ความต้านทานต่อการฉีกขาด และความต้านทานต่อการสึกหรอของยางวัลคาไนซ์ ที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม



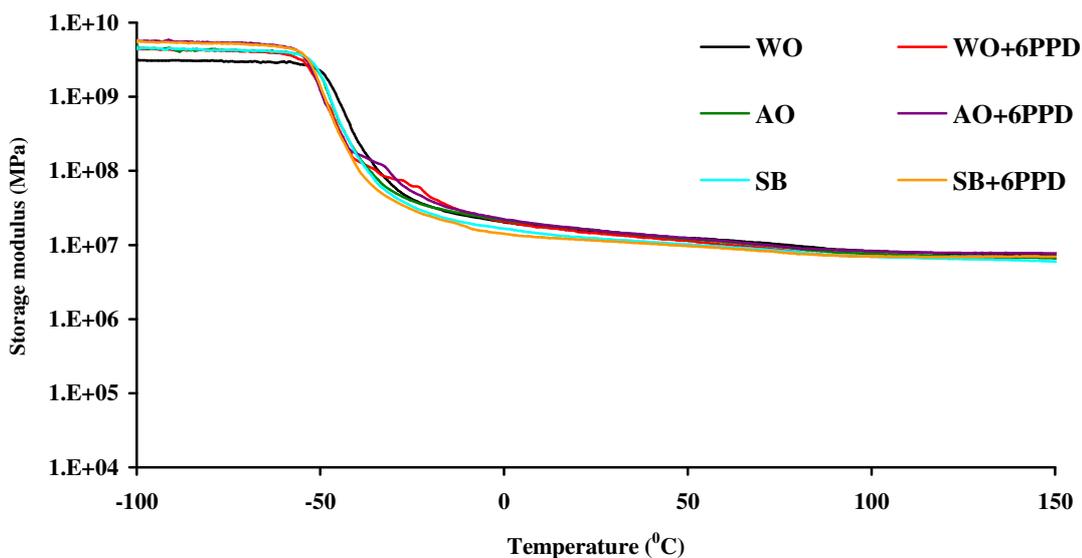
รูปที่ 4.37 ความสามารถในการคืนรูปหลังการกดของยางวัลคาไนซ์ที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม

รูปที่ 4.37-4.38 แสดงค่าความสามารถในการคืนรูปหลังการกดและการเปลี่ยนแปลงของความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดจนขาดภายหลังการบ่มเร่งของยางวัลคาไนซ์ที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าการใช้สารต้านการเสื่อม ทำให้ยางวัลคาไนซ์มีความสามารถในการคืนรูปหลังการกด และความต้านทานต่อการบ่มเร่งที่ดีขึ้น เนื่องจากสารต้านการเสื่อมจะช่วยป้องกันการเสื่อมสภาพซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน โดยสารต้านการเสื่อมจะเข้าไปปรับอนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นจากการเสื่อมสภาพโดยออกซิเจน และมีความร้อน

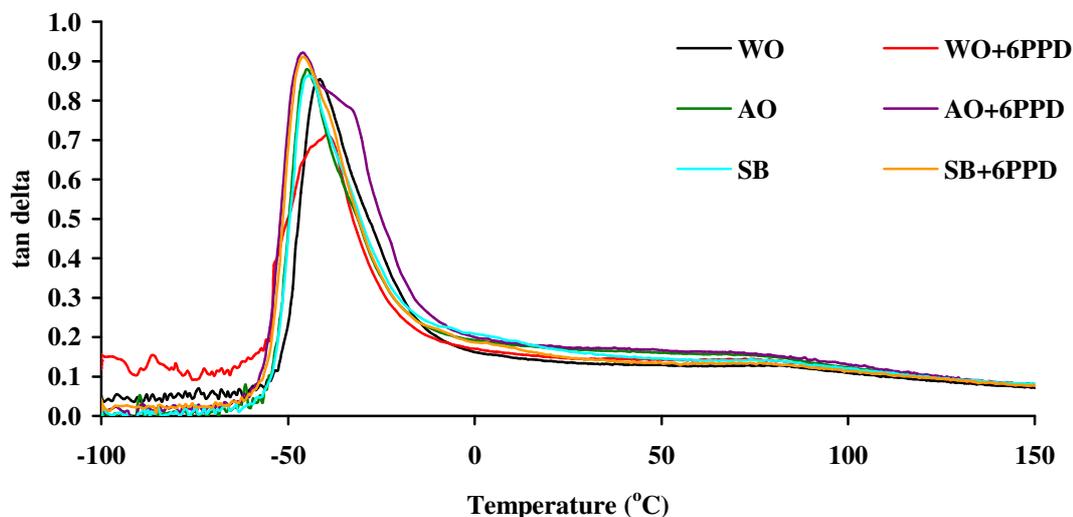
เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำให้อนุผลิสรหมดไป (พรพรรณ, 2528) การเสื่อมสภาพของโมเลกุลยางจึงลดลง ส่งผลให้มีความสามารถในการคืนรูปหลังการกด และความต้านทานต่อการบ่มเร่งที่ดีกว่ากรณีที่ไม่ใช้สารด้านการเสื่อม



