4.วิธีการวิจัย

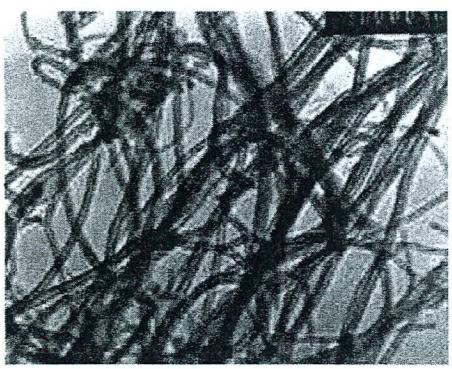
4.1 วัสดุและสารเคมี

4.1.1 ยาง

ยางแผ่นรมควันชั้น 3 และ ยางเอสบีอาร์ (SBR1502)

4.1.2 สารตัวเติม

ใช้ท่อนาโนคาร์บอน (carbon nanotubes) ชนิด multi-walled carbon nanotubes (MWNTs) ซึ่งมีเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 8-15 nm และมีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 3-5 nm มีความยาว ~50 μm (รูปที่ 4.1) มีพื้นที่ผิวจำเพาะมากกว่า 233 m^2/g ความหนาแน่นก้อน (bulk density) 0.15 g/cm^3 และความหนาแน่นจริง (true density) ~ 2.1 g/cm^3 มีค่าการนำไฟฟ้ามากกว่า 100 A/cm^2



รูปที่ 4.1 ภาพ TEM ของท่อนาโนคาร์บอนชนิด MWNTs

4.1.3 สารเคมียาง

สารเคมียางที่ใช้มีหน้าที่ต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 สารเคมียางและหน้าที่ (พงษ์ธร, 2550)

สารเคมี	หน้าที่
1. ซิงค์ออกไซด์ (zinc oxide, ZnO)	เป็นสารกระตุ้นปฏิกิริยาเพื่อเพิ่มอัตราเร็วของปฏิกิริยาคงรูป
2. กรดเสตียริก (stearic acid, SA)	เป็นสารกระตุ้นปฏิกิริยาเพื่อเพิ่มอัตราเร็วของปฏิกิริยาคงรูป ใช้คู่กับZnO
3. ไดเบนโซไทอะซีลไดซัลไฟด์ (dibenzothiazyl disulfide, MBTS)	เป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเร็วปานกลาง
4. ไดฟีนีลกัวนิดีน (diphenyl guanidine, DPG)	เป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยาทุติยภูมิที่นิยมใช้ร่วมกับสารตัวเร่งในกลุ่มไทอโซล
5. ไดเมทีลบิวทีลฟีนีลลีนไดเอมีน (6PPD)	เป็นสารป้องกันการเสื่อมสภาพ
6. กำมะถัน (sulfur, S)	เป็นสารทำให้ยางคงรูป

4.2 ขั้นตอนและวิธีการวิจัย

การศึกษาผลจากการเติม (MWNTs) เสริมแรงในยางคอมเปานด์ระหว่างยางธรรมชาติ (NR) กับยางเอสบีอาร์ (SBR) โดยศึกษาดังต่อไปนี้

4.2.1 การศึกษาผลของปริมาณอัตราส่วนระหว่าง NR: SBR ต่อสมบัติต่างๆของยางคอมเปานด์

ในกระบวนการผสมยางคอมเปานด์ ใช้สูตรพื้นฐานตามตารางที่ 4.2 และผสมยางคอมเปานด์โดยใส่สารเคมีตามลำดับดังตารางที่ 4.3 มีขั้นตอนและวิธีการ ดังนี้

1) เตรียมสารเคมีเพื่อใช้ในสูตรยาง คอมเปานด์

ตารางที่ 4.2 สูตรที่ใช้ MWNTs เป็นสารตัวเติมโดยใส่ MWNTs ในปริมาณ 1-10 phr

สารเคมี	ปริมาณยางธรรมชาติ (NR) : ยางสไตรีนบิวตาไดอีน (SBR) (phr)					
	100/0	85/15	75/25	50/50	25/75	0/100
NR	100	85	75	50	25	0
SBR	0	15	25	50	75	100
ZnO	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00
Stearic acid	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
MBTS	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75
DPG	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75
6PPD	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
MWNTs	1, 3, 5, 10	1, 3, 5, 10	1, 3, 5, 10	1, 3, 5, 10	1, 3, 5, 10	1, 3, 5, 10
Suphur	2	2	2	2	2	2

2) ผสมยางกับสารเคมี โดยเครื่องบด 2 ลูกกลิ้ง ตามมาตรฐาน ASTM D 3184 – 80

ตารางที่ 4.3 ขั้นตอนการผสมและลำดับการใส่สารเคมี ในการผสมยางคอมเปานด์

เวลา (นาที)	ขั้นตอนการทำ
0	บดยางจนพันลูกกลิ้งและมีผิวเรียบสม่ำเสมอ
2.0	เติม ZnO
4.0	ใส่ Stearic Acid
14.0	ใส่ MWNTs
15.0	ใส่ 6PPD
17.0	ใส่ DPG
18.0	เติมMBTS
19.0	เติมกำมะถัน
20.0	ม้วนยางผ่านลูกกลิ้ง 10 ครั้ง