รูปที่ 4.38 การเปลี่ยนแปลงของความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดจนขาด ภายหลังการบ่มเร่งของยางวัลคาไนซ์ที่มีการใช้สารด้านการเสื่อม



รูปที่ 4.39 Storage modulus ของยางวัลคาไนซ์ที่มีการใช้สารด้านการเสื่อม



รูปที่ 4.40 tan delta ของยางวัลคาไนซ์ที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม

ตารางที่ 4.25 Glass transition temperature (T_g) ของยางแต่ละสูตรที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม

Processing aid types	Glass transition temperature (T _g , °C)
Without oil (WO)	-40.3
Without oil + 6PPD (WO + 6PPD)	-41.5
Aromatic oil (AO)	-44.4
Aromatic oil (AO + 6PPD)	-45.5
Stearyl benzoate (SB)	-44.4
Stearyl benzoate (SB + 6PPD)	-45.6

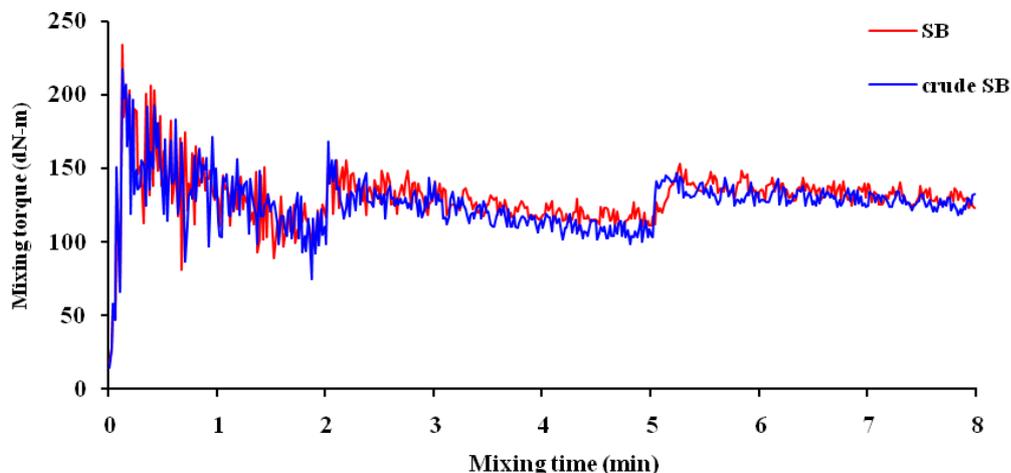
จากตาราง 4.25 และรูปที่ 4.40 แสดงอุณหภูมิคล้ายแก้ว T_g ของยางวัลคาไนซ์ที่มีการใช้สารต้านการเสื่อม ซึ่งจากการทดลองพบว่าการใช้สารต้านการเสื่อมทำให้อุณหภูมิคล้ายแก้วของยางวัลคาไนซ์ลดลงเล็กน้อย ซึ่งอาจเป็นผลมาจากการที่สารต้านการเสื่อมไปรบกวนปฏิกิริยาวัลคาไนเซชัน ทำให้ปริมาณพันธะเชื่อมโยงในยางวัลคาไนซ์ลดลง เมื่อปริมาณของพันธะเชื่อมโยงลดลงก็จะส่งผลให้โมเลกุลของยางขยับได้มากขึ้นจึงมีค่า T_g ที่ลดลง

4.4 การศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้สเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่ไม่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ (Crude stearyl benzoate)

การศึกษาความเป็นไปได้ในการนำสเตียริลอะโรมาติกเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ ใช้งานในรูปแบบที่ไม่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ (มี stearyl alcohol 17 %) เปรียบเทียบกับการใช้ Stearyl benzoate (SB) ซึ่งการทำให้สารบริสุทธิ์ ต้องผ่านขั้นตอนหลายขั้นตอน ส่งผลให้ต้นทุนสูงขึ้น ส่วนการใช้ crude stearyl benzoate มีต้นทุนการผลิตต่ำลง โดยศึกษาเปรียบเทียบสมบัติทั้งก่อนและหลังการวัลคาไนซ์ ซึ่งแสดงผลการทดลองดังต่อไปนี้

4.4.1 สมบัติก่อนการวัลคาไนซ์ของยางที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)

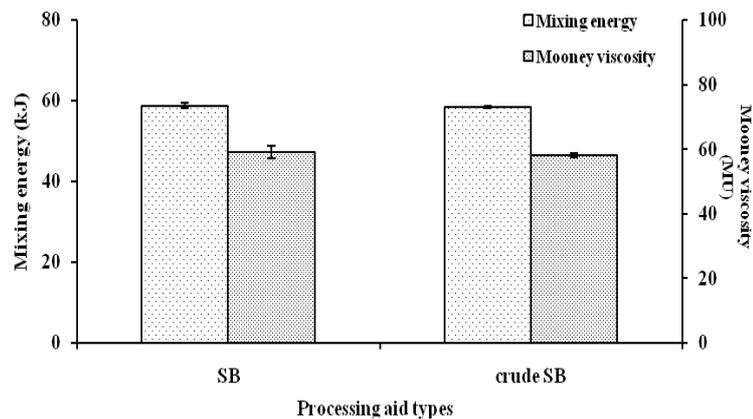
สมบัติก่อนการวัลคาไนซ์ของยางที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) แสดงดังตารางที่ 4.26-4.28 และรูปที่ 4.41-4.45



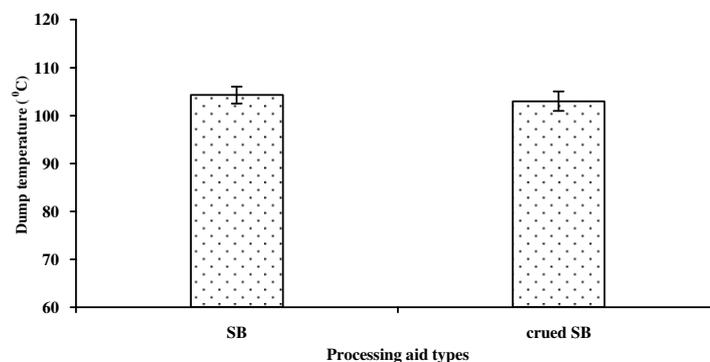
รูปที่ 4.41 ความสัมพันธ์ระหว่างทอร์กของการผสมกับเวลาของยางคอมพาวนด์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)

รูปที่ 4.41 แสดงค่าทอร์กการผสมกับเวลาของยางคอมพาวนด์ และรูปที่ 4.42 แสดงค่าพลังงานการผสมและความหนืดมูนนี้ของยางคอมพาวนด์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) เป็นสารช่วยในการแปรรูป ซึ่งจากการทดลองพบว่าการใช้สารช่วยในการแปรรูปทั้ง Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) ใช้พลังงานในการผสมและมีความหนืดมูนนี้อยู่ในระดับเดียวกัน เนื่องจาก Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl

benzoate (crude SB) มีส่วนที่เป็น alkyl chain ซึ่งจะทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่นให้กับโมเลกุลยาง ทำให้โมเลกุลยางเคลื่อนไหวได้ง่ายขึ้น ส่งผลให้การใช้พลังงานการผสมและมีค่าความหนืดมูนนี่ที่ใกล้เคียงกัน



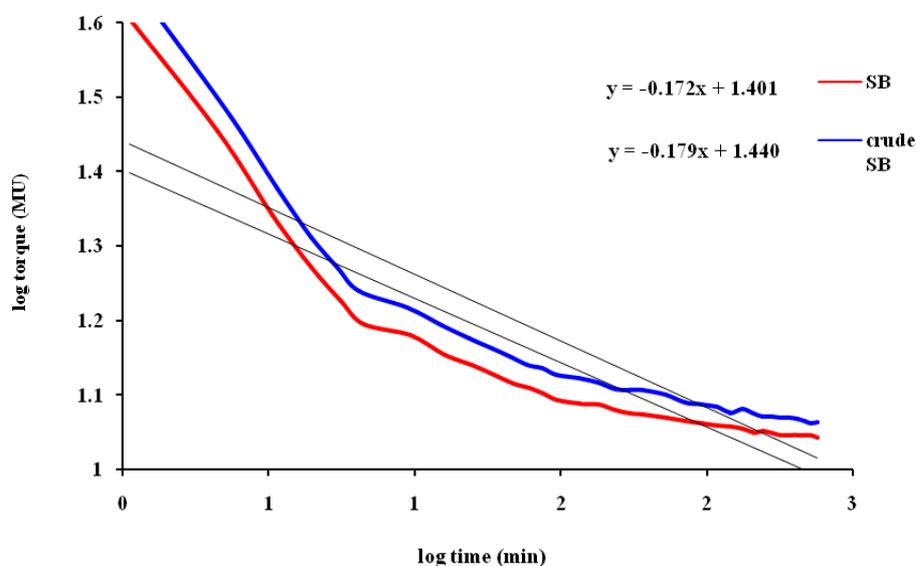
รูปที่ 4.42 พลังงานการผสม และความหนืดมูนนี่ของยางคอมพาวนด์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)