3) หาเวลาในการวัลคาไนซ์ (cure time)ของยางคอมเปานด์ด้วย MDR 2000 ที่ 160°C

4) อัดยางให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องอัดยาง ตามเวลาในการวัลคาไนซ์ที่หาได้จาก MDR 2000 ตามมาตรฐาน ASTM D 5289-95

5) หาอัตราส่วนของยางธรรมชาติและยางเอสบีอาร์ที่ดีที่สุดโดยทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 2-5

6) ทำการทดสอบสมบัติต่างๆได้แก่cure time และ scorch time, ความทนต่อแรงดึง (tensile

strength)(ASTM D412-68), ความสามารถในการยืดของยางจนขาด (%Elongation at break), มอดูลัส (300% Modulus)(ISO 37), การต้านทานต่อการฉีกขาด (tear strength)(ISO 34), ความแข็ง (hardness)(ASTM D2240), การเสียรูปหลังการกด (compression set)(ASTM D471, Method B), การบวมตัว(%Swelling)ในน้ำมันและโทลูอีน

7) วิเคราะห์สมบัติต่างๆด้วย SEM (scanning electron microscope), FTIR (Fourier transform infrared spectroscopy), TGA (*thermogravimetric analysis*) และ DMTA (dynamic mechanical thermal analysis)

4.2.2 การศึกษาผลของปริมาณ MWNTs ต่อสมบัติต่างๆของยางคอมเปานด์

ทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 2-7 ในหัวข้อ 4.2.1 โดยแปรปริมาณของ MWNTs เป็น 1, 3, 5 และ 10 phr และใช้สารเคมียางตามตารางที่ 4.1

4.2.3 วิธีทดสอบและวิเคราะห์สมบัติทางเคมีของยางคอมเปานด์

1) การศึกษาร้อยละการบวมตัว (% Swelling)

เป็นการทดสอบการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักของชิ้นงานหลังจากนำไปแช่ในสารละลาย ซึ่งการบวมตัวจะเกิดกับเนื้อยางอย่างเดียว (Rakchonlatee et al., 2004) โดยนำชิ้นงานที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 12 มิลลิเมตร หนา 6 มิลลิเมตร จำนวน 6 ชิ้นต่อ 1 สูตรการทดลองมาชั่งน้ำหนักและแบ่งออกเป็น 2 ส่วน (ส่วนละ 3 ชิ้น) โดยส่วนแรกนำไปแช่ในน้ำมันเกรด SAE 15W-40 ที่อุณหภูมิห้องปริมาตรที่ใช้ 30 มิลลิลิตร เป็นเวลา 7 วัน และส่วนที่สองนำไปแช่ในโทลูอีนที่อุณหภูมิห้อง ปริมาตรที่ใช้ 30 มิลลิลิตร เป็นเวลา 3 วัน จากนั้นเมื่อครบกำหนดก็นำชิ้นงานมาชั่งน้ำหนัก และคำนวณร้อยละการบวมตัวดังสมการที่ 4.1

$$\% \text{ Swelling} = \frac{m_1 - m_0}{m_0} x100 \qquad (4.1)$$

เมื่อ m_0 คือ น้ำหนักของชิ้นงานก่อนแช่ (กรัม) และ m_1 คือ น้ำหนักของชิ้นงานหลังแช่ (กรัม)

การนำชิ้นงานไปแช่ในโทลูอีนนอกจากจะสามารถคำนวณร้อยละการบวมตัวได้แล้ว ยังสามารถคำนวณความหนาแน่นการเชื่อมขวาง (Crosslink density) ได้ด้วยตามสมการของ Flory-Rhener (Arroyo et al., 2006; Kumnuantip et al., 2003) ซึ่งสมการการคำนวณแสดงในสมการที่ 4.2 และ 4.2

$$-\left[\ln(1-\phi_r)+\phi_r+\chi\phi_r^2\right] = v_0 n\left[\phi_r^{\frac{1}{3}} - \left(\frac{\phi_r}{2}\right)\right] \qquad (4.2)$$

เมื่อ ϕ_r คือ สัดส่วนโดยปริมาตรของยางในมวลที่บวมตัว, v_0 คือ มวลโดยปริมาตรของตัวทำละลาย (106.2 cm^3/mol), χ คือ ค่าคงที่ Flory–Huggins ของยางในตัวทำละลาย (0.393) และ n คือ ความหนาแน่นการเชื่อมขวาง (mol/cm^3)

$$\frac{1}{\phi_r} = 1 + \frac{w_s * \rho_r}{w_i * \rho_s} \qquad (4.3)$$

เมื่อ w_r คือ น้ำหนักชิ้นงานหลังแช่ (กรัม), w_i คือ น้ำหนักชิ้นงานก่อนแช่ (กรัม), ρ_s คือ ความหนาแน่นของโทลูอีน (0.87 g/cm^3) และ ρ_r คือ ความหนาแน่นของยาง (g/cm^3)