รูปที่ 4.43 อุณหภูมิของยางคอมพาวนด์ภายหลังการผสมที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)

รูปที่ 4.43 แสดงค่าอุณหภูมิของยางคอมพาวนด์ภายหลังการผสมที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) ซึ่งจากการทดลองพบว่าการใช้ crude stearyl benzoate (crude SB) มีอุณหภูมิของยางคอมพาวนด์ภายหลังการผสมอยู่ในระดับเดียวกับการใช้ Stearyl benzoate (SB) ซึ่งสอดคล้องกับผลของพลังงานในการผสมและความหนืดมูนนี่ นั่นคือการ

ใช้สารช่วยในการแปรรูปทั้ง Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) ใช้พลังงานในการผสมและมีความหนืดมุนนี้อยู่ในระดับเดียวกัน



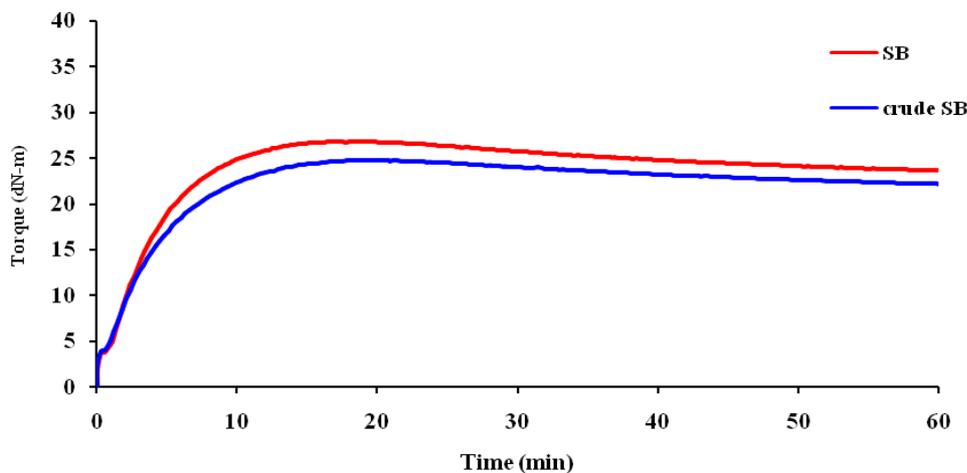
รูปที่ 4.44 การคลายตัวของความเค้นของยางคอมพาวนด์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)

จากรูปที่ 4.44 แสดงกราฟ Stress relaxation ของยางคอมพาวนด์ที่ใช้ Stearyl Benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) ซึ่งความชันของกราฟจากค่าการคลายตัวของความเค้นจะบอกถึงความสามารถในการคืนรูปของยางคอมพาวนด์ ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าการใช้ crude stearyl benzoate (crude SB) และ Stearyl benzoate (SB) มีค่าการคลายตัวของความเค้นอยู่ที่ระดับที่ใกล้เคียงกันมาก แสดงถึงความยืดหยุ่นของยางเป็นแบบเดียวกัน

ตารางที่ 4.28 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB)

และ crude stearyl benzoate (crude SB) โดยวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C

Processing aid types	M_L (dN.m)	M_H-M_L (dN.m)	t_{s1} (min)	t_{c90} (min)	CRI (min ⁻¹)
Stearyl benzoate (SB)	3.93±0.19	23.40±0.44	0.99±0.03	9.66±0.22	11.57±0.27
crude stearyl benzoate (crude SB)	3.58±0.72	20.35±0.43	0.94±0.01	9.76±0.95	11.23±0.99



รูปที่ 4.45 พฤติกรรมการวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)

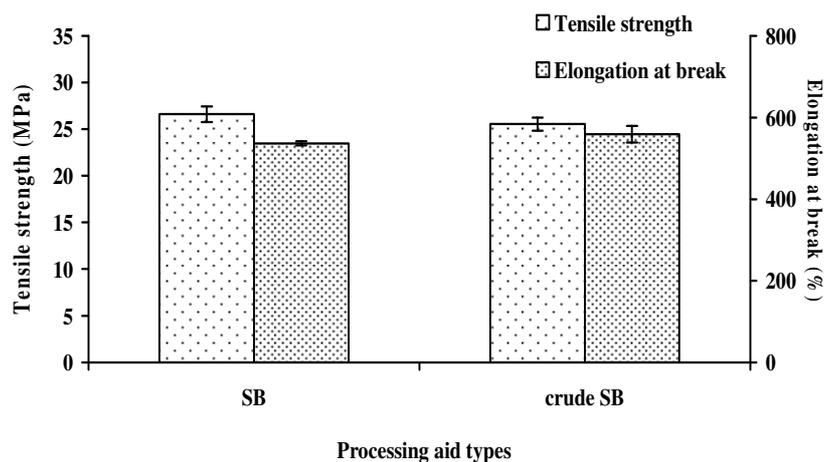
ตารางที่ 4.28 และรูปที่ 4.45 แสดงพฤติกรรมการวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) โดยวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C ซึ่งจากการทดลองพบว่า การใช้สารช่วยในการแปรรูปทั้งสองชนิดมีสมบัติการวัลคาไนซ์ที่ไม่แตกต่างกันอย่างชัดเจน โดยค่าความแตกต่างระหว่างค่าทอร์กสูงสุดกับค่าทอร์กต่ำสุดของยางคอมพาวนด์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) มีค่าสูงกว่าการใช้ crude stearyl benzoate (crude SB) เล็กน้อย ซึ่งอาจเป็นผลจากความไม่บริสุทธิ์ของ crude stearyl benzoate (crude SB) หรือ stearyl alcohol ใน crude ไปรบกวนปฏิกิริยาวัลคาไนเซชัน ทำให้ยางที่ใช้ crude stearyl benzoate (crude SB) มีค่าความแตกต่างระหว่างค่าทอร์กสูงสุดกับค่าทอร์กต่ำสุด และอัตราการวัลคาไนซ์ ต่ำกว่าการใช้ Stearyl benzoate (SB) เป็นสารช่วยในการแปรรูปเล็กน้อย ส่วนค่าอื่นๆ ถือว่าไม่แตกต่างกันอย่างชัดเจน

4.4.2 สมบัติหลังการวัลคาไนซ์ของยางที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ Crude stearyl benzoate (crude SB)

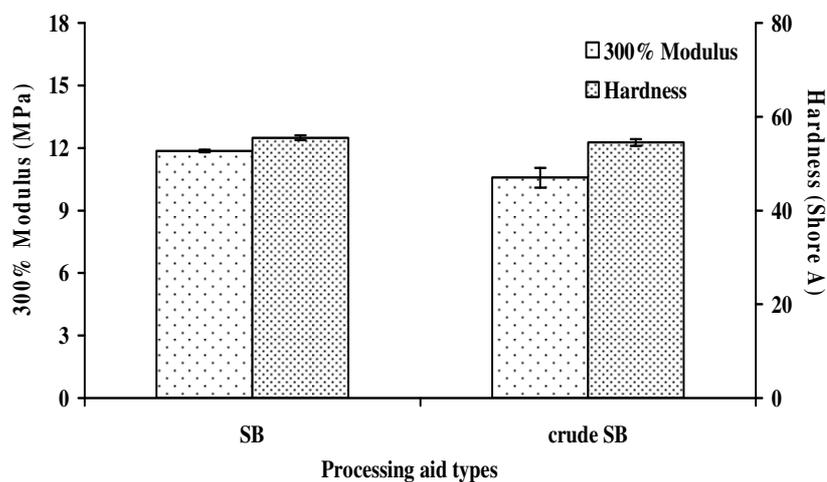
สมบัติหลังการวัลคาไนซ์ของยางที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) แสดงดังตารางที่ 4.29-4.34 และรูปที่ 4.46-4.52

รูปที่ 4.46 แสดงค่าความต้านทานต่อแรงดึง และความสามารถในการยืดขนาดของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) ซึ่งจากการทดลองพบว่าความต้านทานต่อแรงดึงของยางวัลคาไนซ์ที่มีการใช้ Stearyl benzoate (SB) และมีค่าสูงกว่าเล็กน้อย เนื่องจากความไม่บริสุทธิ์ของ crude stearyl benzoate (crude SB) ทำให้มีสารที่หลงเหลืออยู่ไปรบกวนปฏิกิริยาวัลคาไนเซชัน ส่งผลให้มีปริมาณพันธะเชื่อมโยงต่ำกว่าการใช้

Stearyl benzoate (SB) ซึ่งจะเห็นได้จากผลของค่าความแตกต่างระหว่างค่าทอร์คสูงสุดกับค่าทอร์คต่ำสุด ดังนั้นการใช้ crude stearyl benzoate (crude SB) จึงมีค่าความต้านทานต่อแรงดึงที่ต่ำกว่าการใช้ Stearyl benzoate (SB) และจากการทดลองพบว่าการใช้ Stearyl benzoate (SB) มีความสามารถในการยืดจนขาดของยางวัลคาไนซ์ต่ำกว่าการใช้ crude stearyl benzoate (crude SB)

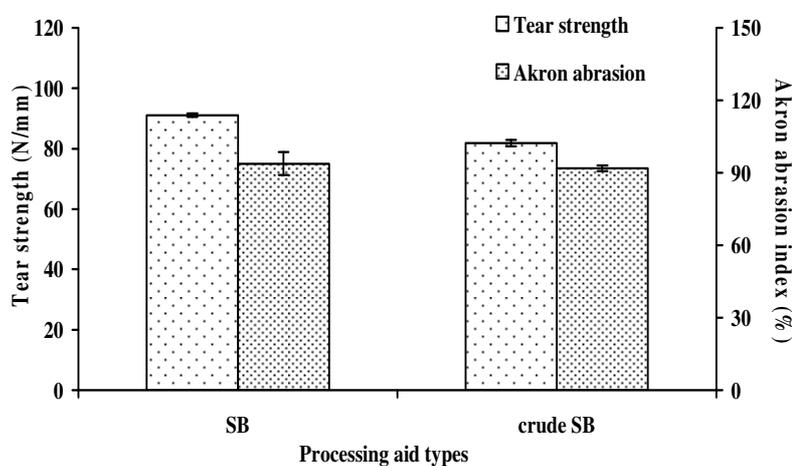


รูปที่ 4.46 ความต้านทานต่อแรงดึง และความสามารถในการยืดจนขาดของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)



รูปที่ 4.47 โมดูลัสที่ระยะยืด 300% และความแข็งของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)

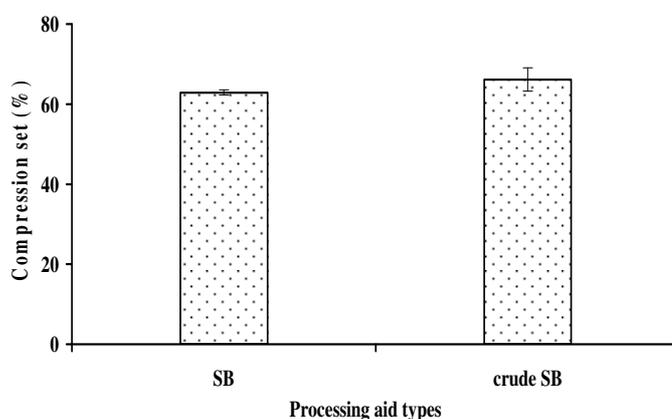
รูปที่ 4.47 แสดงค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 300% และความแข็งของยางวัลคาไนซ์ ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) ซึ่งจากการทดลองพบว่า ค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 300% ของยางที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) มีค่าสูงกว่าการใช้ crude stearyl benzoate (crude SB) เนื่องจากความไม่บริสุทธิ์ของ crude stearyl benzoate (crude SB) ทำให้มีสารที่หลงเหลืออยู่ไปรบกวนปฏิกิริยาวัลคาไนเซชัน ส่งผลให้มีปริมาณพันธะเชื่อมโยงต่ำกว่าการใช้ Stearyl benzoate (SB) จึงมีค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 300% ต่ำกว่า อย่างไรก็ตามจากอิทธิพลของความไม่บริสุทธิ์ของสาร ส่งผลให้ความแข็งของยางวัลคาไนซ์ที่มีการใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) มีค่าแตกต่างกันเพียงเล็กน้อย



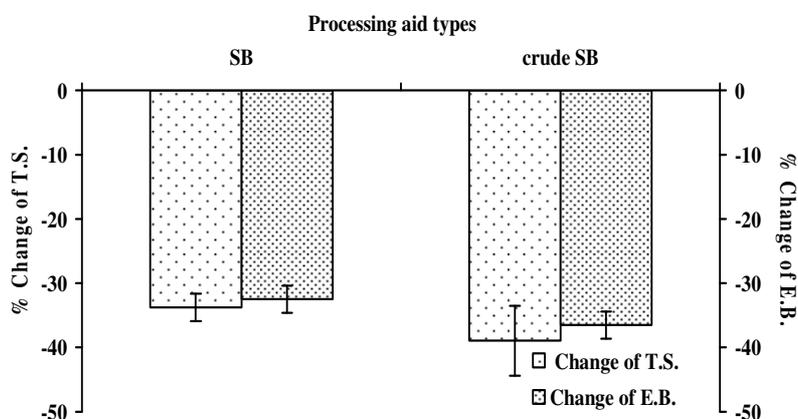
รูปที่ 4.48 ความต้านทานต่อการฉีกขาด และความต้านทานต่อการสึกหรอของยางวัลคาไนซ์ ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)

รูปที่ 4.48 แสดงค่าความต้านทานต่อการฉีกขาด และความต้านทานต่อการสึกหรอของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) ซึ่งจากการทดลองพบว่าความต้านทานต่อการฉีกขาดของยางที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) มีค่าสูงกว่าการใช้ crude stearyl benzoate (crude SB) อย่างชัดเจน เนื่องจากความไม่บริสุทธิ์ของ crude stearyl benzoate (crude SB) ทำให้มีสารที่หลงเหลืออยู่ไปรบกวนปฏิกิริยาวัลคาไนเซชัน ส่งผลให้มีปริมาณพันธะเชื่อมโยงต่ำกว่าการใช้ Stearyl benzoate (SB) เป็นผลให้มีความต้านทานต่อการฉีกขาดต่ำลง ส่วนความต้านทานต่อการสึกหรอของยางที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) พบว่ามีค่าสูงกว่าการใช้ crude stearyl benzoate (crude SB) เล็กน้อย เนื่องจากการใช้สารช่วยในการแปรรูป Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) จะทำให้ผิวยางลื่นทั้งคู่ แต่การใช้ Stearyl

benzoate (SB) จะทำให้มีปริมาณพันธะเชื่อมโยงที่สูงกว่า ดังนั้นจึงมีความต้านทานต่อการสึกหรอสูงกว่าเล็กน้อย



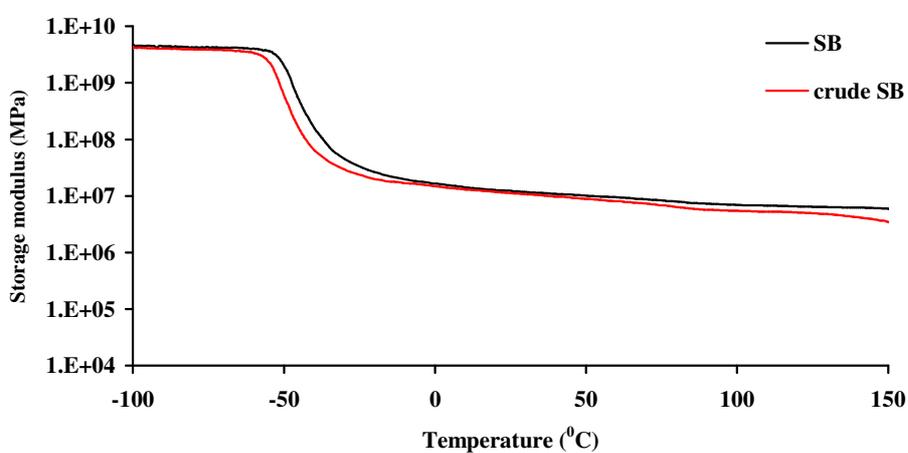
รูปที่ 4.49 ความสามารถในการคืนรูปหลังการกดของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)



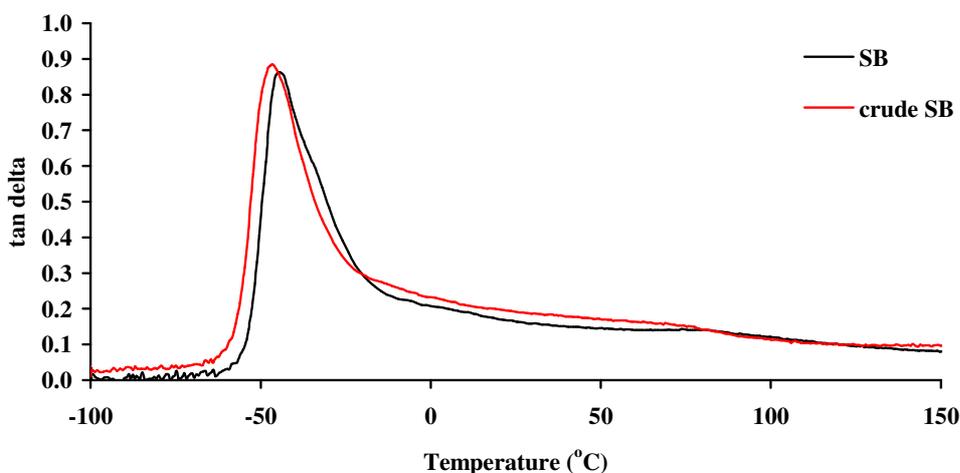
รูปที่ 4.50 การเปลี่ยนแปลงของความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดจนขาด ภายหลังการบ่มแรงของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)

รูปที่ 4.49 และ 4.50 แสดงค่าความสามารถในการคืนรูปหลังการกด การเปลี่ยนแปลงของความต้านทานต่อแรงดึง และความสามารถในการยืดจนขาดภายหลังการบ่มแรงของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) ซึ่งจากการทดลองพบว่าความสามารถในการคืนรูปหลังการกด การเปลี่ยนแปลงของความต้านทานต่อแรงดึงและ

ความสามารถในการยืดจนขาดภายหลังการบ่มแรงของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) มีค่าต่ำกว่าการใช้ crude stearyl benzoate (crude SB) เล็กน้อย เนื่องจากใน crude stearyl benzoate (crude SB) จะมีส่วนของ Stearyl alcohol หลงเหลืออยู่ ซึ่งเมื่อได้รับความร้อนจากการบ่มแรง Stearyl alcohol จะเกิดการแตกตัวให้โปรตอนออกมาได้ง่ายเกิดเป็นอนุมูลอิสระ ทำให้ในยางที่ใช้ crude stearyl benzoate (crude SB) จะมีปริมาณของอนุมูลอิสระมากกว่าการใช้ Stearyl benzoate (SB) ทำให้โมเลกุลของยางเกิดการเสื่อมสลายได้มากกว่า ดังนั้นการใช้ crude stearyl benzoate (crude SB) มีความต้านทานต่อการบ่มแรงต่ำกว่าการใช้ Stearyl benzoate (SB) เป็นสารช่วยในการแปรรูป



รูปที่ 4.51 Storage modulus ของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)



รูปที่ 4.52 tan delta ของยางวัลคาไนซ์ที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)

ตารางที่ 4.34 Glass transition temperature ของยางแต่ละสูตรที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB)

Processing aid types	Glass transition temperature (T _g , °C)
Stearyl benzoate (SB)	-44.4
crude stearyl benzoate (crude SB)	-46.6

จากตารางที่ 4.34 และรูปที่ 4.52 แสดงค่า T_g ของยางแต่ละสูตรที่ใช้ Stearyl benzoate (SB) และ crude stearyl benzoate (crude SB) ซึ่งจากการทดลองพบว่า Stearyl benzoate (SB) มี Glass transition temperature สูงกว่า crude stearyl benzoate (crude SB) เนื่องจาก crude stearyl benzoate (crude SB) เป็นสารที่ไม่บริสุทธิ์ซึ่งจะมีส่วนของ Stearyl alcohol ปนเปื้อนอยู่ ซึ่งโครงสร้างมีความยืดหยุ่นสูงกว่า Stearyl benzoate (SB) ทำให้ crude stearyl benzoate (crude SB) มีค่า T_g ต่ำกว่า Stearyl benzoate (SB) เล็กน้อย

ถึงแม้ว่าจะมี Stearyl alcohol ปนอยู่ถึง 17 เปอร์เซ็นต์ การใช้สเตียริลเบนโซเอตในรูปแบบ crude SB ก็ยังคงให้สมบัติของยางคอมพาวนด์ใกล้เคียงกันมากกับสเตียริลเบนโซเอตที่บริสุทธิ์ การใช้ในเชิงอุตสาหกรรมจึงน่าจะใช้ในรูป crude SB แต่ต้องศึกษาถึงข้อจำกัดด้านปริมาณสเตียริลแอลกอฮอล์ใน crude SB ที่จะส่งผลให้สมบัติบางประการด้อยลงได้ด้วย